

## UM RECORTE SOBRE A TECNOLOGIA DE SINTERIZAÇÃO POR PLASMA PULSADO (SPS)

**Getúlio da Silva Abreu**

Doutorando em Engenharia e Ciência dos Materiais/UENF  
getulio-abreu@hotmail.com

**Ana Lúcia Diegues Skury**

Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais/UENF  
lucia@uenf.br

### RESUMO

O objetivo deste trabalho foi fazer pesquisa bibliográfica sobre a sinterização por plasma e suas aplicações na indústria, com ênfase maior à Sinterização por Plasma Pulsado (SPS). Para confirmar tal sistemática, o objetivo secundário foi apresentar alguns exemplos de diversas naturezas de aplicabilidade da sinterização por plasma. Assim, é possível concluir aspectos importantes desta técnica. O trabalho também servirá de fonte de pesquisa bibliográfica futuras, seja em nível de graduação ou pós-graduação. Foi possível classificar uma gama de operações que puderam ser realizadas a partir desta tecnologia. Foi dada uma ênfase a sinterização por plasma pulsado, visto que é uma área nova e com muitos resultados interessantes. Para confirmar a importância da prática de sinterização na tecnologia de materiais, o estudo capturou aplicações em diversos artigos científicos internacionais. Em ambos os trabalhos, os resultados das práticas foram satisfatórios. A pesquisa se justifica devido ao método de Sinterização por Plasma Pulsado (SPS) ser um ramo novo de estudo, principalmente no Brasil. Espera-se encontrar muitos artigos e pesquisas falando desta técnica. Com isso, o trabalho tornar-se-á um facilitador de conhecimento do assunto, mesmo que seja de maneira breve.

**Palavras-chave:** Plasma; Sinterização; Sinterização por plasma pulsado.

### ABSTRACT

The objective of this study was to survey the literature on plasma sintering and its applications in industry. Giving greater emphasis to the Spark Plasma Sintering (SPS). To confirm such systematic, the secondary aim of this paper was to present some examples of several kinds of the applicability of plasma sintering. It is therefore possible to conclude important aspects of the sintering technique. The work will also provide a source of literature for future work, whether at undergraduate or postgraduate. It was possible to classify a range of operations that could be made from this technology. Emphasis was placed on the pulsed plasma sintering, since it is an area with many new and interesting results. To confirm the importance of the practice of sintering in materials technology, the study captured applications in several international scientific papers. In both works, the results of the practices were satisfactory. The research is justified because the method of spark plasma sintering is a new branch of study, especially in Brazil. It is expected to find many researches and papers speaking about this technique. As a result, the work will become a knowledge facilitator of the matter, even briefly.

**Keywords:** Plasma; Sintering; Spark Plasma Sintering.

## INTRODUÇÃO

A sinterização teve origem há milhares de anos. Por exemplo, a fabricação de tijolos por aquecimento de argila em fogo a céu aberto é uma das primeiras aplicações de sinterização praticada pelas antigas civilizações da Mesopotâmia. A prática já era conhecida em 6.000 a.C. Os antigos egípcios sinterizavam metais e cerâmicas tão cedo quanto 3.000 a.C e os incas da América do Sul utilizavam a sinterização para fazer joias.

Brito, Medeiros & Lourenço (2007), afirmam que a sinterização pode ser definida como um processo físico, termicamente ativado, que faz com que um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquira resistência mecânica. É necessário aplicar calor durante ou após a compactação de partículas (pós-metálicos) para aumentar o número de ligações. Assim, esse aquecimento que ocorre abaixo do ponto de fusão é caracterizado como sinterização.

Gomes (1995) aduz que sinterização é um processo termodinâmico de não equilíbrio e irreversível, com excesso de energia livre, onde um conjunto de partículas (agregado de pó ou compactado) adquire uma estrutura sólida coerente, através da redução da área superficial específica, resultando na formação de contornos de grãos e crescimento de pescoços de união interparticular, levando normalmente o sistema a densificação e redução volumétrica.

Rahaman (2008) afirma que a sinterização é um método em que partículas finas de um determinado material se unem para diminuir sua energia livre e formar um único sólido. Nesse instante, a matéria-prima é aquecida de modo que seja atingida a energia de ativação de fenômenos de transporte de massa como difusão de superfície e de contorno de grão.

Ainda segundo Rahaman (2008), o método dito como convencional de sinterização – sem aplicação de pressão na amostra – é muito utilizado devido a sua viabilidade econômica, contudo ela favorece o crescimento de grão e limita a densidade final do sólido fabricado. Porém, métodos como o HP (*hot pressing*) e HIP (*hot isostatic pressing*), que utilizam pressão alta no material particulado, resultam em compostos de maior densidade relativa, uma vez que o esforço de compressão favorece mecanismos de densificação como a difusão de contornos de grão, no caso de materiais policristalinos e o escoamento viscoso no caso de partículas de material amorfo.

A sinterização sofre interferência de diversos parâmetros (tais como: autodifusividades e interdifusividades, solubilidades mútuas, molhabilidade etc.) associados aos materiais sinterizantes e os sistemas são tão diversos que ainda não foi possível encontrar um modelo único de sinterização que seja capaz de atender a todos os possíveis sistemas. Assim, é mais comum encontrar modelos específicos para cada sistema a ser estudado. Mediante o tipo de sistema e as fases existentes durante a sinterização, podem-se classificar dois tipos de sinterização:

Sinterização em fase sólida;

a) Sinterização em fase líquida.

