

**MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**DANILO ABÍLIO CORRÊA GONÇALVES**

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO E COMPORTAMENTO BALÍSTICO  
DO SiC NANOMÉTRICO COM ADIÇÃO DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> E Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

**Rio de Janeiro**

**2017**

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**DANILO ABÍLIO CORRÊA GONÇALVES**

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO E COMPORTAMENTO BALÍSTICO  
DO SiC NANOMÉTRICO COM ADIÇÃO DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> E Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientadores: Cel Eduardo de Sousa Lima – D.C.  
Coorientador: Prof. Francisco C. L. de Melo – D.Sc.

Rio de Janeiro  
2017

c2017

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ      CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

623.51	Gonçalves, Danilo Abílio Corrêa
G635e	Estudo do processamento e comportamento balístico do SiC nanométrico com adição de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . /Danilo Abílio Corrêa Gonçalves; orientado por Eduardo de Sousa Lima; Francisco C. L. de Melo. – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2017.
	117p.: il.
	Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.
	1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. Blindagem. 2. Balística. I. Lima, Eduardo de Sousa. II. Melo, Francisco C. L. de. III. Título. IV. Instituto Militar de Engenharia.

**INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA**

**DANILO ABÍLIO CORRÊA GONÇALVES**

**ESTUDO DO PROCESSAMENTO E COMPORTAMENTO BALÍSTICO DO SiC  
NANOMÉTRICO COM ADIÇÃO DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> E Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Cel Eduardo de Sousa Lima – D.C. do IME

Aprovada em 27 de julho de 2017 pela seguinte Banca Examinadora:

---

Cel Eduardo de Sousa Lima – D.C. do IME – Presidente

---

Pesq. Maria Aparecida Pinheiro dos Santos – D.Sc. do IPqM

---

Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME

---

Pesq. Jheison Lopes dos Santos – D.C. do IME

---

Prof. José Brant de Campos – D.Sc. da UERJ

Rio de Janeiro  
2017

À Taís Gonçalves, amada esposa, cujo amor, compreensão e paciência tornaram possível este trabalho.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Cel Eduardo de Sousa Lima, meu orientador, pelas inúmeras horas dedicadas à minha orientação, e pela proposição deste tema de trabalho.

Igualmente sou grato ao Professor Francisco Cristóvão Lourenço de Melo do IAE/AMR, meu coorientador, por todo o direcionamento e apoio técnico no processamento do SiC.

À minha chefe, Professora Andersan dos Santos Paula, do IME, por apoiar meu ingresso no programa de pós-graduação, e reconhecer a importância da minha capacitação no exercício profissional neste Instituto.

Ao Professor Marcelo Henrique da Silva Prado, do IME, por motivar-me a realizar este curso de Mestrado.

Ao Professor José Brant de Campos e ao Pesquisador Vítor Ramos, da UERJ, na preparação ceramográfica, difração de raios-X e nas análises de Rietveld.

Ao Professor Alaelson Vieira Gomes, do IME, pelo direcionamento na montagem dos painéis balísticos.

Ao Cap Édio e ao Professor Sérgio Monteiro Neves, do IME, por toda a consultoria prestada na execução dos ensaios balísticos.

À Pesquisadora Maria Aparecida Pinheiro dos Santos, do IPqM, na caracterização dos pós e medições das propriedades elásticas.

Aos Pesquisadores Jheison Lopes e Rubens Marçal, pela orientação na utilização do Laboratório de Cerâmica do IME.

Às alunas de PG Gisele Saleiro e Danúbia Bordim, pelos conselhos e apoio na escrita e execução deste trabalho.

Aos Técnicos Leonardo e Joel, meus colegas de trabalho, por estes cinco anos de companheirismo e aprendizado nos laboratórios de Ensaio Mecânicos e Microscopia Eletrônica do IME.

Aos Técnicos Hélio e Gil, do IAE/AMR, pelo apoio na confecção das placas hexagonais e na sinterização.

Ao Técnico Jairo e ao Engenheiro Alexandre, do IPqM, pelo apoio nos ensaios de tamanho de partícula e picnometria de He.

À Almatris do Brasil Ltda pela doação da alumina utilizada neste trabalho.

“Dizendo com grande voz: Temei a Deus, e dai-lhe glória; porque é vinda a hora do seu juízo. E adorai aquele que fez o céu, e a terra, e o mar, e as fontes das águas”.

Apocalipse 14:7

## SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES .....	10	
LISTA DE TABELAS .....	15	
LISTA DE ABREVIATURAS .....	17	
LISTA DE SÍMBOLOS .....	18	
LISTA DE SIGLAS .....	19	
<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>22</b>
1.1	Posicionamento .....	22
1.2	Justificativa.....	22
1.3	Objetivos .....	23
<b>2</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>24</b>
2.1	Propriedades e aplicações.....	24
2.2	Estrutura cristalina do SiC.....	25
2.3	Formas de obtenção do SiC.....	27
2.3.1	Redução carbotérmica .....	28
2.3.2	Conversão polimérica.....	29
2.3.3	SHS.....	30
2.3.4	Síntese por fase gasosa.....	31
2.4	Rotas de processamento .....	32
2.4.1	Prensagem uniaxial a frio .....	32
2.4.2	Prensagem isostática a frio .....	33
2.4.3	Sinterização .....	33
2.4.3.1	Sinterização por fase sólida.....	34
2.4.3.2	Sinterização em presença de fase líquida .....	35
2.4.3.3	Prensagem a quente .....	36
2.4.3.4	Sinterização do SiC .....	37
2.4.4	Processamento do SiC nanométrico.....	38
2.5	Comportamento dinâmico dos materiais.....	40
2.5.1	Ondas de choque .....	40
2.5.2	Impedância acústica .....	40

2.6	Sistemas de blindagem multicamada .....	41
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>43</b>
3.1	Materiais utilizados .....	43
3.2	Caracterização dos Pós.....	44
3.2.1	Morfologia.....	44
3.2.2	Densidade aparente .....	44
3.2.3	Fases cristalinas.....	45
3.3	Processamento.....	45
3.3.1	Produção das misturas .....	46
3.3.2	Produção dos corpos verdes .....	47
3.3.2.1	Prensagem uniaxial a frio.....	47
3.3.2.2	Prensagem isostática a frio .....	49
3.3.2.3	Conformação das placas hexagonais.....	50
3.3.3	Densidade dos corpos verdes .....	51
3.3.4	Sinterização sem pressão.....	51
3.3.5	Prensagem uniaxial a quente .....	52
3.4	Caracterização das propriedades físicas .....	53
3.4.1	Densidade e porosidade.....	53
3.4.2	Retração e perda de massa .....	54
3.4.3	Fases cristalinas.....	55
3.5	Caracterização Microestrutural .....	55
3.6	Determinação das propriedades mecânicas.....	55
3.6.1	Propriedades elásticas .....	55
3.6.2	Preparação ceramográfica .....	57
3.6.3	Ensaio de dureza Vickers .....	59
3.6.4	Tenacidade à fratura .....	60
3.7	Preparação da blindagem multicamada.....	62
3.8	Ensaio balísticos .....	63
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>67</b>
4.1	Caracterização dos pós .....	67
4.1.1	Morfologia.....	67
4.1.2	Densidade aparente .....	70

4.1.3	Fases Cristalinas .....	70
4.2	Compactação dos pós .....	71
4.2.1	Compactação uniaxial .....	71
4.2.2	Compactação isostática .....	73
4.2.3	Compactação de placas hexagonais .....	74
4.3	Propriedades físicas .....	75
4.3.1	Densidade e porosidade .....	75
4.3.2	Retração e perda de massa .....	78
4.3.3	Fases cristalinas .....	79
4.4	Microestrutura .....	81
4.4.1	Prensagem a quente .....	81
4.4.2	Sinterização sem pressão (cilíndricas) .....	83
4.4.3	Placas hexagonais (1ª Sinterização) .....	84
4.4.4	Placas hexagonais (2ª Sinterização) .....	86
4.5	Avaliação das rotas de processamento .....	86
4.6	Propriedades mecânicas .....	89
4.6.1	Propriedades elásticas .....	89
4.6.2	Dureza .....	91
4.6.3	Tenacidade à fratura .....	93
4.7	Ensaio balístico .....	94
4.8	Superfície de fratura do ensaio balístico .....	99
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>101</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>103</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>104</b>
<b>8</b>	<b>APÊNDICES .....</b>	<b>111</b>
8.1	Apêndice 1: Espectro de EDS do SiC como recebido .....	112
8.2	Apêndice 2: Difratoograma dos aditivos como recebidos .....	113
8.3	Apêndice 3: Resultado discriminado das curvas de compactação .....	114
8.4	Apêndice 4: Difratoograma dos corpos sinterizados .....	117

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1	Ligações tetraédricas do SiC (SiC <sub>4</sub> ou CSi <sub>4</sub> ) (LIMA, 2006).....	26
FIG. 2.2	Esquema de empilhamento das duplas camadas Si-C: (a) paralelas e (b) antiparalelas (adaptado de LIMA, 2006).....	26
FIG. 2.3	Formação de politipos em função da sequência de empilhamento: (a) 3C, (b) 2H, (c) 4H e (d) 6H (LIMA, 2006).....	27
FIG. 2.4	Representação esquemática do forno de Acheson, onde: A – Revestimento refratário, B – Mistura de SiO <sub>2</sub> e carbono, C – Resistência de grafite e D – Eletrodos (adaptado de ACHESON, 1893).....	28
FIG. 2.5	Esquema de processamento cerâmico a partir de seus precursores poliméricos (BELTRÃO, 2011).....	30
FIG. 2.6	Fibras e tecido de NICALON® (CARBON, 2017). ....	30
FIG. 2.7	Estágios do SHS: Combustão, propagação e resfriamento do produto (MERZHANOV, 2004).....	31
FIG. 2.8	Prensagem uniaxial: (a) tipos de matrizes e (b) gradiente de tensão induzido em função do atrito (ALBERO, 2000). ....	32
FIG. 2.9	Esquema da prensagem isostática (ALBERO, 2000).....	33
FIG. 2.10	Esquema de redução da energia superficial de partículas: (a) Densificação seguida por crescimento de grão; (b) Crescimento de partículas (“coarsening”) (LIMA, 2006).....	34
FIG. 2.11	Esquema da sinterização em estado sólido: (a) Corpo verde; (b) Estágio inicial; (c) Intermediário e (d) Final (LIMA, 2006). ....	35
FIG. 2.12	Representação esquemática da sinterização em presença de fase líquida (adaptado de GERMAN et al., 2009). ....	36

FIG. 2.13	Diagrama de fases do sistema $Al_2O_3 - Y_2O_3$ (PARTHASARATHY, 2004).....	38
FIG. 2.14	Diagrama de fases do sistema $Al_2O_3 - Y_2O_3$ mostrando a porção rica em $Y_2O_3$ (YASUDA, 2001).....	38
FIG. 2.15	MEV do SiC sinterizado a 1950 °C por 5 min com 150 MPa (LARA, 2012).....	39
FIG. 2.16	Esquema de atuação de uma blindagem multicamada: (a) antes, (b) durante (c) após o impacto com o projétil (DA SILVA, 2014).....	42
FIG. 3.1	Micrografia eletrônica de transmissão do SiC informada pelo fabricante (SSNANO, 2017). .....	43
FIG. 3.2	Fotografia dos procedimentos de mistura (a), pós aglomerados após secagem em estufa (b) e quebra de agregados com gral e pistilo (c) .....	48
FIG. 3.3	Prensa de bancada Shimadzu e matriz de compactação uniaxial.....	49
FIG. 3.4	Prensagem isostática: (a) Unidade de prensagem Paul Weber; (b) Vista da câmara hidrostática e (c) amostras logo depois de prensadas. ....	50
FIG. 3.5	Prensagem dos corpos verdes hexagonais: (a) Prensa hidráulica EKA; (b) Matriz de compactação hexagonal com embolo móvel; (c) Corpo verde hexagonal conformado. ....	51
FIG. 3.6	Forno tubular do IAE/AMR. ....	52
FIG. 3.7	Prensagem a quente: (a) visão geral do equipamento e (b) o posicionamento das amostras no cadinho.....	53
FIG. 3.8	Diâmetro (d) medido nos corpos verdes e sinterizados.....	54
FIG. 3.9	Procedimento para caracterização das propriedades elásticas. ....	56
FIG. 3.10	Representação esquemática dos modelos destacando as áreas: (a) excluídas e (b) incluídas. ....	56

FIG. 3.11	Operação de corte realizada na Struers Minitom. ....	58
FIG. 3.12	Amostras embutidas: (a) Resina acrílica e (b) Baquelite. ....	58
FIG. 3.13	Operação de desbaste realizada na Arotec VV. ....	59
FIG. 3.14	Ilustração em três dimensões dos sistemas de trincas: (a) mediano e (b) Palmqvist (adaptado de SANTOS, 2017). ....	60
FIG. 3.15	Ilustração da propagação de trincas radiais a partir da indentação Vickers (SANTOS, 2017). ....	61
FIG. 3.16	Micrografia da indentação Vickers em compósito alumina-zircônia (a) antes e (b) após o polimento com pasta de diamante (MORAES, 2004). ....	61
FIG. 3.17	Esquema de montagem do painel de 8 camadas para o ensaio balístico (adaptado de CHAGAS, 2014). ....	63
FIG. 3.18	Esquema de realização do ensaio balístico (adaptado de MILANEZI, 2016). ....	64
FIG. 3.19	(a) Painel balístico fixado junto ao bloco de plastilina e (b) Provet 7,62 mm com mira a laser. ....	65
FIG. 3.20	Projétil 7,62 x 51 mm. ....	65
FIG. 3.21	Fixação de painel para o ensaio de velocidade residual. ....	65
FIG. 3.22	Radar doppler Weibel. ....	66
FIG. 4.1	Micrografia do pó de SiC como recebido em uma porção aglomerada. ....	68
FIG. 4.2	Micrografia de partículas isoladas do SiC como recebido. ....	68
FIG. 4.3	Micrografia da alumina como recebida. ....	69
FIG. 4.4	Micrografia da ítria como recebida. ....	69
FIG. 4.5	Difratograma do SiC refinado pelo método de Rietveld. ....	71
FIG. 4.6	Curva de compactação para o pó de SiC sem aditivos (SP). ....	72