A sinterização em fase sólida, segundo Gotoh *et al.* (1997) e German (1990), ocorre a uma temperatura em que nenhum dos elementos do sistema atinge o ponto de fusão. É realizada com transporte de material, exemplos, difusão atômica, transporte de vapor e fluxo viscoso.

Esta sinterização pode ser dividida em três estágios: o inicial, caracterizado pela formação de contornos de grãos na área de contato entre partículas ou formação e crescimento de pescoços entre as partículas, a partir dos contatos estabelecidos durante o processo de compactação, conduzindo até o instante em que estes começam a se interferir. O estágio intermediário, no qual há uma grande densificação do compacto, e é caracterizado por uma lisa estrutura na forma de cilindros interconectados. Há grande densificação. Inicialmente a estrutura possui de 70 a 92% de porosidade e termina com cerca de 8% de porosidade remanescente. E por fim, um terceiro estágio, em que há isolamento dos poros na região dos contornos de grão e eliminação gradual da porosidade por difusão de vacâncias dos poros ao longo dos contornos de grão com somente uma pequena densificação da estrutura. A Figura 1 mostra um exemplo das fases de uma sinterização em fase sólida.

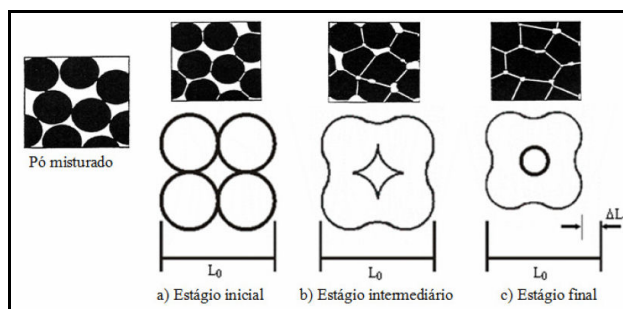


Figura 1 – Estágios da sinterização em fase sólida. (Lee & Reinforth, 1994, com adaptações).

A sinterização em fase líquida é caracterizada por aparecer uma fase líquida em determinada temperatura de sinterização. Existem três estágios: estágio de rearranjo ou fluxo líquido, o qual é marcado inicialmente pelo espalhamento do líquido recém formado ao redor das partículas sólidas que conduz ao rearranjo dessas partículas e à densificação da estrutura. O estágio de solução-precipitação, no qual só ocorrerá se houver solubilidade da fase sólida no líquido. E por fim, o estágio de sinterização em estado sólido que só ocorre se a estrutura ainda não estiver completamente densa e consiste no crescimento de pescoço entre as partes sólidas que estão em contato. Sua finalidade é o encerramento do processo de fechamento dos poros e a contração da estrutura. A Figura 2 mostra um exemplo dos estágios de sinterização em fase líquida.

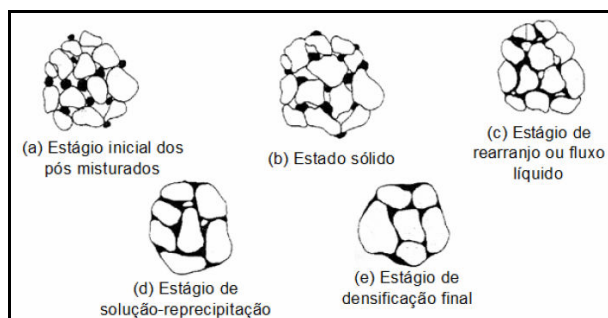


Figura 2 – Estágios de sinterização em fase líquida. (German, 1998).

Trombini *et al.* (2007) aduz que uma alternativa mais recente para a sinterização de cerâmicas nanocristalinas, por exemplo, é a sinterização por plasma pulsado (*Spark Plasma Sintering* - SPS). Com esse mecanismo é possível utilizar temperaturas mais baixas e tempos menores, produzindo densificação com pequeno crescimento de grãos.

Para Garay (2010) a sinterização por plasma pulsado SPS caracteriza-se pela geração de calor por pulsos de alta corrente elétrica aplicados diretamente na amostra e no molde, assim como a aplicação de pressão uniaxial na matéria prima. Tokita (2000) diz que esse método de sinterização traz benefícios numerosos em relação aos métodos convencionais, pois existe diminuição do tempo e temperatura. Além das altas densidades e pequenos tamanhos de grão.

Sun *et al.* (2002) diz que a sinterização por plasma pulsado é uma nova tecnologia para produção de materiais que utiliza a alta energia de um plasma de alta temperatura (descarga plasma) gerado por um pulso de energia elétrica. A energia é aplicada no espaço entre as partículas. No Processo SPS, os pós de precursores são pressionadas uniaxialmente num molde de grafite, e uma corrente contínua DC *ON-OFF* pulsada é simultaneamente aplicada. Ainda de acordo com Sun *et al.* (2002), a corrente passa através da matriz, bem como da amostra, indicando que as amostras são aquecidas tanto do exterior quanto interior. A SPS promove a transferência de material e permite a fabricação de materiais densos em curto espaço de tempo de sinterização, e com baixas temperaturas em comparação com os métodos correntes.

A pesquisa se justifica devido à técnica de Sinterização por Plasma Pulsado (SPS) ser um ramo novo de estudo. Ainda espera-se encontrar muitos trabalhos e pesquisas falando desta técnica. Com isso, o trabalho torna-se um facilitador de conhecimento do assunto, mesmo que seja de maneira breve.