FIG. 4.7	Curva de compactação para mistura de SiC com 5% de aditivos (S5). .....	73
FIG. 4.8	Corpos verdes hexagonais com 5% de aditivos produzidos por prensagem uniaxial. ....	74
FIG. 4.9	Percentual de densificação em função da temperatura de sinterização das amostras obtidas por prensagem a quente. ....	75
FIG. 4.10	Porosidade total em função da temperatura de sinterização das amostras obtidas por prensagem a quente. ....	76
FIG. 4.11	Percentual de densificação e porosidade total das amostras cilíndricas sinterizadas sem pressão a 1950°C.....	77
FIG. 4.12	Percentual de densificação e porosidade total das placas hexagonais sinterizadas sem pressão a 1950°C.....	77
FIG. 4.13	Amostras com 1% de aditivos prensada a quente: (a) 1800°C e (b) 1850°C.....	82
FIG. 4.14	Amostras com 5% de aditivos prensada a quente: (a) 1800°C e (b) 1850°C.....	82
FIG. 4.15	Micrografia de amostra cilíndrica com 1% de aditivos sinterizada sem pressão (S1I).....	83
FIG. 4.16	Micrografia de S1I ressaltando partícula aglomerada. ....	84
FIG. 4.17	Morfologia dos grãos da 1° placa hexagonal com 1% de aditivos (S1H).....	85
FIG. 4.18	Morfologia dos grãos da 1° placa hexagonal com 5% de aditivos (S5H).....	85
FIG. 4.19	Morfologia dos grão das placas 2S5H.....	86
FIG. 4.20	Amostras cilíndricas sinterizadas a 1950 °C após fraturarem (a) e uma superfície de fratura (b). ....	88
FIG. 4.21	Placa hexagonal com 1% de aditivos que trincou após sinterização a 1950°C.....	89
FIG. 4.22	Superfície de fratura das placas S1H, S5H e 2S5H.....	89

FIG. 4.23	Representação de indentação válida segundo ASTM C1327-15 (S5PQA). .....	92
FIG. 4.24	Gráfico da dureza Vickers (GPa) em função da carga (N) para S5PQA. .......	92
FIG. 4.25	Micrografia da indentação (a) antes e (b) após o polimento com pasta de diamante. .......	95
FIG. 4.26	Trauma deixado na plastilina mediante perfuração do projétil. No detalhe, evidências de desvio de trajetória. .......	96
FIG. 4.27	Painel balístico do grupo III aberto após o ensaio. Pedacos do projétil estão indicados. .......	96
FIG. 4.28	Gráfico de absorção de energia em função do número de camadas. .......	97
FIG. 4.29	Fragmentos encontrados em painel com 16 camadas .....	98
FIG. 4.30	Massa retida de projétil em função do número de camadas de aramida. .......	98
FIG. 4.31	Superfície de fratura do grupo III evidenciando trinca secundária. .......	100

## LISTA DE TABELAS

TAB. 2.1	Propriedades selecionadas do SiC e de outros materiais cerâmicos (COUTINHO, 2005).....	25
TAB. 3.1	Massa de pó utilizada na picnometria de He.....	45
TAB. 3.2	Identificação das amostras em função das condições de processamento.....	46
TAB. 3.3	Quantidade percentual de cada componente das misturas S1, S5 e 2S5 e sua densidade teórica.....	47
TAB. 4.1	Valores de $\rho_a$ ( $\text{g/cm}^3$ ) e %pd para os pós como recebidos.....	70
TAB. 4.2	Percentual dos politipos presentes no pó de SiC como recebido.....	71
TAB. 4.3	Densidade (%) obtida na prensagem isostática de S5 e S1.....	73
TAB. 4.4	Resultados de massa específica aparente, percentual de densificação e porosidade total para cada condição.....	78
TAB. 4.5	Retração volumétrica e perda de massa de 2S5H em comparação com a literatura.....	79
TAB. 4.6	Fases formadas em 2S5H e sua quantidade relativa calculada por Rietveld.....	80
TAB. 4.7	Fases formadas em S5PQA e sua quantidade relativa calculada por Rietveld. ....	80
TAB. 4.8	Fases formadas em S5PQB e sua quantidade relativa calculada por Rietveld.....	81
TAB. 4.9	Valores de propriedades elásticas desta pesquisa comparados com a literatura. ..	90
TAB. 4.10	Valores de dureza para S5PQA, SPQ5B e 2S5H.....	93
TAB. 4.11	Tenacidade à fratura de S5PQA e S5PQB em comparação com a literatura.....	94
TAB. 4.12	Média dos valores da velocidade de impacto ( $V_S$ ), velocidade residual ( $V_R$ ), energia absorvida ( $E_L$ ).....	97

TAB. 4.13 Valores de massa retida do projétil para cada grupo analisado..... 99

## LISTA DE ABREVIATURAS

EDS	-	Espectroscopia por Dispersão de Energia
S1H	-	Placa hexagonal com 1% de aditivos do 1º lote de produção
S5H	-	Placa hexagonal com 5% de aditivos do 1º lote de produção
2S5H	-	Placa hexagonal com 5% de aditivos do 2º lote de produção
HIP	-	Prensagem isostática a quente
HIPSiC	-	Carbeto de silício sinterizado por prensagem isostática a quente
HP	-	Prensagem a quente
S1PQA	-	Amostra prensada a quente a 1800° C com 1% de aditivos
S5PQA	-	Amostra prensada a quente a 1800° C com 5% de aditivos
S1PQB	-	Amostra prensada a quente a 1850° C com 1% de aditivos
S5PQB	-	Amostra prensada a quente a 1850° C com 5% de aditivos
S1	-	Mistura de carbeto de silício com 1% de alumina e ítria
S5	-	Mistura de carbeto de silício com 5% de alumina e ítria
SP	-	Pó de carbeto de silício como recebido

## LISTA DE SÍMBOLOS

Å	-	angström
°C	-	grau Celsius
µm	-	micrômetro
g	-	grama
g/cm <sup>3</sup>	-	grama por centímetro cúbico
GPa	-	gigapascal
h	-	hora
kN	-	quilonewton
Mea	-	massa específica aparente
MPa	-	megapascal
m	-	metro
m <sub>água</sub>	-	massa específica da água
m <sub>i</sub>	-	massa imersa
m <sub>s</sub>	-	massa seca
m <sub>u</sub>	-	massa úmida
min	-	minuto
mm	-	milímetro
nm	-	nanômetro
Pa	-	Pascal
psi	-	libra-força por polegada quadrada ( <i>pounds per square inch</i> )
PVA	-	álcool polivinílico
s	-	segundo
β-SiC	-	carbeto de silício cúbico
α-SiC	-	carbeto de silício hexagonal e romboédrico
SP	-	pó de carbeto de silício puro como recebido
t	-	tonelada
W	-	Watt

## LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing Materials
CAEx	Centro de Avaliações do Exército
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
DRX	Difração de raios-X
IME	Instituto Militar de Engenharia
IAE/AMR	Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia
IPqM	Instituto de Pesquisas da Marinha
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
UERJ	Universidade do Estado do Rio de Janeiro

## RESUMO

Esta pesquisa analisou o processamento e o desempenho balístico do pó de SiC nanométrico sinterizado com adições de 1 e 5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. O comportamento de prensagem dos pós primeiramente foi avaliado por uma curva de compactação. Corpos verdes cilíndricos e hexagonais foram conformados por prensagem uniaxial e isostática, utilizando álcool polivinílico como ligante. A sinterização sem pressão ocorreu a 1950 °C, e a prensagem a quente a 1800 e 1850 °C, ambas pelo tempo de 30 min em atmosfera inerte de Ar.

Os pós, como recebidos, de SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram examinados por microscopia eletrônica de varredura, picnometria de He e difração de raios-X. As amostras sinterizadas foram caracterizadas por: difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura; medidas de densidade, porosidade, retração volumétrica, perda de massa e das propriedades elásticas; ensaios de dureza, tenacidade à fratura e balísticos.

Fases diferentes se formaram em função da rota de sinterização. Foi possível obter densificação acima de 90% em alguns grupos com 5% de aditivos. O módulo de elasticidade foi da ordem de 380 GPa, a dureza na faixa de 21 a 30 GPa, e a tenacidade à fratura situou-se entre 3,10 e 6,12 MPa.m<sup>1/2</sup>. No ensaio balístico de velocidade residual, a blindagem de SiC + Kevlar®, absorveu até 80% da energia cinética do projétil 7,62 x 51 mm.

Pelos resultados e discussões apresentadas, averiguou-se ser possível produzir placas balísticas de SiC a partir de pós nanométricos.

## ABSTRACT

This research analyzed the processing and ballistic performance of sintered nanometric SiC powder with additions of 1 and 5% of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The pressing behavior of the powders was first evaluated by a compaction curve. Green cylindrical and hexagonal bodies were formed by uniaxial and isostatic pressing using polyvinyl alcohol as a binder. Non-pressure sintering occurred at 1950 °C, and hot pressing at 1800 and 1850 °C, both for 30 minutes in an inert atmosphere of Ar.

The SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders were examined by scanning electron microscopy, He pycnometry and X-ray diffraction. The sintered samples were characterized by: X-ray diffraction and scanning electron microscopy of the fracture surface; measurements of density, porosity, volumetric shrinkage, mass loss and elastic properties; hardness, fracture toughness and ballistics tests.

Different phases were formed as a function of the sintering path. It was possible to obtain densification above 90% in some groups with 5% of additives. The modulus of elasticity was of the order of 380 GPa, the hardness in the range of 21 to 30 GPa, and the fracture toughness was between 3.10 and 6.12 MPa.m<sup>1/2</sup>. In the residual velocity ballistic test, the SiC + Kevlar® armor absorbed up to 80% of the kinetic energy of the projectile 7.62 x 51 mm.

From the results and discussions presented, it was verified that it is possible to produce SiC ballistic plates from nanometric powders.

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 POSICIONAMENTO

Atualmente, há uma incessante busca de sistemas de blindagem balística que proporcionem maior resistência ao impacto balístico, associada à baixa densidade e ao menor custo possível. Neste cenário desenvolveram-se sistemas híbridos, compostos por cerâmica, metal e polímero, com o intuito de aumentar a eficiência da blindagem como um todo, pela sinergia das propriedades de cada material. A função do material cerâmico é fragmentar e desgastar a ponta do projétil, de forma que a energia cinética residual consiga ser absorvida pelas outras camadas da blindagem. A cerâmica balística deve ser capaz de suportar grandes esforços de compressão dinâmica, pela penetração do projétil, evitar a penetração de estilhaços e grande deformação. O carbetto de silício (SiC) destaca-se entre os cerâmicos em aplicações onde o fator peso é preponderante, como em aeronaves, carros de combate e em proteções pessoais. O carbetto de silício possui melhores propriedades mecânicas (dureza, módulo de elasticidade e tenacidade) e menor densidade que a alumina, porém, estas mesmas propriedades são inferiores ao carbetto de boro, possuindo maior densidade e um menor custo de produção (DA SILVA, 2014).

## 1.2 JUSTIFICATIVA

A indústria brasileira carece de um setor dedicado à produção e à pesquisa de materiais e sistemas de proteção balística para veículos e para proteção pessoal. A nova família de blindados sobre rodas do Exército Brasileiro necessita de proteção contra munição perfurante de armas de leve e médio calibre (CGEE, 2010). Haja vista o alto custo para a importação de kits de blindagem, estudos mostram a viabilidade na industrialização nacional do SiC em placas balísticas (CGEE, 2010), uma vez que o Brasil é o quinto maior produtor de carbetto de silício do mundo (USGS, 2016).

### 1.3 OBJETIVOS

O objetivo central desta pesquisa é desenvolver a produção de placas balísticas de carbetto de silício, sinterizado em presença de fase líquida a partir da adição de alumina e ítria e pó de SiC nanométrico. Além disso, deseja-se caracterizar o comportamento balístico do carbetto de silício em um sistema de blindagem multicamadas, pela primeira vez neste Instituto, mensurando sua capacidade de absorver energia e observando o modo de fratura da cerâmica.

Faz-se necessário que primeiramente o SiC seja avaliado pelo método de prensagem a quente em amostra cilíndricas, para determinar a quantidade mínima de aditivos necessária para se obter uma ótima densificação do corpo sinterizado. A qualificação dos materiais produzidos será em função de sua microestrutura, propriedades físicas, mecânicas e balísticas.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

O carbetto de silício foi primeiramente obtido de forma acidental, na tentativa de sintetizar diamante, em 1891, por Edward Goodrich Acheson ao fundir silicato de alumínio (corundum) e carbono. Em 1893, foi publicada a patente do carborundum e do processo de redução carbotérmica que é empregado industrialmente até hoje. O primeiro uso do SiC foi como abrasivo (ACHESON, 1893, BRITANNICA, 2016).

Também em 1893, Henry Moissan descobriu uma ocorrência muito rara do SiC na natureza ao examinar amostras de um meteorito. Este mineral foi chamado de moissanite (MOISSAN, 1904).

### 2.1 PROPRIEDADES E APLICAÇÕES

Suas propriedades, tais como a resistência à oxidação, ao desgaste, ao choque térmico e a capacidade de manter sua resistência mecânica em altas temperaturas, o tornaram uma excelente cerâmica estrutural (IZHEVSKYI, 2000). Suas propriedades comparadas a outras cerâmicas avançadas estão na TAB. 2.1.

Por ser um material cerâmico, possui elevada dureza, resistência à compressão e baixa densidade, podendo ser usado em blindagem balística mista para receber o contato inicial com o projétil, desgastando sua ponta e absorvendo parte da energia cinética do sistema (YADAV, 2003, DA SILVA, 2014). Na indústria nuclear o carbetto de silício é empregado em revestimentos de combustíveis, com a função de atuar na retenção de gases gerados pela fissão nuclear (TANG, 2002).

O SiC também exibe um comportamento semicondutor, possuindo maior altura da banda proibida que o Si cristalino (1,1 eV), entre 2,0 e 7,0 eV, o que o torna apto para aplicações como transistores na microeletrônica. Pela sua alta condutividade térmica, quando comparado a outros cerâmicos, é capaz de operar em circuitos com temperaturas de até 500 °C, capacitando-o para o emprego aeroespacial e no monitoramento de motores a combustão (CASADY, 1996).

TAB. 2.1 Propriedades selecionadas do SiC e de outros materiais cerâmicos (COUTINHO, 2005).

<b>Propriedades</b>	<b>SiC</b>	<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	<b>ZrO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	3,21	3,18	5,50 - 6,10	3,98
<b>Temperatura de fusão (°C)</b>	2700	1877	2715	2073
<b>Dureza Vickers (GPa)</b>	20 - 30	8,0 - 19,0	10,0 - 15,0	18 - 23
<b>Tenacidade à fratura (MPa.√m)</b>	2,0 - 7,5	2,0 - 8,0	5,0 - 18,0	2,7 - 4,2
<b>Módulo de Young (GPa)</b>	414	300 - 330	140 - 200	380

## 2.2 ESTRUTURA CRISTALINA DO SiC

A unidade estrutural do carbeto de silício é um tetraedro SiC<sub>4</sub> ou CSi<sub>4</sub> (FIG. 2.1) onde predominam ligações covalentes entre átomos de silício e carbono (IZHEVSKYI, 2000, LIMA, 2006). A distância interatômica entre o C e o Si é de 1,89 Å e entre átomos de C é de 3,08 Å. A força e a direcionalidade intrínsecas deste tipo de ligação são responsáveis pela sua elevada dureza e alta temperatura de fusão (YAO et al., 2003). Uma característica interessante deste arranjo cristalino é o politipismo, isto é, o polimorfismo unidimensional que permite variações estruturais sem alteração em sua estequiometria. Mais de 200 politipos de SiC são conhecidos, divididos basicamente em cúbicos (C), hexagonal (H) e romboédrico (R) (IZHEVSKYI, 2000, LIMA, 2006).

A diferença entre seus politipos está na sequência de empilhamento de suas duplas camadas de Si-C, que podem se posicionar de forma paralela ou antiparalela em relação à anterior, representado pelo esquema da FIG. 2.2 (LIMA, 2006). Como pode ser observado na FIG. 2.1, o átomo de C ocupa uma posição acima do centro do plano basal do tetraedro formado por 3 átomos de Si configurando a primeira dupla camada. O quarto átomo de Si, que possui a mesma projeção do átomo de C, faz parte da segunda dupla camada. Os três átomos de Si da terceira dupla camada podem ocupar uma posição que não corresponde à projeção dos átomos de C da primeira dupla camada, como na FIG. 2.2a, ou uma posição coincidente com a projeção do plano basal da primeira dupla camada (FIG. 2.2b) (LIMA, 2006).

A estrutura cúbica do carbeto de silício ( $\beta$ -SiC ou 3C-SiC) forma-se devido ao empilhamento subsequente de duplas camadas paralelas. Sua estrutura cristalográfica é a blenda de zinco, com repetição de três duplas camadas imprescindíveis a sua periodicidade. As estruturas hexagonais e romboédricas derivam-se da cúbica a partir da rotação das duplas camadas paralelas e antiparalelas, denominados genericamente como  $\alpha$ -SiC. Por exemplo, polítipo 2H é formado por uma camada *a* e outra *b*, o 4H pela sucessão de duas *a* e duas *b*, e 6H por três camadas de *a* e *b*. A FIG. 2.3 relaciona a sequência de empilhamento ao polítipo formado (LIMA, 2006).

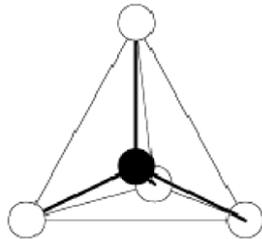


FIG. 2.1 Ligações tetraédricas do SiC ( $\text{SiC}_4$  ou  $\text{CSi}_4$ ) (LIMA, 2006).

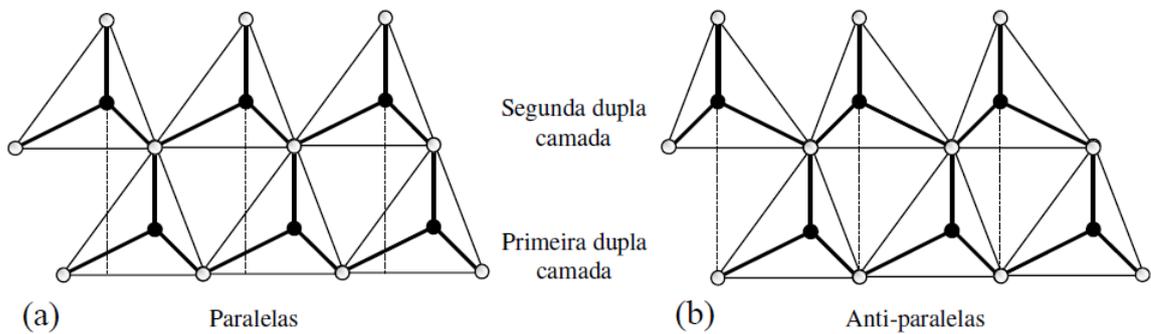


FIG. 2.2 Esquema de empilhamento das duplas camadas Si-C: (a) paralelas e (b) antiparalelas (adaptado de LIMA, 2006).

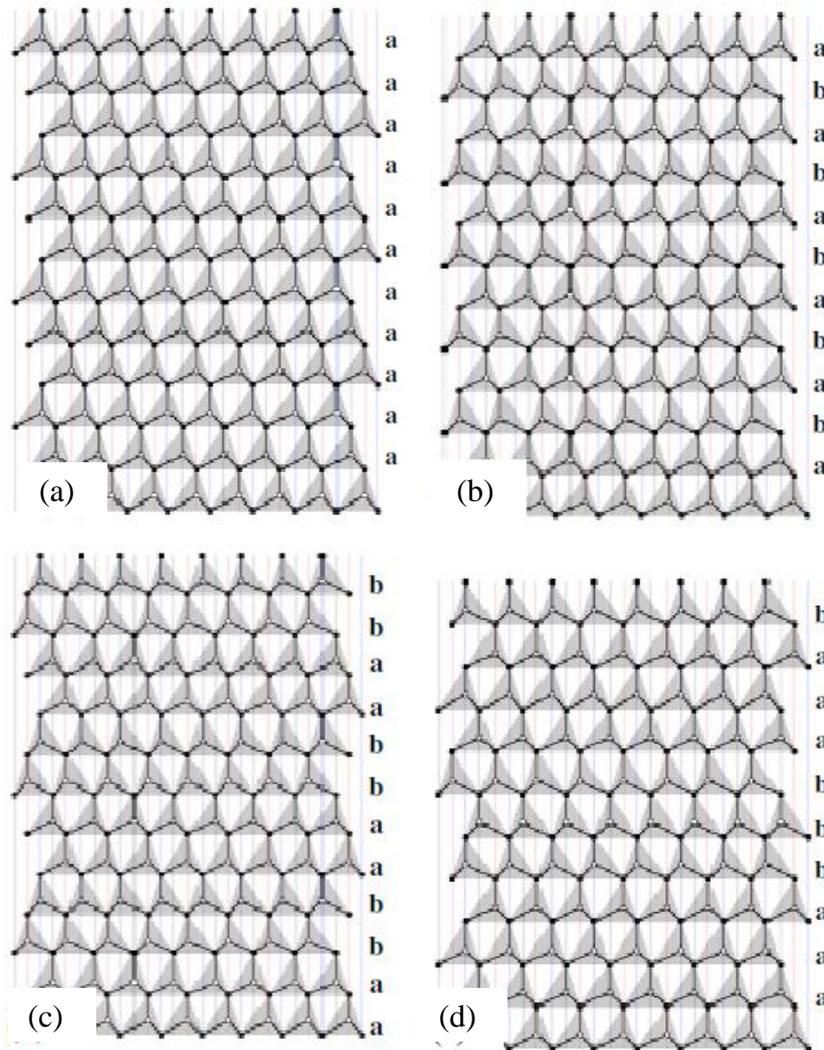


FIG. 2.3 Formação de politipos em função da sequência de empilhamento: (a) 3C, (b) 2H, (c) 4H e (d) 6H (LIMA, 2006).

### 2.3 FORMAS DE OBTENÇÃO DO SiC

Para a produção do pó de SiC diversas rotas são possíveis, em que se pode obter variadas formas, tamanhos e níveis de pureza. Dentre elas, a redução carbotérmica é o processo mais antigo e o mais largamente empregado para produzir o SiC em pó destinado às aplicações gerais. Também é possível obtê-lo por conversão polimérica e deposição por fase gasosa (LIMA, 2006).

### 2.3.1 REDUÇÃO CARBOTÉRMICA

O processo de obtenção do SiC desenvolvido por Acheson consiste em misturar areia de sílica e carbono, e submetê-los a um grande aporte térmico. Na FIG. 2.4 encontra-se a representação do forno, que basicamente consiste de eletrodos de carbono que conduzem uma corrente elétrica através da mistura de uma fonte de sílica e carbono (ACHESON, 1893). A reação geral deste processo é dada pela EQ. 2.1 (GUPTA et al., 2001). A temperatura da reação é dada em função da distância radial da mistura em relação ao eletrodo, ou seja, quanto mais próximo aos eletrodos, maior o aporte térmico. Para temperaturas acima de 2400 °C ocorre a formação  $\alpha$ -SiC, e no intervalo entre 1400 e 1850 °C forma-se o  $\beta$ -SiC (KRSTIC, 1992).

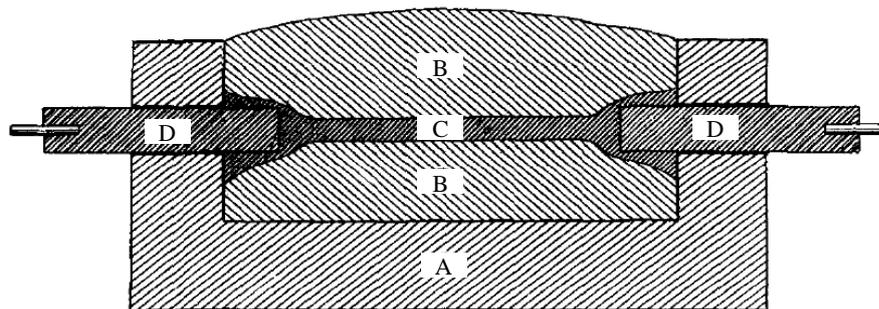


FIG. 2.4 Representação esquemática do forno de Acheson, onde: A – Revestimento refratário, B – Mistura de  $SiO_2$  e carbono, C – Resistência de grafite e D – Eletrodos (adaptado de ACHESON, 1893).

Outras rotas para a redução carbotérmica do carbeto de silício para aplicações específicas foram desenvolvidas recentemente como alternativa ao método de Acheson. Tais esforços, em geral, visam não somente reduzir custos e energia do processo, como também melhorar propriedades específicas para cada aplicação do SiC.

Furquan (2016), em vez de areia de sílica de alta pureza, utilizou areia de praia devidamente lixiviada com hidróxido de sódio e ácido fluorídrico, e lavada em água deionizada. A mistura foi aquecida por micro-ondas junto com carbono em pó, produzindo nano folhas de grafite e partículas nanométricas de carbeto de silício.

No trabalho de Rogowsky (2015) a redução carbotérmica de SiO<sub>2</sub> na presença de tungstênio produziu o composto nanoestruturado WC-W<sub>2</sub>C-β-SiC com área específica de 25 m<sup>2</sup>/g, que é suficiente para aplicações como catalizador.

O carvão de bambu mostrou-se uma promissora fonte de carbono renovável para a síntese de carbetos na pesquisa de Guo (2013), quando pó de SiC micrométrico foi obtido a partir de uma solução coloidal de sílica e partículas de bambu de 0,5 a 2 μm. Sua produção é simples se comparada à fonte mineral de carbono, pois o bambu é abundante, tem rápido crescimento e possui alta temperatura de carbonização (cerca de 700 °C).

Como importante característica, o carvão de bambu possui propriedades superiores a outras fontes de carbono: elevada área específica (maior que 700 m<sup>2</sup>/g); alto percentual de C (maior que 95%); grafitação única; estrutura microcristalina em camadas e boas propriedades elétricas (resistividade de 3,85 Ω.cm a 1000 °C) (GUO, 2013).

### 2.3.2 CONVERSÃO POLIMÉRICA

Em 1975, um trabalho pioneiro produziu fibras de carbetos de silício a partir de precursores poliméricos organometálicos, como o poliborosilano e o policarbosilano. O esquema da FIG. 2.5 relaciona os principais polímeros pré-cerâmicos utilizados nesta técnica, com suas respectivas estruturas moleculares, ao material formado após as etapas de cura e pirólise. Estas fibras foram patenteadas e hoje também são encontradas na forma de tecido e comercializadas com o nome NICALON®, como mostra a FIG. 2.6 (RADOVANOVIC, 2000).