O objetivo deste trabalho foi fazer uma revisão de literatura abrangente sobre a tecnologia de sinterização por plasma aplicada na indústria, dando uma ênfase maior à Sinterização por Plasma Pulsado (SPS). O trabalho também servirá de fonte de pesquisa bibliográfica para trabalhos futuros.

## METODOLOGIA

O trabalho trata-se de uma pesquisa bibliográfica acerca da sinterização por plasma. A pesquisa bibliográfica, conforme Cervo e Bervian (2002) afirmam, procura esclarecer uma problemática a partir de referências teóricas já publicadas.

Gil (2010) comenta que a principal vantagem da pesquisa bibliográfica reside no fato de permitir ao investigador a cobertura de uma gama de fenômenos muito mais ampla do que aquela que poderia pesquisar diretamente. Para Lakatos e Marconi (2001), a pesquisa bibliográfica não é mera repetição do que foi escrito sobre o assunto, mas propicia o exame de um tema com novo enfoque ou abordagem.

Assim para elaborar essa pesquisa teve-se cuidado em buscar fontes confiáveis sobre o tema. Incluíram-se como fonte de dados para esta pesquisa – revistas científicas, anais de congressos científicos, artigos científicos de alto nível e livros.

## 3. Pesquisa bibliográfica

### 3.1 Sinterização a plasma

Para Rosnagel (1989), o termo “plasma” também referido como “descarga elétrica”, “descarga gasosa” ou “descarga luminescente” se aplica a um gás contendo espécies neutras e eletricamente carregadas como elétrons, íons positivos, íons negativos, átomos e moléculas.

O processo a plasma, segundo Maia & Alves Jr. (1999) consiste em imergir a amostra que se pretende sinterizar numa atmosfera de plasma. O plasma é gerado, normalmente, por uma diferença de potencial aplicada entre dois eletrodos. O campo elétrico atuará sobre os elétrons livres, os quais colidirão com os átomos neutros, ionizando-os. Os íons assim formados, serão acelerados para o cátodo o qual será aquecido devido a este bombardeamento. A câmara que contém os eletrodos deve ser hermeticamente fechada de modo a permitir vácuo a pressões em torno de 1 Pa. A fonte de tensão deve ser variável entre 300 a 1000 V.

Para Júnior, Sinka e Júnior (2000) um sistema de sinterização por plasma possui, basicamente: reator, fonte de tensão e sistema de vácuo e gases. Se uma amostra for colocada em contato elétrico com o cátodo, esta também sofrerá bombardeamento, aquecendo-se à alta temperatura. De acordo com o mecanismo térmico também poderá existir um gradiente de temperatura. A colisão ocorrerá em nível atômico, existindo um comprometimento entre a taxa de colisão, taxa de transferência e cinética de transformação. Se existir uma alta taxa de bombardeamento sobre uma partícula, esta poderá ser aquecida até temperaturas altíssimas, antes de transferir energia para sua vizinhança. Assim, é possível, por exemplo, que haja transformação de fase na partícula alvo sem que haja transferência térmica.

Brito, Medeiros & Lourenço (2007) comentam que o plasma é um gás que apresenta certo grau de ionização de seus constituintes, sendo, portanto, um gás com característica de condutor elétrico. O plasma pode ser gerado com o uso de energia que provoque ionização em certo nível que garanta sua estabilidade, a energia ionizante. Emprega-se normalmente três tipos de energia ionizante: calor, radiação e descarga elétrica.

Reforçam ainda, Brito, Medeiros & Lourenço (2007) e Kemer & Johnson (1985), que a sinterização por plasma consiste em expor a amostra sob um plasma inerte ou reativo. O aquecimento se dá por bombardeio dos íons do plasma sobre a superfície externa da amostra, principalmente, caso a amostra esteja em contato direto com o plasma, ou por radiação, caso a amostra esteja isolada. Em ambos os casos, o

aquecimento da amostra acontece do exterior para o interior. O aquecimento pode se dar muito rapidamente, possibilitando taxas de aquecimento da ordem de 150 °C/min e, devido à condução de calor na amostra, grandes gradientes de temperatura na amostra são teoricamente possíveis.

Kemer & Johnson (1985) afirmam que alguns defeitos também podem aparecer na sinterização a plasma, seja pela implantação de íons na rede do material, arrancamento de átomos da rede (*sputtering*) ou a criação de desordem na rede cristalina. Estes defeitos modificam as propriedades superficiais dos materiais e sua sinterização. O plasma pode, portanto, produzir mais efeito sobre a cinética de sinterização que simplesmente aquele provocado pelo rápido aquecimento. É importante saber, que este efeito é produzido apenas na superfície externa das amostras, uma vez que o plasma não penetra na porosidade da amostra verde, não havendo, então, produção de defeitos nas partículas interiores. Assim, este tipo de influência deve se restringir ao exterior da amostra e sua influência total sobre a sinterização pode ser desprezível, mas não necessariamente sua influência sobre as propriedades mecânicas da peça.

Os processos a plasma envolvem reações físicas e químicas que ocorrem entre partículas e superfícies sólidas em contato com o plasma. Por exemplo: erosão por plasma, deposição de filmes finos, proteção de superfícies por tratamentos especiais, endurecimento de superfícies e implantação iônica.

Muitos resultados têm sido apresentados sobre sinterização por plasma em materiais cerâmicos como alumina e zircônia estabilizada por ítria (com ou sem dopante). Por exemplo, os encontrados por Upadhyaya (1988):

- a) Altas taxas de sinterização;
- b) Menor tamanho de grão, uma ordem de grandeza menor, que das amostras sinterizadas por métodos convencionais;
- c) Altas densidades finais. Entre 98 e 99,5% da densidade teórica em curto espaço de tempo;
- d) Obtém-se melhor resistência mecânica a baixas temperaturas, se comparado com amostras sinterizadas no método convencional similar.