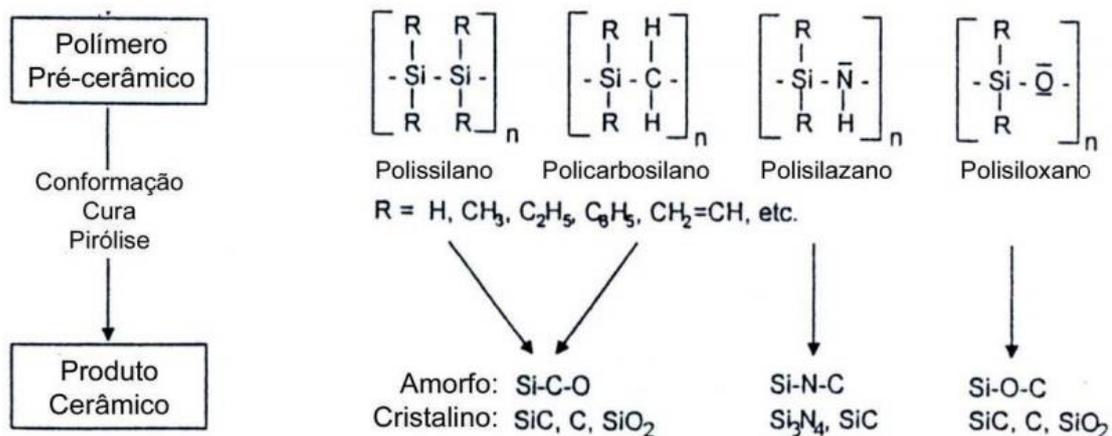


FIG. 2.5 Esquema de processamento cerâmico a partir de seus precursores poliméricos (BELTRÃO, 2011).



FIG. 2.6 Fibras e tecido de NICALON® (CARBON, 2017).

### 2.3.3 SHS

A síntese por combustão autossustentada a alta temperatura (“*Self-Propagating High-Temperature Synthesis*” – SHS) constitui um método pelo qual é possível produzir pós cerâmicos, ligas duras e materiais fundidos. É um método de combustão homogênea, na qual ocorre a propagação de onda por uma mistura de pós sólidos, por exemplo. Os reagentes transformam-se no produto final, no momento em que esta reação exotérmica torna-se autossustentada. As etapas do SHS são compostas de três estágios, claramente ilustrados na FIG. 2.7: combustão, propagação e resfriamento do produto formado (MERZHANOV, 2004).

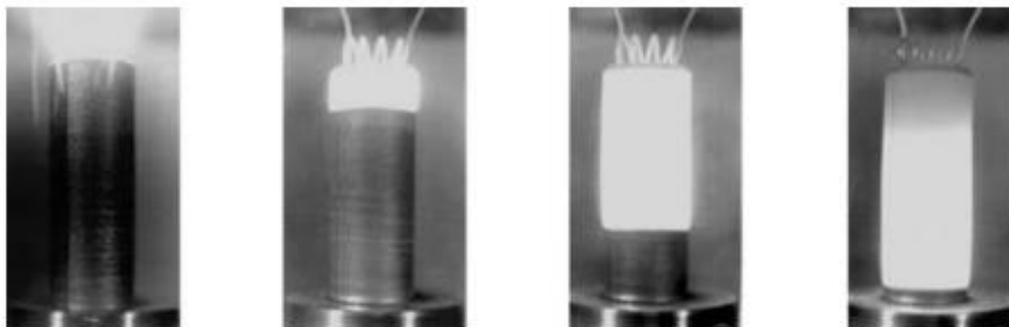


FIG. 2.7 Estágios do SHS: Combustão, propagação e resfriamento do produto (MERZHANOV, 2004).

Produzir carbetos de silício por SHS é uma alternativa viável uma vez que é capaz de produzir pós de elevada pureza com tamanho de partícula pequeno em curta duração, a partir de dispositivos de construção simples. Em trabalho anterior deste Instituto foi possível produzir SiC com uma temperatura de ignição aproximada de 1450 °C em um intervalo de tempo de 2 a 3 minutos (LIMA, 1997).

Os mecanismos envolvidos durante a reação de combustão estudados por Narayan (1994) dividem-se em três estágios:

1. Dissolução do pó de carbono no silício fundido;
2. Difusão do carbono no silício líquido;
3. Precipitação do SiC no silício fundido.

#### 2.3.4 SÍNTESE POR FASE GASOSA

Através da síntese por fase gasosa é possível produzir partículas nanométricas na forma de pó ou filme depositado sobre uma superfície. Condições de instabilidade termodinâmica na fase vapor são criadas a fim de favorecer o surgimento da fase sólida, o que inclui a situação de vapor supersaturado. Um modo de classificar os métodos existentes é em relação à fase do precursor (sólido, líquido ou vapor) e a fonte de energia usada para alcançar o estado de supersaturação (SWIHART, 2003).

O carbetos de silício pode ser produzido por precursores na fase vapor, como é o caso do metano, tetraclorosilano e o metiltriclorosilano, utilizando uma fonte laser ou plasma (LIMA, 2006). O tetrametilsilano é um comum precursor de fase líquida utilizado na síntese de  $\beta$ -SiC

pela técnica conhecida como CVD – “*Chemical Vapor Deposition*” (ou deposição química por vapor). Em estudos recentes, a partir de modelagens termodinâmicas, foi possível obter uma única fase  $\alpha$ -SiC em temperaturas próximas a 1900 °C (JEONG, 2014).

## 2.4 ROTAS DE PROCESSAMENTO

### 2.4.1 PRENSAGEM UNIAXIAL A FRIO

A operação de prensagem uniaxial consiste na aplicação de esforços no sentido longitudinal a partir de matriz e punção rígidos, sendo utilizada para conformação de geometrias em que não haja relevo superficial em seu sentido axial. Se a peça for simples e de pequena espessura (< 5 mm) é possível usar um molde de ação simples. Por outro lado, se possuir formas complexas ou maior espessura recomenda-se a matriz de dupla ação para maior uniformidade. Ambos os meios de prensagem são ilustrados na FIG. 2.8a (ALBERO, 2000). Entretanto, esta rota de compactação introduz defeitos decorrentes do atrito gerado entre as partículas, e entre estas e a superfície da matriz, por impedir a distribuição da tensão de compressão, que induz a um gradiente de densidade no corpo verde (REED, 1995, ALBERO, 2000), visto na FIG. 2.8b.

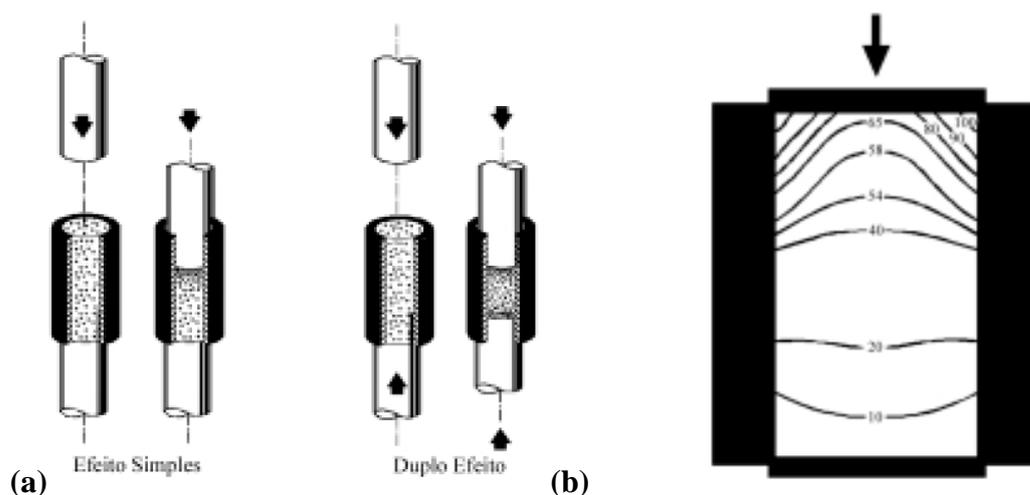


FIG. 2.8 Prensagem uniaxial: (a) tipos de matrizes e (b) gradiente de tensão induzido em função do atrito (ALBERO, 2000).

## 2.4.2 PRENSAGEM ISOSTÁTICA A FRIO

Diferentemente da etapa anterior, a prensagem isostática ocorre em um molde flexível onde um fluido pressurizado aplica a pressão de compactação uniformemente por todas as direções, conforme o esquema da FIG. 2.9 (ALBERO, 2000). Na prensagem do pó de SiC comercial com  $d_{50}$  de 0,5  $\mu\text{m}$ , esta etapa foi capaz de corrigir os defeitos estruturais introduzidos na prensagem uniaxial (BEREZOWSKY, 2002, IZHEVSKYI, 2004).

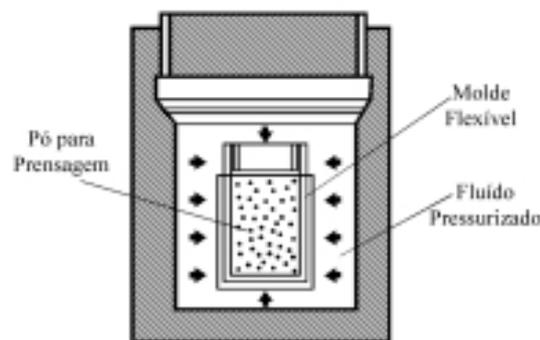


FIG. 2.9 Esquema da prensagem isostática (ALBERO, 2000).

## 2.4.3 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é um processo termicamente ativado de natureza física, em que um conjunto de partículas inicialmente em contato mútuo adquire resistência mecânica pela aproximação de seus centros geométricos. Neste processo, um corpo verde cerâmico transforma-se em um sólido mediante aquecimento a uma temperatura específica, geralmente em torno de 80% da temperatura de fusão (SILVA et al., 1998). É comum que o corpo sinterizado sofra retração e densificação. Porém, há casos em que se deseja que o produto final seja altamente poroso, como em catalisadores, filtro para gases aquecidos e metal fundido, queimadores de gás e peças estruturais leves para aplicações em altas temperaturas (EOM, 2007).

A força motriz para a sinterização está na diminuição da energia livre do sistema, alcançada pelo decréscimo da área de superfície total. Esta redução de área superficial pode ocorrer de dois modos, concorrentes entre si: pelo aumento do tamanho médio das partículas

(“*coarsening*”), ilustrado em FIG. 2.10b; ou pela eliminação das interfaces sólido / vapor e criação de contornos de grão, seguido de densificação e crescimento de grão (FIG. 2.10a). Se o processo de densificação prevalecer, haverá a aniquilação dos poros e retração do corpo (BARSOUM, 2003).

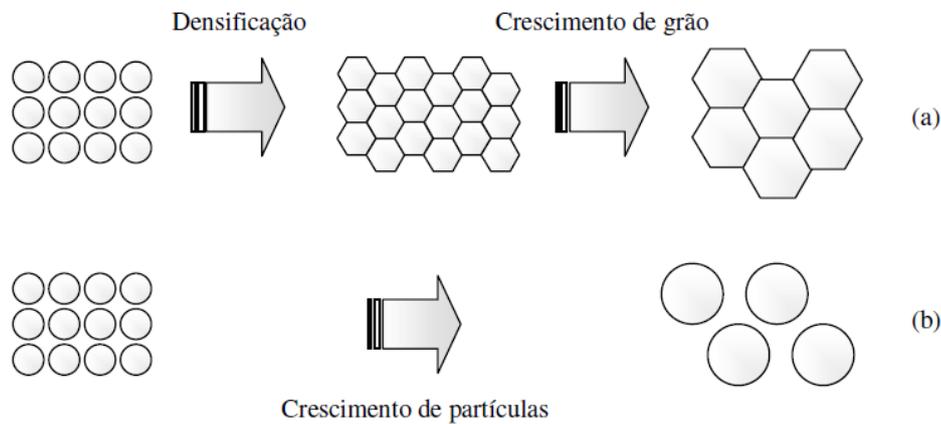


FIG. 2.10 Esquema de redução da energia superficial de partículas: (a) Densificação seguida por crescimento de grão; (b) Crescimento de partículas (“*coarsening*”) (LIMA, 2006).

#### 2.4.3.1 SINTERIZAÇÃO POR FASE SÓLIDA

A teoria da sinterização por fase sólida reside em duas premissas básicas. Uma delas é que a força motriz do processo é a diminuição da energia superficial livre dada pela diminuição da superfície. A outra afirma que para isto acontecer, é necessário o deslocamento de matéria em direção ao espaço vazio, preenchendo a porosidade (DA SILVA, 1998).

Este processo divide-se em três estágios:

- Na fase inicial, um pequeno aumento da densidade relativa (em relação ao corpo verde) é alcançado pelo maior contato entre as partículas dado pelo crescimento do pescoço (FIG. 2.11a);
- No estágio intermediário ocorre a maior diminuição da porosidade, pois os poros mudam de forma e os pescoços aumentam (FIG. 2.11b);
- Na parte final, tem-se a eliminação de poros isolados pelo crescimento de grão (FIG. 2.9c), onde se observa que o crescimento anormal dos grãos causa o aprisionamento dos poros em seu interior (LIMA, 2006).

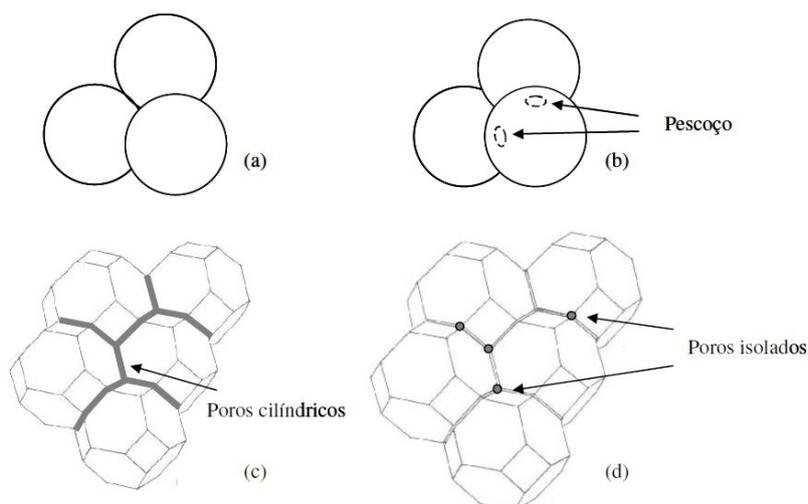


FIG. 2.11 Esquema da sinterização em estado sólido: (a) Corpo verde; (b) Estágio inicial; (c) Intermediário e (d) Final (LIMA, 2006).

#### 2.4.3.2 SINTERIZAÇÃO EM PRESENÇA DE FASE LÍQUIDA

A sinterização em presença de fase líquida (LPS – “*Liquid Phase Sintering*”) é um processo de consolidação de alto desempenho, em que mediante a ativação térmica, grãos sólidos coexistirão com uma fase líquida. Este líquido pode ser proveniente de um dos pós, ou da reação entre componentes do sistema. Normalmente os grãos sólidos são solúveis no líquido, que pela ação da capilaridade propicia a atração entre as partículas (GERMAN et al., 2009).

A FIG. 2.12 ilustra a representação esquemática das etapas de sinterização das partículas (cor cinza escuro) com um aditivo (cor preta). Na primeira etapa, os grãos sólidos sofrem sinterização de estado sólido durante o aquecimento, seguido de uma movimentação dos poros. Diferentes percursos de evolução microestrutural são possíveis dependendo da solubilidade do sólido no líquido. O líquido recém-formado penetra entre os grãos sólidos, rompe as ligações da reação em estado sólido e induz o rearranjo dos grãos. Além disso, devido à solubilidade sólida no líquido, a fase líquida melhora a velocidade de transporte responsável pelo crescimento do grão e densificação final (GERMAN et al., 2009).

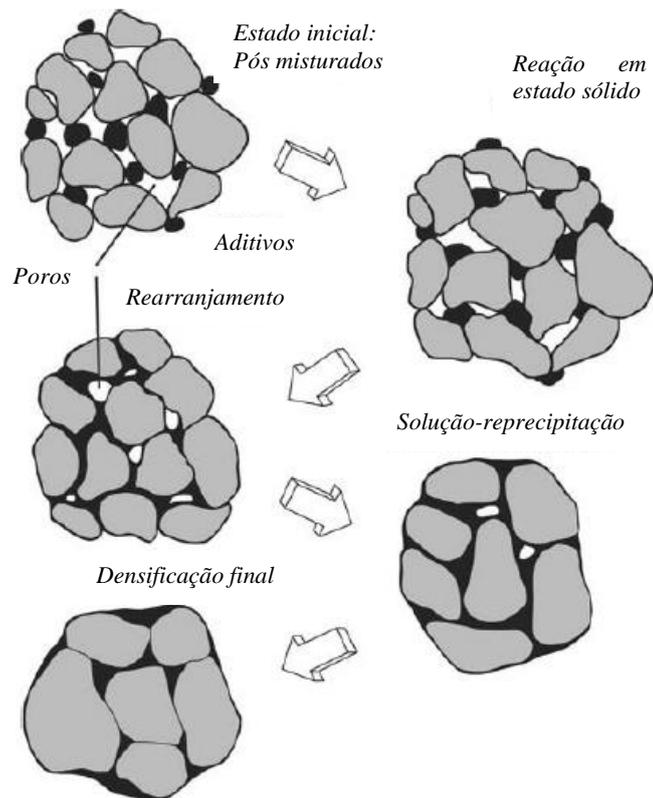


FIG. 2.12 Representação esquemática da sinterização em presença de fase líquida (adaptado de GERMAN et al., 2009).

#### 2.4.3.3 PRENSAGEM A QUENTE

Esta técnica alia os principais fatores termodinâmicos para a ocorrência da sinterização: temperatura e pressão. O transporte de massa é favorecido pela temperatura e pela aplicação conjunta de pressão, intensificado pela deformação plástica e pelo deslocamento de partículas. Recomenda-se este método para cerâmicas covalentes e para garantir o completo fechamento de porosidades. (SILVA et al., 1998, DE BRITO, et al., 2008)

A aplicação de tensão pode ser uniaxial (HP – “*Hot Pressing*”) ou isostática (HIP – “*Hot Isostatic Pressing*”). O processo HP é constituído por uma prensa acoplada a um forno, onde todo o conjunto é exposto à temperatura e protegido por gás inerte, resultando em baixa produtividade e pouca flexibilidade do equipamento. No método HIP, o elemento de aquecimento é acondicionado dentro de um vaso de pressão e a pressão de compactação é estabelecida pela pressurização do gás inerte, causando uma prensagem equalizada (SILVA et

al., 1998). Uma desvantagem do HIP é a dificuldade de se obter geometrias complexas, necessitando de posterior usinagem para tal (SRINIVASAN, 1989).

#### 2.4.3.4 SINTERIZAÇÃO DO SiC

A sinterização sem pressão de sólidos covalentes, como o SiC, é facilitada mediante uso de aditivos. Estes aditivos favorecem a presença de fase líquida, sendo capazes de sinterizá-lo em até 1780 °C (SANTOS, 2003), enquanto que em estado sólido ocorrem em torno de 2100 °C, melhorando também suas propriedades mecânicas (LIMA, 2006, SANTOS, 2003).

Para este fim, o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e o  $\text{Y}_2\text{O}_3$  se mostraram eficazes como aditivos de sinterização do SiC. Em trabalho pioneiro, o  $\beta$ -SiC foi aditivado com 10 % em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  em diferentes composições e sinterizado a 2100 °C por 30 min, em atmosfera de  $\text{N}_2$  e cadinho de grafite. Com a mistura de 50% de cada aditivo obteve-se a máxima densificação de 96,8% (OMORI, 1982). A faixa mais usual de aditivação está na faixa de 5 a 15% em peso (LIMA, 2006). Contudo, o emprego de aditivos óxidos favorece a perda de massa e diminuição da densidade, devido a formação de fases gasosas resultante de sua reação com o carbetto de silício (IZHEVSKYI, 2004).

O diagrama de fases  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  forma três pontos eutéticos: 1826, 1909 e 1977 °C, indicados na FIG. 2.13 (PARTHASARATHY, 2004). Este sistema é formado comumente pelos compostos  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  (YAG - "*Yttrium Aluminium Garnet*"),  $\text{YAlO}_3$  (YAP - "*Yttrium Aluminium Perovskite*") e  $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$  (YAM - "*Yttrium Aluminum Monoclinic*"). A FIG. 2.14 mostra a parte do diagrama rica em  $\text{Y}_2\text{O}_3$  em que o ponto eutético de menor temperatura ocorre a 18,5% em mols ou 36,35% em peso de ítria (CABRAL et al., 2012). Entretanto, a adição em diferentes proporções de alumina e ítria, ou outros óxidos de terras raras, podem resultar na formação de diferentes fases (aluminatos, silicatos, granadas, etc.) (LARA, 2012).

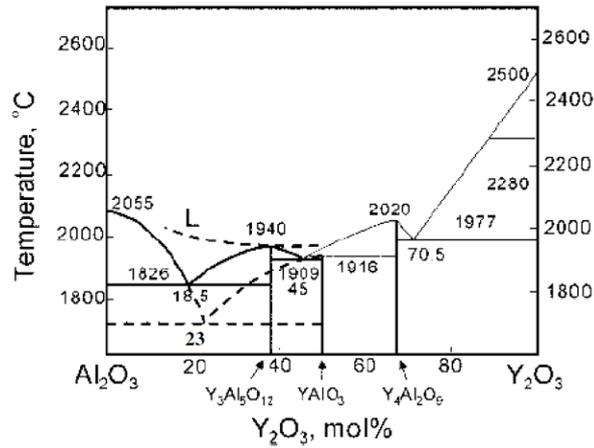


FIG. 2.13 Diagrama de fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (PARTHASARATHY, 2004).

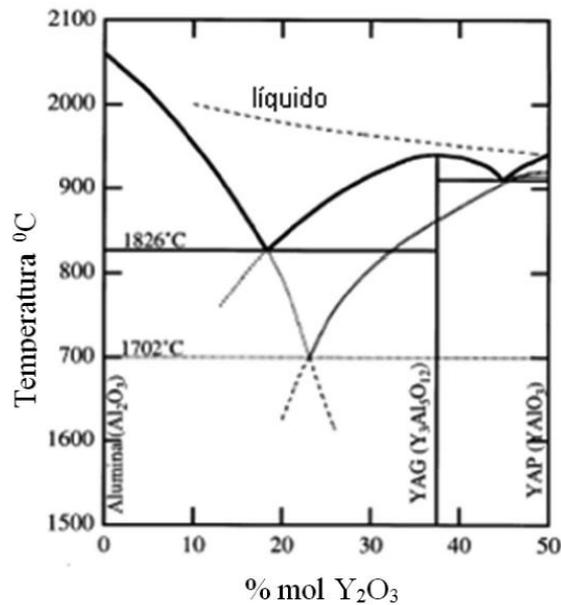


FIG. 2.14 Diagrama de fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -  $\text{Y}_2\text{O}_3$  mostrando a porção rica em  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (YASUDA, 2001).

#### 2.4.4 PROCESSAMENTO DO SiC NANOMÉTRICO

Materiais com grãos nanométricos (abaixo de 100 nm) possuem elevada dureza e resistência mecânica (LARA, 2012). Há uma melhora significativa da resistência à flexão e da tenacidade do SiC com grãos nanométricos, quando o mesmo é processado sem adição de boro (LORRETE, 2013).

Ao estudar o comportamento do pó de SiC como reforço em matriz de alumínio, verificou-se que o pó com 50 nm produz maior taxa de densificação em baixas pressões (até 50 MPa), e menor densificação em altas pressões (acima de 200 MPa), quando comparado aos de 1 e 40  $\mu\text{m}$ , (HAFIZPOUR, 2010).

Em relação à sinterização, a aplicação de altas pressões durante o processo favorece a formação de grãos nanoestruturados. Ao se aplicar pressões a partir de 150 MPa é possível obter materiais com tamanho de grão na faixa de 90 a 100 nm. Isto é possível porque a pressão desfaz os aglomerados presentes nos pós precursores nanocristalinos. Para se obter materiais nanoestruturados também é importante utilizar tempos relativamente curtos de sinterização a temperaturas que não sejam excessivamente altas, a fim de minimizar o crescimento de grão. Pressões abaixo de 150 MPa levam à formação de estruturas micrométricas e submicrométricas, independentemente do tempo e da temperatura de sinterização, pois a formação de grãos será a partir de aglomerados (LARA, 2012).

Diferentemente de materiais microestruturados, que possuem homogeneidade microestrutural, materiais nanoestruturados são heterogêneos, pois grãos submicrométricos se formam pela eliminação incompleta de aglomerados do pó precursor. Pela microestrutura da FIG. 2.15 observa-se ainda a presença de poucos grãos micrométricos em meio ao material nanométrico (LARA, 2012).

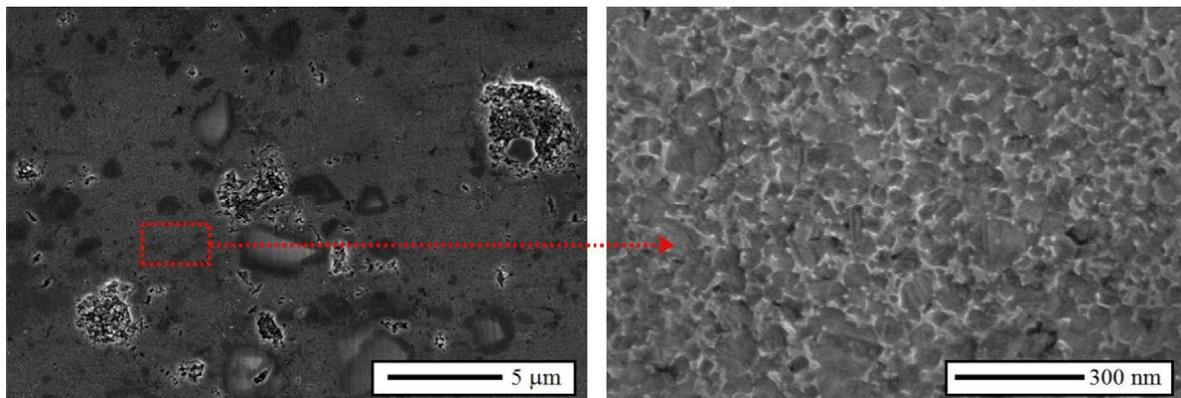


FIG. 2.15 MEV do SiC sinterizado a 1950 °C por 5 min com 150 MPa (LARA, 2012).