### 3.2 Sinterização por plasma pulsado

Para Tokita (1993) a história da tecnologia relacionada com a sinterização por plasma pulsado começou no final de 1930 quando um processo de sinterização usando energização elétrica foi introduzido nos Estados Unidos. No Japão, um processo semelhante foi pesquisado e patenteado nos anos 60 e é conhecido como *spark sintering*, porém não foi amplamente utilizado devido à falta da tecnologia para aplicação em massa, aos campos limitados em que poderia ser aplicada a técnica, aos problemas não resolvidos associados com a produção industrial, aos custos dos equipamentos e à eficiência da sinterização propriamente dita. Havia pouca literatura sobre a investigação desse processo até a última metade da década de 70. O processo recentemente atraiu a atenção crescente entre os engenheiros de produção, bem como pesquisadores de ciência dos materiais.

Segundo Munir *et al.* (2006) a importância do método SPS como uma ferramenta para consolidação do processo de pós foi demonstrada pelo grande número de artigos publicados durante a década passada. Embora existam poucas excelentes sínteses publicadas, nenhuma tentativa forneceu uma revisão abrangente do processo.

Munir *et al.* (2006) ainda afirma que o esforço para comercializar o método SPS foi iniciado em larga escala no Japão, por isso não é surpreendente que a vasta maioria dos trabalhos publicados seja desse país. A China e a Coreia são o segundo e o terceiro, respectivamente, enquanto que os outros países contribuem menos de 30 artigos cada. Em parte, isso reflete a distribuição e à disponibilidade de equipamentos de *Spark Plasma Sintering* (SPS) nos países. O Japão tem, de longe, o maior número de unidades de SPS.



Tokita (2000) reforça que com a estréia recente da terceira geração de equipamentos de SPS, que conta com geradores de pulsos de corrente contínua entre 2000 e 20000 A e cargas entre 10 e 100 t, como ilustra a Figura 3, esta técnica vem ganhando crescente reputação no desenvolvimento de novos processos industriais, principalmente de materiais compósitos.



Figura 3 – Máquina de SPS modelo DR. SINTER® - SPS1050. (Tokita, 2000, com adaptações).

A Figura 4 mostra a câmara do equipamento de *Spark Plasma Sintering*, marca Dr. Sinter modelo SPS – 1050 Sumitomo Corporation - Japão, e o pirômetro óptico utilizado no monitoramento da temperatura na parede do molde. Também, num dos trabalhos de Trombine *et al.* (2007) é possível verificar o molde de grafite utilizado e o efeito do aumento de temperatura observado antes e após o processo de sinterização, de acordo com a Figura 5.

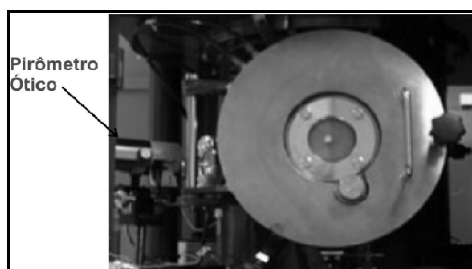


Figura 4 – Câmara do equipamento SPS. (Trombine *et al.*, 2007, com adaptações).

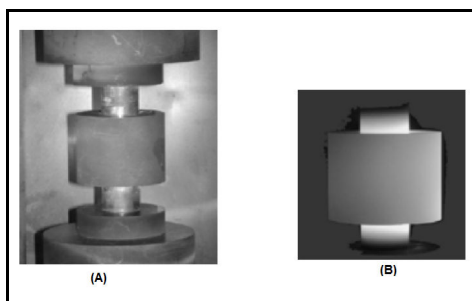


Figura 5 - Molde de grafite utilizado na sinterização dos corpos de prova (a) antes do início da sinterização e (b) durante o processo de sinterização. (Trombini *et al.* 2007, com adaptações).

Em geral, numa configuração básica de um sistema SPS típico (Figura 6 e Figura 7), existe um eixo vertical composto por dois eletrodos, uma câmara de sinterização; um mecanismo de controle da atmosfera

da câmara (argônio, ar ou vácuo); um gerador de pulsos de corrente contínua; e uma unidade de controle. A compressão mecânica é feita por dois eletrodos verticais por onde também passam os pulsos de corrente elétrica. O molde fica posicionado entre os eletrodos e é resfriado com água, dentro da câmara, que tem pressão controlada.

Ainda de acordo com Tokita (2000), com respeito aos princípios do processo SPS, o mecanismo apresenta uma eficiência térmica muito elevada devido ao aquecimento direto do molde de grafite de sinterização e materiais em pó empilhados pela corrente de plasma pulsado. A máquina de SPS pode facilmente consolidar um compacto homogêneo, com alta qualidade de sinterização. Por causa do aquecimento uniforme, a purificação da superfície torna-se possível através da dispersão dos pontos de ignição. Munir *et al.* (2006) apresentou um outro esquema do sistema SPS mais simplificado, conforme a Figura 7.