## 2.5 COMPORTAMENTO DINÂMICO DOS MATERIAIS

### 2.5.1 ONDAS DE CHOQUE

No estudo do comportamento dos materiais, a natureza do carregamento aplicado produzirá reações muito distintas. Na aplicação de um esforço quase estático, há tempo suficiente para que o carregamento aplicado sofra reação por todo o material. Com a elevação da velocidade de aplicação, a reação do material será pontual, ou seja, haverá regiões que não perceberão a passagem das ondas de tensão e de deformação. Estas ondas de tensão são denominadas como: Longitudinais ( $C_0$ ); Cisalhantes ( $C_S$ ); Superficiais ( $C_R$ ); Interfaciais; de flexão em barras ou placas (MEYERS, 1994, SANTOS, 2017).

O impacto balístico, por ser um carregamento dinâmico, envolve a propagação de ondas. A resposta do material a esse fenômeno depende de mecanismos com elevadas taxas de deformação envolvidas. Dado o estado de tensão, a resposta à solicitação será por ondas elásticas, plásticas e de choque (TRINDADE, 2012).

A onda elástica transmite apenas tensões dentro do limite de elasticidade do material. Pela EQ. 2.2, a velocidade da onda elástica no meio contínuo ( $C_0$ ) está em função do seu módulo de elasticidade ( $E$ ) e da sua densidade ( $\rho$ ). Quando a amplitude do pulso de tensão ultrapassa o regime elástico, haverá sua decomposição em uma onda elástica e outra plástica (MEYERS, 1994, CHAGAS, 2014).

$$C_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.2)$$

### 2.5.2 IMPEDÂNCIA ACÚSTICA

A impedância sônica ou acústica ( $Z$ ) é uma propriedade do material, expressa em função do produto da velocidade de propagação do som pela sua densidade (EQ. 2.3). Este parâmetro determina o modo como o som percorre diferentes meios. Na interface entre dois materiais

com impedâncias sônicas distintas ocorre a reflexão das ondas acústicas, denominando-se descasamento de impedâncias. Quanto maior a diferença de impedância entre os meios, maior a energia refletida na interface (MEYERS, 1994, BRENNAN, 2007, SANTOS, 2017).

$$Z = C_0\rho \quad (2.3)$$

## 2.6 SISTEMAS DE BLINDAGEM MULTICAMADA

A melhor forma de alcançar a máxima eficiência de um sistema de blindagem é pela sinergia das propriedades de materiais cerâmicos, metálicos e poliméricos. A cerâmica é colocada à frente do sistema, pois é capaz de resistir à elevada carga de compressão produzida pelo projétil, tendo a capacidade de quebrar sua ponta e fragmentá-lo, conseguindo absorver boa parte de energia cinética (DA SILVA, 2014, MEDVEDOVSKI, 2010). Materiais cerâmicos com elevada dureza (maior que 10 GPa), módulo de elasticidade acima de 300 GPa e boa resistência à flexão (na ordem de 350 MPa), são adequados para o emprego em blindagens balísticas. Contudo, possuem elevado custo (a partir de \$10/kg) e difícil processamento, como é o caso do SiC (CROUCH, 2015). As cerâmicas, em geral, possuem baixo limite de resistência à tração. Na face oposta ao impacto balístico ocorre um elevado esforço trativo capaz de fraturar a placa cerâmica por completo (LIU, 2013).

As camadas posteriores do sistema de blindagem têm a função de reter a nuvem de fragmentos gerada, normalmente utilizando polímeros especiais como KEVLAR®, TWARON®, SPECTRA® ou DYNEEMA®. Alguns metais dúcteis, como o alumínio, são colocados na última camada, aumentando não somente a eficiência, mas também o peso do sistema de proteção, tornando-se inconveniente em algumas aplicações (DA SILVA, 2014, MEDVEDOVSKI, 2010). O comportamento balístico deste conjunto é mostrado na FIG. 2.16. Entretanto, em aplicações onde o peso da blindagem é um fator crucial, há a possibilidade de empregar uma cerâmica mais nobre e de maior custo, como o carbetto de silício, com apenas uma segunda camada de polímero (LIU, 2013).

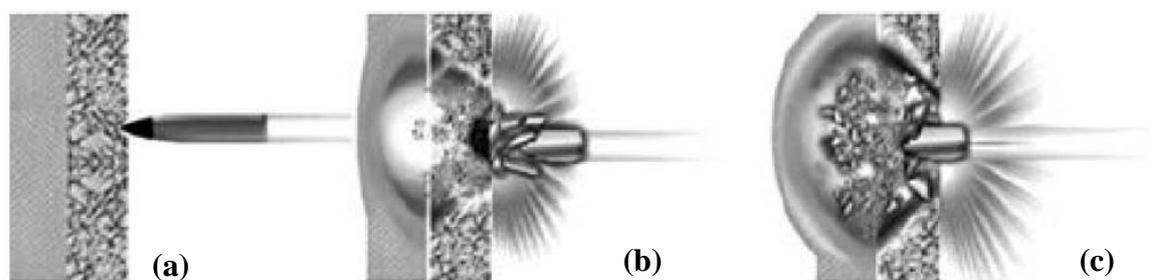


FIG. 2.16 Esquema de atuação de uma blindagem multicamada: (a) antes, (b) durante (c) após o impacto com o projétil (DA SILVA, 2014).

Estudos recentes revelaram que compósitos poliméricos reforçados com fibras naturais são capazes de desempenhar o papel de camada intermediária, conseguindo oferecer proteção balística para calibre 7,62 mm (nível III). O compósito de poliéster com 30% em volume de fibras de curauá é promissor substituto da aramida, por ter um desempenho balístico compatível a um menor custo (MONTEIRO, 2016). Semelhantemente, o poliéster reforçado na mesma proporção com fibra de bagaço de cana, apresenta resultados satisfatórios conforme critérios estabelecidos pelo “*National Institute of Justice*” (NIJ), custando até 180% menos que o polímero comercial (MONTEIRO, 2016, p. 173-185).

Em uma comparação direta com a aramida, a fibra de rami absorve até três vezes mais energia, proporcionando uma redução de 10 a 20% de profundidade de indentação na plastilina, com uma economia de 95% em relação ao Kevlar® (MONTEIRO, 2016, p. 263-269).

Além do ponto de vista do atrativo econômico, a utilização das fibras naturais em sistemas de blindagem possui o apelo da sustentabilidade, resolvendo o problema de descarte destes resíduos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Para a realização desta pesquisa, foram utilizados pós nanométricos de carbeto de silício, ítria e alumina micrométrica. Todas as características citadas nesta seção foram informadas pelos fabricantes.

O carbeto de silício,  $\beta$ -SiC, foi adquirido da Sky Spring Nanomaterials Inc., e possui densidade de  $3,21 \text{ g/cm}^3$ , distribuição de tamanho de partícula  $d_{50}$  de 40 nm e pureza acima de 99%, com traços de Si ( $< 0,15\%$ ), C ( $< 0,15$ ), Cl ( $< 0,1$ ) e O ( $< 0,6\%$ ). A micrografia da FIG. 3.1 mostra o tamanho e o formato dos grânulos.

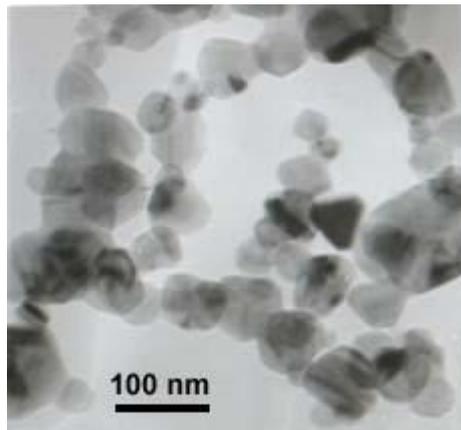


FIG. 3.1 Micrografia eletrônica de transmissão do SiC informada pelo fabricante (SSNANO, 2017).

A alumina empregada foi do tipo calcinada CT 3000 LS SG produzida e doada pela Almatris do Brasil Ltda., tendo densidade sinterizada a  $1600 \text{ }^\circ\text{C}$  de  $3,95 \text{ g/cm}^3$ , distribuição de tamanho de partícula com  $d_{90}$  de  $2,0 \text{ }\mu\text{m}$  e  $d_{50}$  de  $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ , área superficial específica (BET) de  $7,80 \text{ m}^2/\text{g}$  e pureza de 99,8%.

A ítria aplicada foi do tipo REO da Alfa Aesar com densidade de  $5,01 \text{ g/cm}^3$ , granulometria entre 50 a 70 nm e pureza de 99,995%.

## 3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

### 3.2.1 MORFOLOGIA

A morfologia dos pós de SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi avaliada pelo microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo, modelo Quanta FEG 250 da FEI Company, pertencente ao laboratório de microscopia eletrônica do IME. Utilizou-se 15 e 30 kV de tensão de aceleração, distância de trabalho variando de 2,0 a 4,0 mm, tempo de varredura de 30 μs e aumentos de 50.000 a 185.000 X. A análise química do pó de SiC foi feita com o detector de EDS da Bruker acoplado ao MEV.

Primeiramente, os pós foram diluídos em água deionizada com 0,01% em volume, de acordo com as informações de densidade fornecidas pelos fabricantes e misturados no agitador magnético com aquecimento Quimis 0261-12 por 1 h. A solução foi gotejada com pipeta em porta-amostras de latão do MEV e, em seguida, secada em estufa a 75 °C por 72 h.

Como os pós de alumina e ítria não são condutores foi necessário nestes um recobrimento de platina por 1 min no evaporador Leica EM ACE 600, para a visualização em aumentos de 100.000X sem ocorrer o fenômeno de carregamento.

### 3.2.2 DENSIDADE APARENTE

A medição da densidade aparente dos pós de SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como recebidos foram realizadas por picnometria de gás. Neste método, uma massa conhecida de pó é depositada em uma cubeta, aproximadamente 50% do volume total, e logo em seguida submetida a uma pressão de gás hélio. Utilizou-se o picnômetro de He AccuPyc 1330 do IPqM. A TAB. 3.1 relaciona a massa de cada pó que foi depositada na cubeta. Antes do ensaio, os pós ficaram cerca de 20 min na estufa ELKA para eliminar a umidade.

TAB. 3.1 Massa de pó utilizada na picnometria de He.

<b>Pó</b>	<b>Massa (g)</b>
SiC	1,00
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,18
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,66

### 3.2.3 FASES CRISTALINAS

A identificação das fases cristalinas presentes nos pós como recebido foi realizada por difração de raios-X (DRX). Para análise dos pós utilizou-se o difratômetro do IME, X'pert Pro da Panalytical, com radiação CuK $\alpha$ , tensão de aceleração de 45 kV e corrente de 40 mA. A varredura ocorreu com  $2\theta$  entre 10 e 100°, passo de 0,04° e tempo de coleta de 1,5 s. A análise quantitativa das fases encontradas foi realizada pelo método de Rietveld, utilizando o software TOPAS Academic v4.1 na UERJ.

### 3.3 PROCESSAMENTO

O pó de SiC foi misturado em duas proporções de aditivos de sinterização (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Estas misturas foram conformadas a verde por prensagem uniaxial e isostática, sinterizadas com e sem pressão em diferentes temperaturas. A TAB. 3.2 indica com detalhes a rota de processamento para cada amostra. Nas subseções que se seguem todo o processo produtivo é abordado detalhadamente.

TAB. 3.2 Identificação das amostras em função das condições de processamento.

<b>Amostra</b>	<b>Aditivação (%)</b>	<b>Conformação a verde</b>	<b>Sinterização</b>	<b>Temperatura (°C)</b>
<b>S1I</b>	1	Uniaxial+Isostática (C)	Sem pressão	1950
<b>S1H</b>	1	Uniaxial (H)	Sem pressão	1950
<b>S1PQA</b>	1	Uniaxial (C)	Com pressão	1800
<b>S1PQB</b>	1	Uniaxial (C)	Com pressão	1850
<b>S5I</b>	5	Uniaxial+Isostática (C)	Sem pressão	1950
<b>S5H</b>	5	Uniaxial (H)	Sem pressão	1950
<b>2S5H</b>	5	Uniaxial (H)	Sem pressão	1950
<b>S5PQA</b>	5	Uniaxial (C)	Com pressão	1800
<b>S5PQB</b>	5	Uniaxial (C)	Com pressão	1850

(C) - Matriz cilíndrica

(H) - Matriz hexagonal

### 3.3.1 PRODUÇÃO DAS MISTURAS

Inicialmente foram produzidas duas misturas de SiC com adições de 1 e 5% de alumina e ítria, denominadas S1 e S5, respectivamente. O total em massa preparado foi de 100 g, distribuídos conforme a proporção expressa na TAB. 3.3, escolhida em função do ponto eutético de menor temperatura do diagrama de equilíbrio  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  na FIG. 2.14. A densidade teórica de cada mistura foi calculada em função da regra das misturas (EQ. 3.1), e apresentada na TAB. 3.3.

Usualmente a mistura é feita por via úmida, utilizando água deionizada ou álcool isopropílico como solventes, realizada em moinho de bolas por períodos de 3 a 6 h (LIU, 2013, RIBEIRO, 2014). A partir de estudos da reologia do SiC, definiu-se a diluição de 20% em volume como a mais adequada para o pó micrométrico (LIMA, 2006). Neste trabalho, uma suspensão em álcool isopropílico com 5% em volume de S1 e S5 mostrou-se mais adequada, em função da elevada viscosidade da suspensão em 20% de diluição. A homogeneização da suspensão foi feita com o auxílio do agitador mecânico Fisatom dentro de um béquer, a fim de se evitar possíveis contaminações em um moinho, aplicando velocidade moderada pelo tempo de 4 horas. Após este período, a mistura secou na estufa ELKA, do

Laboratório de Cerâmicos do IME, a 80 °C, por 48 h, até a completa volatilização do álcool e eliminação de umidade. O resultado deste processo foi um aglomerado que, depois de ser macerado com gral e pistilo, passou pela peneira Granutest de 0,180 mm acoplada a um agitador Produstest, para se obter um pó com granulometria fina e uniforme.