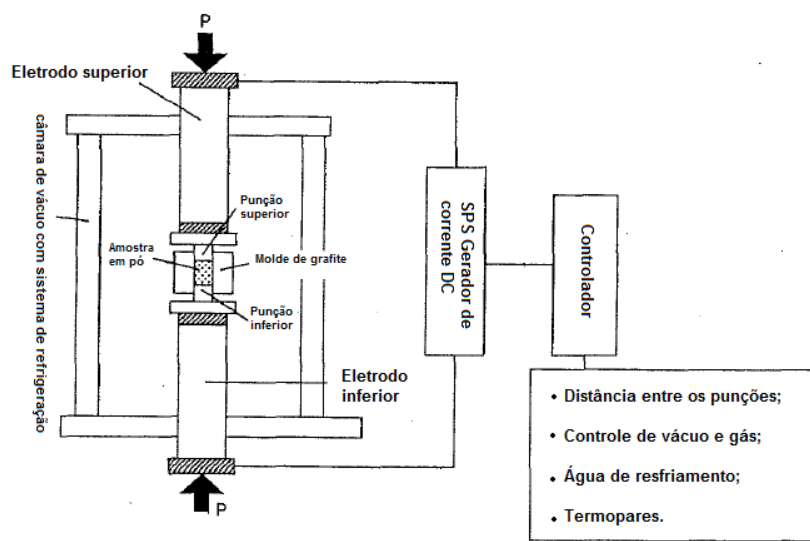


Figura 6 – Configuração típica de um sistema *Spark Plasma Sintering* (SPS). (Tokita, 2000).

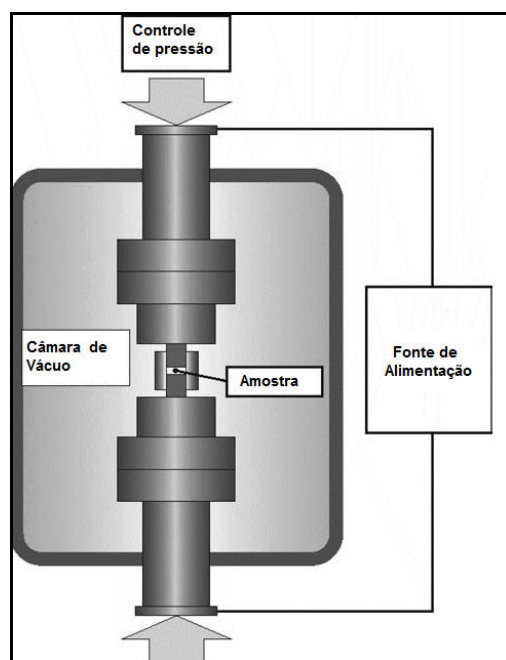


Figura 7 – Processo simplificado do sistema SPS. (Munir *et al.* (2006), com adaptações).

Trombini *et al.* (2007) comenta que as temperaturas utilizadas pelas técnicas convencionais de sinterização de materiais cerâmicos resultam no crescimento indesejado dos grãos, prejudicando assim suas propriedades finais. O forte interesse pela obtenção de materiais tais como, por exemplo, cerâmicas com microestruturas homogêneas e refinadas, está no fato de que esse tipo de microestrutura leva à obtenção de materiais com propriedades diferenciadas daquelas apresentadas por esses mesmos materiais, com microestruturas mais grosseiras.

Uma alternativa mais recente para a sinterização de cerâmicas nanocristalinas é a sinterização por plasma pulsado. Tokita (1993) diz que esse processo permite a utilização de temperaturas mais baixas e tempos menores, produzindo densificação com pequeno crescimento de grão. Tokita (2000) aduz que o método de sinterização por plasma é similar ao método de prensagem a quente. Nesse método o pó é prensado uniaxialmente em um molde de grafite e pulsos de voltagem com altas correntes são aplicados diretamente no molde e no pó. O pó é aquecido pela descarga entre as partículas e pela corrente através do molde de grafite. Devido às descargas, as superfícies das partículas são ativadas e purificadas e um fenômeno de auto-aquecimento é gerado entre as partículas e assim, a transferência de calor e de massa ocorre rapidamente.

Segundo Tokita (1993), o processo de SPS é caracterizado pela alta eficiência térmica devido ao aquecimento direto do molde de grafite e do pó a ser sinterizado pela passagem de altas correntes alternadas. O processo SPS oferece várias vantagens em relação aos processos convencionais, tais como, prensagem a quente (HP), prensagem isostática a quente (HIP) e sinterização sem pressão seguida de prensagem isostática a quente, incluindo a facilidade de operação, alta velocidade de sinterização, alta reprodutibilidade, segurança e confiabilidade, além de apresentar menor consumo energético, que é em torno de um terço a um quinto menor do que nos processos tradicionais. Devido às vantagens apresentadas por essa técnica é esperado que ocorra um aumento no uso do processo de SPS na fabricação de vários materiais, tais como: compostos intermetálicos, cerâmicas reforçadas com fibras, compósitos de matriz metálica e materiais nanocristalinos, os quais são difíceis de sinterizar utilizando métodos convencionais.

Segundo Hungria *et al.* (2009), o grande interesse em *Spark Plasma Sintering* é ligado ao rápido tratamento térmico. Assim, o tempo de consolidação é extremamente diminuído de horas, no caso da sinterização convencional, a poucos minutos para o processo SPS. Além disso, a temperatura de sinterização pode ser diminuída em algumas centenas de graus em relação à sinterização tradicional. Observe a Figura 8, que mostra um exemplo disso para uma amostra de titanato de bário ( $\text{BaTiO}_3$ ).