Posteriormente, outra mistura com 5% de aditivos, denominada 2S5, foi feita com 500 g de pós. Preparou-se uma solução em água deionizada, como utilizado por LIU (2013), com 5% em volume de 2S5 e misturada por 18 h no agitador mecânico. Um tempo maior que o usual foi adotado para garantir total dispersão dos pós nanométricos. Os procedimentos de secagem e peneiramento foram os mesmos anteriores. A FIG. 3.2 ilustra as etapas de mistura, secagem e desaglomeração.

TAB. 3.3 Quantidade percentual de cada componente das misturas S1, S5 e 2S5 e sua densidade teórica.

Mistura	SiC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )
S1	99%	0,64%	0,36%	3,22
S5 e 2S5	95%	3,20%	1,80%	3,27

$$\rho = \frac{1}{\sum_i \frac{w_i}{\rho_i}} \quad (3.1)$$

### 3.3.2 PRODUÇÃO DOS CORPOS VERDES

#### 3.3.2.1 Prensagem uniaxial a frio

Para a produção de corpos verdes, em todas as condições de mistura, utilizou-se a prensa hidráulica de bancada Shimadzu, com capacidade de 120 kN e resolução de 2 kN, juntamente com uma matriz cilíndrica de simples aço com 15 mm de diâmetro interno, fabricada em aço ferramenta temperado, ambas mostradas na FIG. 3.3. Para impedir que o pó se agarrasse na

matriz, foi imprescindível minuciosa limpeza com acetona entre uma prensagem e outra, e aplicar vaselina líquida entre as paredes internas.



FIG. 3.2 Fotografia dos procedimentos de mistura (a), pós aglomerados após secagem em estufa (b) e quebra de agregados com gral e pistilo (c)

Foram levantadas curvas de compactação uniaxial para o pó de SiC como recebido, denominado SP, e para as misturas S1 e S5. A curva foi traçada a partir da pressão de compactação em função do percentual de densificação, que é a razão da densidade geométrica do corpo verde sobre a densidade teórica.

A compactação uniaxial de pós de SiC com adições de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  é normalmente realizada com 5 a 15 g, com pressão de compactação de 3 a 100 MPa (LIMA, 2006). O pó de SiC nanométrico como recebido foi prensado com o intuito de se construir uma curva de compactação no intervalo de cargas de 2 kN a 30 kN (11 a 170 MPa aproximadamente), que compreende a faixa estabelecida pela literatura, de 3 a 100 MPa. Cerca de 2 g de pó foi suficiente para preencher a matriz e produzir discos com altura satisfatória para medição. A mesma quantidade foi usada para compactar S1 e S5.

Para S5, que corresponde à mistura com maior quantidade de aditivos, a prensagem foi feita nas cargas de 6, 8, 10, 12, 16 e 20 kN, correspondendo a 33, 44, 55, 68, 91 e 113 MPa. Como o comportamento de S5, com maior quantidade de aditivos, aproximou-se de SP, tendo em vista a racionalização do procedimento, optou-se por utilizar apenas as cargas de 6, 8 e 10 kN para S1, que corresponde a faixa de prensagem mais usual (LIMA, 2006) .



FIG. 3.3 Prensa de bancada Shimadzu e matriz de compactação uniaxial.

### 3.3.2.2 Prensagem isostática a frio

A prensagem isostática foi realizada após a compactação uniaxial feita em matriz cilíndrica. Nesta etapa buscou-se aumentar a compactação sem a introdução de defeitos e minimizar o efeito do gradiente de tensão da prensagem anterior. Os discos foram encapsulados a vácuo em um molde flexível de látex antes de mergulhá-las no óleo. A faixa usual de pressão para esta operação é de 172 a 350 MPa (LIMA, 2006). A prensa Paul Weber, modelo KIP 100 E instalada na Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE/AMR) está ilustrada nas FIG. 3.4a e 3.4b. As amostras embaladas no molde após a prensagem são mostradas na FIG. 3.4c.

Berezowsky (2002) utilizou 40 MPa e 300 MPa na prensagem uniaxial e isostática, respectivamente, para sinterizar  $\beta$ -SiC aditivado com YAG. Já para as misturas S1 e S5

buscou-se aplicar pressões inferiores a fim de evitar defeitos, empregando 33 MPa durante a prensagem uniaxial e 250 MPa na isostática.



FIG. 3.4 Prensagem isostática: (a) Unidade de prensagem Paul Weber; (b) Vista da câmara hidrostática e (c) amostras logo depois de prensadas.

### 3.3.2.3 Conformação das placas hexagonais

Devido à geometria e espessura das placas, optou-se em adicionar 10% de uma solução contendo 4% de álcool polivinílico (PVA) da Vetec<sup>®</sup> como ligante, às misturas S1, S5 e 2S5 com o intuito de conferir resistência mecânica aos corpos verdes necessárias à desmoldagem e à medição dimensional (SANTOS, 2012). A solução foi preparada misturando-se água deionizada aquecida até a completa solubilização do PVA em pó. O líquido viscoso obtido foi adicionado aos pós e misturados com auxílio de uma espátula. Pequenos agregados se formaram em torno das gotas, que foram quebrados com gral e pistilo e novamente peneiraram-se os pós, como no item 3.3.1, até sua completa homogeneização. As misturas com a adição do ligante ficaram 48 h na estufa a 100 °C, logo após, foi medida a sua massa, e constatou-se que a incorporação de PVA foi efetivamente de 1,5%.

A matriz hexagonal possui 37 mm de lado e foi lubrificada com estearina antes da acomodação dos pós. Utilizando-se das misturas S1 e S5, depositou-se aproximadamente 35 g de pó para produzir cada placa, e com a mistura 2S5, utilizou-se 55 g de pó. Esta

prensagem também ocorreu de forma uniaxial, com carga de 20 t (55 MPa) pelo tempo de 1 min (ALVES, 2010), com o auxílio da prensa hidráulica Eka, com capacidade de 40 t. A FIG. 3.5 mostra a prensa e a matriz utilizadas e o corpo verde obtido.

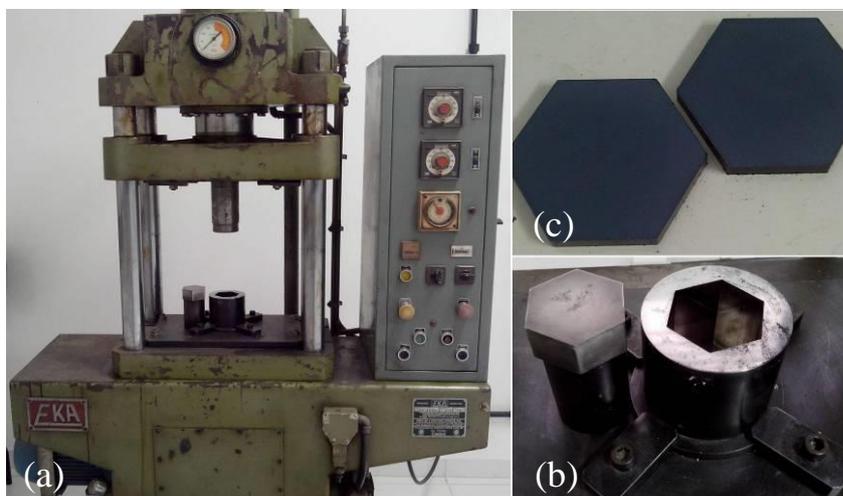


FIG. 3.5 Prensagem dos corpos verdes hexagonais: (a) Prensa hidráulica EKA; (b) Matriz de compactação hexagonal com embolo móvel; (c) Corpo verde hexagonal conformado.

### 3.3.3 DENSIDADE DOS CORPOS VERDES

A densidade geométrica dos corpos verdes foi calculada pela razão da massa sobre o volume, em  $\text{g/cm}^3$ , e também expressa como percentual da densidade calculada das misturas. O valor da densidade para cada mistura calculada em função da EQ. 3.2 foi mostrada na TAB. 3.3. As medidas geométricas e de massa foram aferidas, respectivamente, no paquímetro Mitutoyo com resolução de 0,02 mm e na balança Marte AD3300 com resolução de 0,01 g.

### 3.3.4 SINTERIZAÇÃO SEM PRESSÃO

Este processo foi adotado para os corpos verdes cilíndricos que passaram por prensagem isostática a partir das misturas S1e S5, denominados S1I e S5I, como também para as placas hexagonais feitas com S1, S5 e 2S5 (S1H, S5H e 2S5H). As amostras foram colocadas juntas em cadinho de grafite rosqueado e separadas entre si por uma tira de grafite flexível.

Foi utilizado o forno tubular do IAE/AMR (FIG. 3.16), projetado para temperaturas de até 2500 °C. A sinterização foi realizada à temperatura de 1950 °C, com patamar de 30 min, sob taxa de aquecimento de 10 °C/min até 1100 °C e 20 °C/min até o patamar, em atmosfera inerte de argônio e sem leito de pó (ALVES, 2010). A exceção foi em 2S5H, em que a taxa de aquecimento manteve-se constante em 12 °C/min, a fim de se obter uma taxa de aquecimento menor em temperaturas acima de 1000 °C. O resfriamento até a temperatura ambiente ocorreu dentro do próprio forno.



FIG. 3.6 Forno tubular do IAE/AMR.

### 3.3.5 PRENSAGEM UNIAXIAL A QUENTE

Para esta etapa foram selecionadas amostras S1 e S5 prensadas uniaxialmente a 33 MPa. A carga aplicada durante o processo foi de 620 N (20 MPa), com o intuito de manter um leve esforço compressivo. Realizou-se a sinterização também em atmosfera inerte de argônio a 68,9 Pa (10 psi) para temperaturas de patamar de 1800 e 1850 °C, pelo tempo de 30 min, sob taxa de aquecimento de 10 °C/min até 1100 °C e 20 °C/min até o patamar (DE CARVALHO, 1999). O resfriamento foi realizado dentro do forno, totalizando seis horas para cada ciclo. Estas amostras foram denominadas S1PQA, S1PQB, S5PQA e S5PQB. Os índices *A* e *B* referem-se às temperaturas de 1800 e 1850 °C, respectivamente.

A FIG. 3.7 mostra a prensa a quente da Thermal Technology Inc, instalada no IAE/AMR, utilizada neste trabalho. A disposição das amostras no cadinho de grafite foi uma sobre a outra, ou seja, duas pastilhas para cada ciclo de sinterização. Para facilitar a desmontagem e evitar reação com o molde, cada disco foi recoberto com pó de nitreto de boro (DE CARVALHO, 1999).

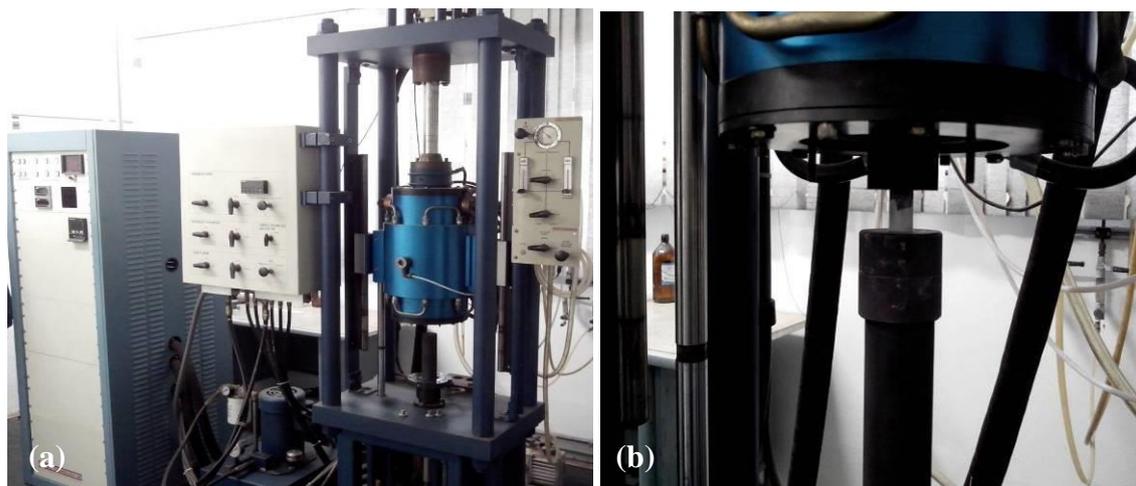


FIG. 3.7 Prensagem a quente: (a) visão geral do equipamento e (b) o posicionamento das amostras no cadinho.

### 3.4 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS

#### 3.4.1 DENSIDADE E POROSIDADE

A determinação da densidade foi possível com o amparo normativo da ASTM C20 e ABNT NBR 6220, que se baseiam no princípio de Arquimedes. Utilizou-se a balança analítica Gehaka BK 300, com resolução de 0,001 g, e acessórios próprios para medida de densidade.

Todas as amostras foram submersas em água num béquer, e fervidas por 2 h. Esperou-se esfriar até a temperatura ambiente, e então, procedeu-se a leitura da massa imersa ( $m_i$ ). Em seguida, para a medição da massa saturada ( $m_u$ ) foi feita a retirada do excesso de água na superfície através de um pano úmido. Logo após, as amostras foram depositadas na estufa onde permaneceram por 17 h a 75 °C, para sua completa secagem e medição da massa seca ( $m_s$ ).