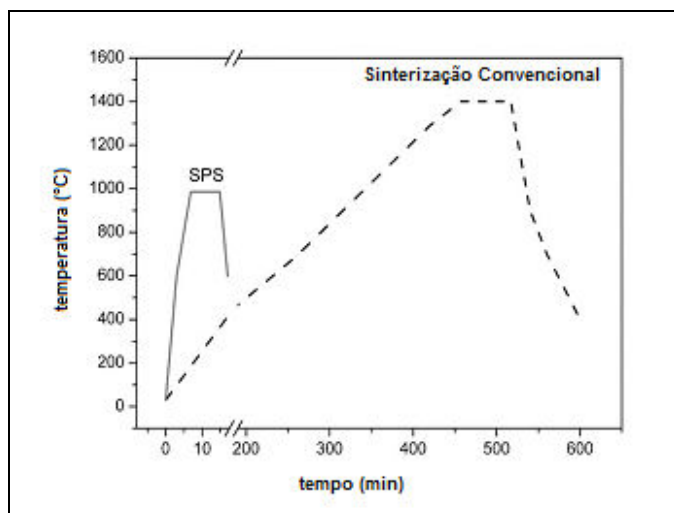


Figura 8 - Comparação dos perfis de cerâmica  $\text{BaTiO}_3$  obtidos por sinterização convencional e por *Spark Plasma Sintering* (SPS). (Hungria *et al.*, 2009, com adaptações).

Trombini *et al.* (2007) afirma que no processo de prensagem a quente convencional, o principal fator que promove densificação é o aquecimento gerado por uma resistência elétrica, e o fluxo plástico dos materiais devido à aplicação de pressão. No caso do processo de sinterização por plasma além desses fatores existe também a aplicação direta da corrente elétrica. O pulso de corrente alternada, aplicado diretamente no molde de grafite e na amostra pode gerar: (1) *Spark Plasma*, (2) pressão de impacto pela geração do plasma,



(3) aquecimento Joule e (4) difusão por campo elétrico. A Figura 9 apresenta um esquema de como pode ser o fluxo dos pulsos de corrente através das partículas do pó.

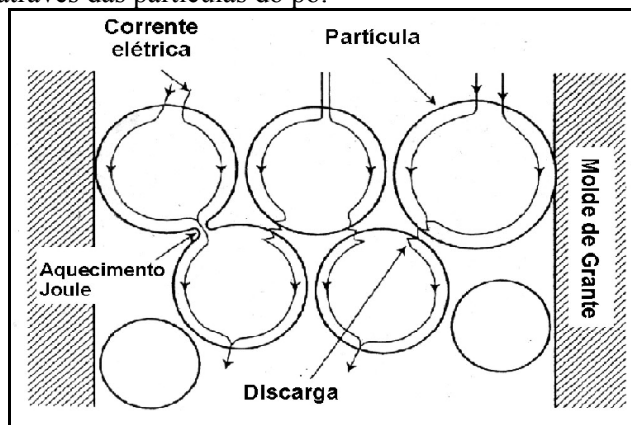


Figura 9 - Fluxo dos pulsos de corrente através das partículas do pó. (Tokita, 2000, com adaptações).

Ye *et al.* (2010) comenta que a *Spark Plasma Sintering* (SPS) é um processo de sinterização recentemente novo. Semelhante à prensagem a quente, a técnica SPS também é realizada com um molde de grafite e com aplicação de uma pressão uniaxial. Mas a densificação é reforçada por uma passagem direta pulsada de corrente elétrica através do corpo da amostra. Assim, a SPS é uma técnica de sinterização eficaz que permite a densificação de pós-cerâmicos em temperaturas consideravelmente mais baixas, com exploração de curto tempo para aquecimento rápido e com taxas de arrefecimento altas. A técnica SPS tem sido amplamente utilizada para fabricar uma grande variedade de materiais cerâmicos.

Anselmi-Tamburini *et al.* (2004) simularam numericamente a distribuição de densidade de corrente através do molde e de amostras de cobre e de alumina, materiais com condutividades elétrica e térmica bastante diferentes. As amostras tinham a mesma geometria. A aplicação de uma ddp de 5 V entre os eletrodos a temperatura ambiente indicou a não formação de corrente elétrica no material não condutor. Ou seja, o aquecimento da amostra isolante não ocorre devido ao efeito Joule no interior do material. No entanto, para o cobre, a elevação da temperatura por efeito Joule ocorre de maneira direta, já que as linhas de corrente atravessam a amostra, conforme a Figura 10. Em ambos os casos, porém, a região de maior densidade de corrente é a dos punções, região de menor seção transversal.

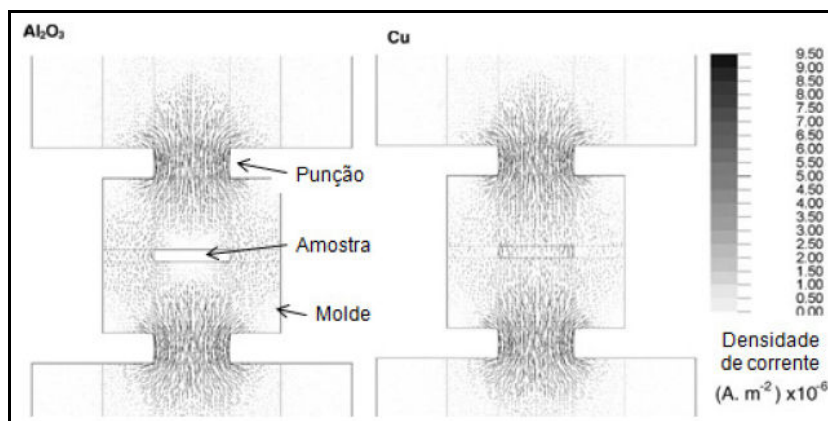


Figura 10 – Densidade de corrente nas amostras de alumina e cobre. (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2004, com adaptações).

O mesmo estudo também analisou a distribuição de temperatura no sistema e concluiu que os punções – locais de maior densidade de corrente – possuem as temperaturas mais elevadas e funcionam como fonte de calor para o aquecimento da amostra, como pode ser observado na Figura 11(a). Além disso, sugeriu-se que a distribuição de temperaturas em amostras condutoras e não condutoras é semelhante, com maior temperatura no centro e decrescendo radialmente, porém com maior gradiente entre o centro e a extremidade da amostra no caso de material isolante, Figura 11 (b).

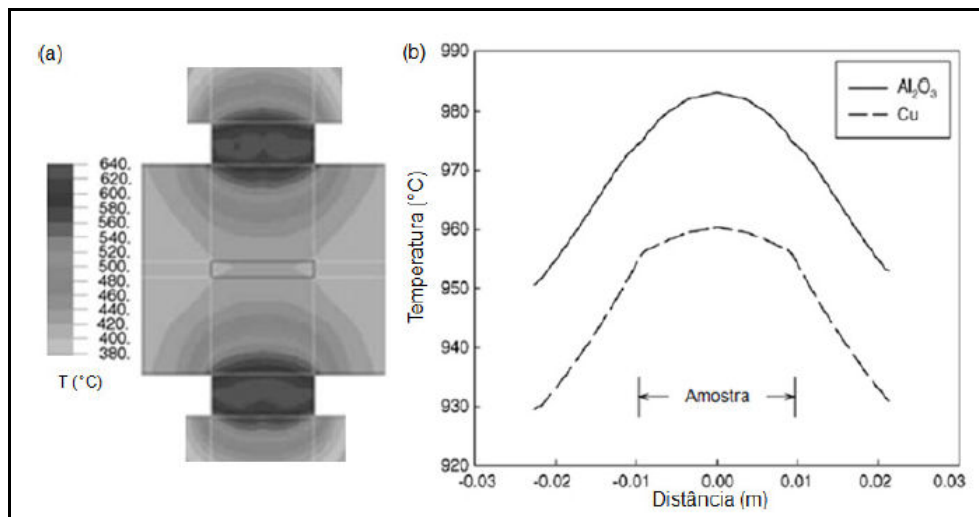


Figura 11 – (a) Distribuição de temperatura no molde para amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . (b) Temperatura nas amostras de cobre e alumina. (Anselmi-Tamburini *et al.*, 2004, com adaptações).

Alguns autores realizaram estudos com o intuito de prever a distribuição de grandezas como temperatura e tensão no molde e na amostra durante o processo SPS. Um trabalho relevante foi o de Tiwari *et al.* (2009), que criaram um modelo térmico-elétrico acoplado com propriedades dependentes da temperatura e eletricidade. Os estudos de simulação foram conduzidos utilizando os softwares ABAQUS e MATLAB, considerando a variação da energia de entrada e a condutividade térmica do pó. Essa simulação confirmou que o gradiente de temperatura na região da interface entre a amostra e a parede do molde é maior para pós de menor condutividade térmica, apontou que este gradiente também aumenta para maiores potências de alimentação.

Tiwari *et al.* (2009) mostrou a evolução da temperatura ao longo do campo do sistema, simulada após duas situações representativas de 450 e 90 s, durante as experiências de sinterização de plasma pulsado. Depois de 450 s a temperatura da superfície é da ordem de 1028-1082 °C, ligeiramente inferior (-259°C - 115°C) do que foram obtidos por análise MATLAB (1066 °C).

Munir *et al.* (2006) cita também alguns exemplos de materiais que podem ser sinterizados pelo sistema SPS. Isso pode ser verificado na Figura 12.

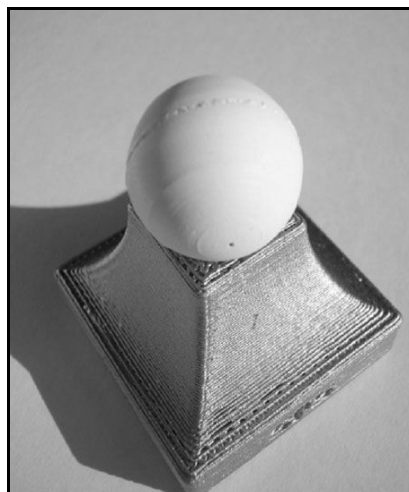


Figura 12 - Esfera de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) obtida em uma única etapa pela SPS. (Hungria *et al.*, 2009).

## CONCLUSÕES

Com a análise do trabalho foi possível concluir que a sinterização a plasma possui uma vasta aplicação na indústria, seja para obtenção materiais cerâmicos, compósitos, poliméricos etc. A sinterização de pós nanométricos com densidades próximas à densidade teórica, sem o crescimento indesejado de grãos continua um desafio, sendo que nenhum avanço significativo foi apresentado nos últimos anos. Quando as técnicas convencionais de sinterização são utilizadas, as altas temperaturas necessárias para a densificação dos materiais cerâmicos resultam no crescimento indesejado dos grãos, prejudicando assim suas propriedades finais. Outro problema encontrado na sinterização de pós nanométricos é a presença de aglomerados, que contribuem para o crescimento de grão durante a sinterização levando à obtenção de uma matriz não uniforme.

Existe um interesse em se criar materiais cerâmicos com microestruturas homogêneas e refinadas, pois esse tipo de microestrutura leva à obtenção de materiais com propriedades diferenciadas daquelas apresentadas por esses mesmos materiais, com microestruturas mais grosseiras. Para superar o problema do crescimento de grão durante o processo de sinterização de materiais nanométricos, várias técnicas não convencionais vêm sendo propostas. Dentre elas destaca-se a utilização de inibidores de crescimento de grão e densificação sob alta pressão e alta temperatura. Apesar de algumas dessas técnicas terem apresentado sucesso houve uma grande dificuldade na reprodução desses dados. Uma alternativa mais recente para a sinterização de cerâmicas avançadas é a sinterização por plasma (*Spark Plasma Sintering* - SPS). Esse processo permite a utilização de temperaturas mais baixas e tempos menores, produzindo densificação com pequeno crescimento de grãos. E conforme foi verificado mostrou resultados em pesquisas importantes em todo o mundo.

As pesquisas em SPS no Brasil ainda são muito poucas, mas espera-se que no futuro sejam intensificadas. O presente trabalho poderá servir de base, por exemplo, em pesquisas bibliográficas de mestrado e doutorado.

## REFERÊNCIAS

- ANSEMI-TAMBURINI, U. *et al.* (2004) Fundamental Investigations on the Spark Plasma Sintering/synthesis Process II. Modeling of Current and Temperature Distributions. **Materials Science and Engineering**, v.394, p. 139-148.
- BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. (2007) Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, ano 23, v. 3, p. 204-211.
- CERVO, A. L.; BERVIAN, P. A. (2002) **Metodologia científica**. São Paulo: Prentice Hall.
- GARAY, J. E. (2010) Current-Activated, Pressure-Assisted Densification of Materials. **Annual Review Material Research**, v. 40, p. 445-468.
- GERMAN, R. M. (1990) **Powder injection molding**. Princeton, New Jersey: MPIF, p. 352-366.
- GERMAN, R. M. (1998) Consolidation principles and process molding. In: ASM Handbook. Powder metal technologies and applications. **Materials Park**, OH. v.7, p. 437-452.
- GIL, A. C. (2010) **Como Elaborar Projetos de Pesquisa**. 5. ed. São Paulo: Atlas.
- GOMES, U. U. (1995) **Tecnologia dos pós: fundamentos e aplicações**. Editora Universitária da UFRN, Natal-RN.
- GOTOH, K.; MASUDA, H.; HIGASHITANI, K. (1997) **Powder Technology Handbook**. Second Edition. Marcel Dekker Inc. Nova York.
- HUNGRÍA, T.; GALY, J.; CASTRO, A. (2009) Spark Plasma Sintering as a Useful Technique to the Nanostructuring of Piezo-Ferroelectric Materials. **Advanced Engineering Materials**, Weinheim, v.11, n. 8, p. 615-631.
- JÚNIOR, C. F. S.; SINKA, V.; JÚNIOR, C. A. (2000) Estudo do gradiente térmico desenvolvido durante a

- sinterização por plasma. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 14, 2000, São Pedro - SP. **Anais** 41407, p.1-10.
- KEMER, E. L.; JOHNSON, D. L. (1985) **American Ceramic Society Bull.**, 64, p. 8-1132.
- LAKATOS, E. M.; MARCONI, M. de A. (2001) **Fundamentos de metodologia científica**. 4.ed., São Paulo: Atlas.
- LEE, W. E.; REINFORTH, W. M. (1994) **Ceramic microstructure property control by processing**. London: Chapman & Hall, p. 03-64.
- MAIA, S. F.; ALVES Jr., C. (1999) Plasma Sintering of Aluminum Bronze, In. 2nd International Latin-American Conference On Powder Technology, Foz do Iguaçu. **Anais**, PTECH'99, PR.
- MUNIR, Z. A.; ANSELMINI-TAMBURINI, U.; OHYANAGI, M. (2006) The effect of electric Field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of spark plasma sintering. **Materials Science and Engineering** 41, p. 763-777.
- RAHAMAN, M. N. (2008) **Sintering of Ceramics**. Boca Raton, United States. Ed. CRC Press, 388 p.
- ROSSNAGEL, S. M.; CUOMO, J.J.; WESTWOOD, W. D. (1989) **Handbook of plasma processing technology** - fundamentals, etching, deposition and surface interactions. New Jersey, Noyes, 523 p.
- SUN, J. *et al.* (2002) Synthesis of dense NiZn ferrites by spark plasma sintering. **Ceramics International**, 28, p. 855-858.
- TIWARI, D.; BASU, B.; BISWAS K. (2009) Simulation of thermal and electric field evolution during spark plasma sintering. **Ceramics International**, 35, p. 699-708.
- TOKITA, M. (1993) Trends in Advanced SPS Spark Plasma Sintering Systems and Technology. **Journal of the Society of Powder Technology** Japan, v. 30, p. 790-804.
- TOKITA, M. (2000) Mechanism of spark plasma sintering, in: K. Kosuge, H. Nagai (Eds.), **Proceedings** of the 2000 Powder Metallurgy World Congress, Kyoto, Japan, November 2000, Japanese Society of Powder and Powder Metallurgy, Kyoto, Japan, 2001, p. 1-13.
- TROMBINI, V. *et al.* (2007) "Spark plasma sintering" (SPS) de nanocompósitos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> (Spark plasma sintering (SPS) of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> nanocomposites). **Cerâmica**, 53, p. 62-67.
- YE, F. *et al.* (2010) Spark plasma sintering of cBN/SiAlON composites. **Materials Science and Engineering**, p.4723-4726.