O cálculo da massa específica aparente ( $Mea$ ), em  $\text{g/cm}^3$ , é expresso matematicamente pela EQ. 3.2, que significa a razão da massa seca pela soma do volume dos poros abertos e fechados, onde  $m_{\text{água}}$  representa a massa específica da água ( $1 \text{ g/cm}^3$ ). Em função do  $Mea$  e da densidade teórica ( $\rho_{\text{teórico}}$ ) determinada pela regra das misturas, calcula-se a porosidade total

das amostras ( $P_{total}$ ) com a EQ. 3.3. Bem como, a partir de  $P_{total}$  é possível obter o percentual de densificação ( $D_{\%}$ ) pela EQ. 3.4.

Como o percentual de aditivação utilizado neste trabalho é de 1 e 5%, sua influência na densidade do corpo sinterizado é pequena, sendo possível considerar a densidade teórica com base na TAB 3.3 para o cálculo da massa específica aparente (LIMA, 2006).

$$Mea = \frac{m_s}{m_u - m_i} \cdot m_{\acute{a}gua} \quad (3.2)$$

$$P_{total} = \frac{\rho_{teórico} - Mea}{\rho_{teórico}} \cdot 100 \quad (3.3)$$

$$D_{\%} = 100 - P_{total} \quad (3.4)$$

### 3.4.2 RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA

Para esta avaliação optou-se em empregar apenas o grupo 2S5H devido à boa densificação, ausência de trincas e de empenamento. Para o cálculo de retração volumétrica considerou-se tanto a espessura quanto o diâmetro ( $d$ ) de um círculo inscrito em um hexágono regular (FIG. 3.8), comparando o corpo verde com o sinterizado. A mesma comparação foi feita com as massas, com a mesma balança e paquímetro utilizados para a caracterização da densidade por Arquimedes, descritos no item 3.4.1.

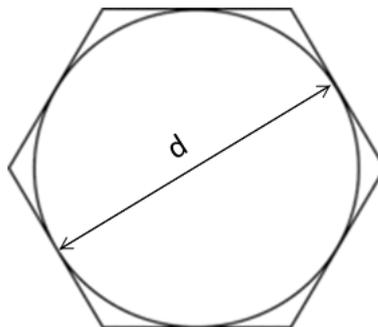


FIG. 3.8 Diâmetro ( $d$ ) medido nos corpos verdes e sinterizados.

### 3.4.3 FASES CRISTALINAS

Para análise dos corpos sinterizados S5PQA, S5PQB e 2S5H utilizou-se o difratômetro do CBPF, X'pert Pro da Panalytical, com radiação  $\text{CuK}\alpha$ , tensão de aceleração de 40 kV e corrente de 40 mA. A varredura ocorreu com  $2\theta$  entre 20 e 100°, passo de 0,05° e tempo de coleta de 150 s na superfície das amostras.

A análise quantitativa das fases encontradas foi realizada pelo método de Rietveld utilizando o software TOPAS Academic v4.1, como na análise dos pós.

### 3.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A avaliação microestrutural neste trabalho se deu pela observação da superfície de fratura no mesmo microscópio eletrônico de varredura utilizado na caracterização dos pós, descrito na seção 3.2.1. Para esta caracterização as peças cilíndricas e hexagonais foram fraturadas com um martelo. A partir de imagens geradas pelo detector de elétrons secundários, foi possível obter dados referentes à morfologia, tamanho dos grãos e das porosidades. Para a identificação de aditivos no corpo sinterizado utilizou-se a análise química qualitativa e semiquantitativa feita pelo detector de EDS, também acoplado ao MEV.

### 3.6 DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

#### 3.6.1 PROPRIEDADES ELÁSTICAS

As propriedades elásticas foram determinadas pela técnica de excitação por impulso utilizando o equipamento Sonelastic®. Esta técnica permite a caracterização não-destrutiva dos módulos de elasticidade, de amortecimento e coeficiente de Poisson, a partir da medição da velocidade de propagação do som no material. O procedimento consiste em excitar o corpo de prova com um leve impacto e captar a resposta acústica pelo som emitido com um microfone acoplado conectado ao software proprietário (FIG. 3.9). O programa limita-se a

corpos de prova com seção transversal circular ou retangular, a partir das medidas de seus lados, diâmetro externo e interno (se for o caso), espessura e da sua massa. As dimensões mínimas para corpos circulares são de 20 mm de diâmetro e 2 mm de espessura. Neste trabalho foram analisadas por esta técnica somente as placas hexagonais 2S5H, pois as amostras cilíndricas não cumprem com as dimensões mínimas exigidas.

O método desenvolvido nesta pesquisa para contornar a limitação em relação a forma geométrica hexagonal, foi considerar o diâmetro do círculo inscrito no hexágono, desconsiderando a massa da área excluída (FIG. 3.10a). Semelhantemente, uma nova medição foi feita carregando dados relativos ao diâmetro do círculo circunscrito, desta vez acrescentado virtualmente massa (FIG. 3.10b), para a validação dos resultados.

Considerando a limitação do software em aceitar perfis variados, senão circular e retangular, mesmo com tais aproximações, é de conhecimento que não se pode corrigir totalmente o efeito gerado pelas arestas das placas hexagonais na propagação do som.



FIG. 3.9 Procedimento para caracterização das propriedades elásticas.

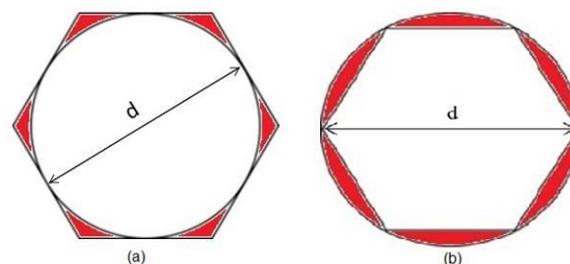


FIG. 3.10 Representação esquemática dos modelos destacando as áreas: (a) excluídas e (b) incluídas.

A partir do módulo de Young e do coeficiente de Poisson, outras propriedades podem ser calculadas como, por exemplo, o módulo de elasticidade transversal dado pela relação da EQ. 3.5 (ASMANI, 2001). A impedância sônica também pode ser deduzida a partir a velocidade do som no material, conforme a EQ. 3.3.

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (3.5)$$

### 3.6.2 PREPARAÇÃO CERAMOGRAFICA

Esta etapa é de fundamental importância para o ensaio de dureza e tenacidade à fratura. Durante os estágios iniciais da ceramografia do SiC aditivado com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  pode ocorrer o arrancamento de fases referente aos aditivos. O método de preparação superficial deve ser capaz de produzir uma superfície especular e gerar o mínimo de arrancamento possível. Pesquisas anteriores determinaram parâmetros para uma correta preparação ceramográfica do SiC sinterizado em presença de fase líquida (GONÇALVES, 2017). Neste trabalho realizou-se um aperfeiçoamento destas técnicas, visando à redução do tempo total de preparo mantendo a mesma qualidade.

Foram preparadas amostras dos grupos S1PQB, S5PQA, S5PQB e 2S5H, que foram cortadas, desbastadas e polidas em equipamentos do Laboratório de Metalografia do IME. O corte foi realizado na cortadora de precisão Struers Minitom com o disco de corte diamantado MOD13, também da Struers, próprio para cerâmicas de alta resistência (FIG. 3.11).

Para materiais duros como o SiC recomenda-se que o embutimento seja feito a quente uma vez que o baquelite possui a maior dureza entre as resinas, como também é capaz de fornecer duas superfícies perfeitamente paralelas, que é importante para microscopia óptica e para o ensaio de dureza Vickers. O embutimento das amostras 2S5H e S5PQB foi realizado em baquelite na embutidora Pantec do SENAI Niterói. As amostras S1PQB e S5PQA foram embutidas em resina acrílica a fim de comparar as duas técnicas. Nesta modalidade, pequenas irregularidades na base deixa o topo da amostra levemente inclinado e instável, como mostra a FIG. 3.12. Este problema é resolvido aplicando um leve lixamento na base até acertar o paralelismo.



FIG. 3.11 Operação de corte realizada na Struers Minitom.



FIG. 3.12 Amostras embutidas: (a) Resina acrílica e (b) Baquelite.

As operações de desbaste e polimento foram feitas na politriz de velocidade variável Arotec VV com mecanismo de polimento automatizado (FIG. 3.13). Uma vez que a operação manual proporcionou melhores resultados que a automática, esta última não foi utilizada. Para o desbaste utilizou-se o disco diamantado MD-Piano 120 da Struers, seguido de disco diamantado de 45  $\mu\text{m}$  da Buehler, lubrificando com água, em velocidades próximas a 250 rpm por vários minutos até ficar totalmente plana ou remover riscos anteriores. Para o polimento aplicou-se as seguintes etapas com consumíveis Arotec:

- P1 – Suspensão de diamante policristalino de 6  $\mu\text{m}$  (Struers) com pano duro de poliéster (branco);
- P2 – Pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$  com pano de veludo (azul);
- P3 – Pasta de diamante de 0,25  $\mu\text{m}$  com pano de veludo flocado (FLV, verde).

A lubrificação se deu por uma solução de 50% água-álcool intercalando com lubrificante vermelho Arotec para ajustar a viscosidade. Empregou-se velocidades de 500 rpm para P1 e

100 rpm para P3 por vários minutos acompanhando junto ao microscópio óptico até remover as marcas anteriores por completo.



FIG. 3.13 Operação de desbaste realizada na Arotec VV.

### 3.6.3 ENSAIO DE DUREZA VICKERS

Esta etapa do trabalho foi feita em conformidade com a ASTM C1327-15, que trata a respeito do ensaio de dureza Vickers para cerâmicas avançadas. Utilizou-se o durômetro Shimadzu HMV-G com penetrador Vickers no IME, acreditado pelo INMETRO segundo a ABNT NBR ISO 17025. Somente os grupos S5PQA, S5PQB e 2S5H foram avaliados, uma vez que as amostras obtiveram densificação suficiente para a produção de uma superfície especular após a ceramografia da seção anterior.

As amostras foram ensaiadas em um total de quatro indentações por 15 s. Em S5PQA e S5PQB foram utilizadas as cargas 2,942 N (HV0,3), 4,903 N (HV0,5) e 9,807 N (HV1) a fim de se avaliar o efeito da carga no valor de dureza medido. O grupo 2S5H produziu indentações válidas somente em 2,942 N de carga.

### 3.6.4 TENACIDADE À FRATURA

Para escolha do modelo matemático mais adequado para o cálculo da tenacidade à fratura leva-se em consideração o sistema de trincas radiais desenvolvido pela indentação Vickers. Cerâmicas de baixa tenacidade geralmente desenvolvem trincas do sistema mediano (*half-penny*), enquanto às de elevada tenacidade exibem o sistema Palmqvist, ambas mostradas na FIG. 3.14 (SANTOS, 2017).

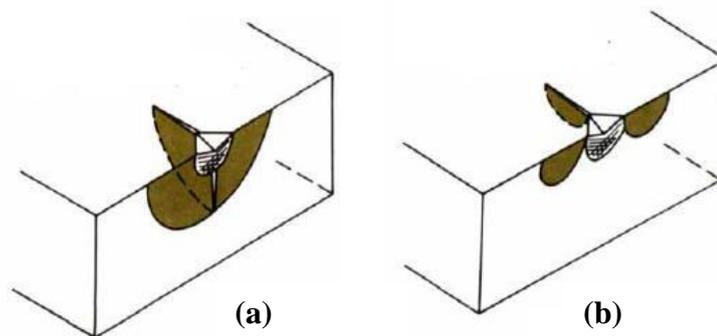


FIG. 3.14 Ilustração em três dimensões dos sistemas de trincas: (a) mediano e (b) Palmqvist (adaptado de SANTOS, 2017).

A tenacidade à fratura pode ser obtida pela EQ. 3.6 formulada por Niihara (1983), que analisa a propagação de trincas nucleadas pela indentação de dureza Vickers em materiais cerâmicos. A FIG. 3.15 mostra as dimensões da semidiagonal de indentação ( $a$ ), o comprimento da trinca ( $l$ ) e o comprimento ( $c$ ) do centro da indentação até a ponta da trinca.

Conforme a literatura, se a relação  $l/a$  estiver entre 0,25 e 2,50, as trincas radiais serão do tipo Palmqvist sendo aplicável a EQ. 3.6 (NIIHARA, 1983, MORAES, 2004, SANTOS, 2017). Outra forma de verificar o sistema de trincas é realizar um leve polimento na amostra após a indentação. Se a trinca permanecer conectada ao vértice da indentação o sistema é mediano, se a trinca se destacar é Palmqvist. Este método foi aplicado com sucesso na avaliação de compósitos à base de alumina e zircônia, mostrado na FIG. 3.16, em que após o polimento, as trincas separaram-se completamente da indentação (MORAES, 2004).

$$(K_{IC}/Ha^{1/2})(H/E\phi)^{2/5} = 0,035 (l/a)^{-1/2} \quad (3.6)$$

onde:

$K_{IC}$  é a tenacidade à fratura,

$\phi$  é uma constante de valor igual a 3,

$H$  é a dureza Vickers,

$a$  é a metade da diagonal formada pela indentação,

$E$  é o módulo de elasticidade,

$l$  é o comprimento da trinca radial.

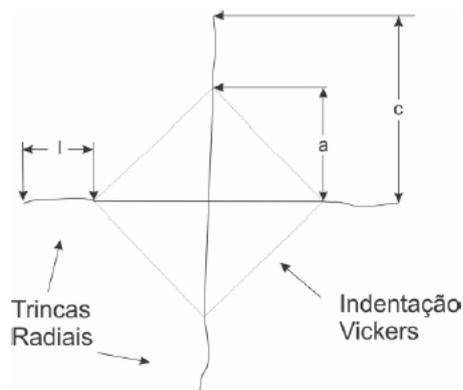


FIG. 3.15 Ilustração da propagação de trincas radiais a partir da indentação Vickers (SANTOS, 2017).

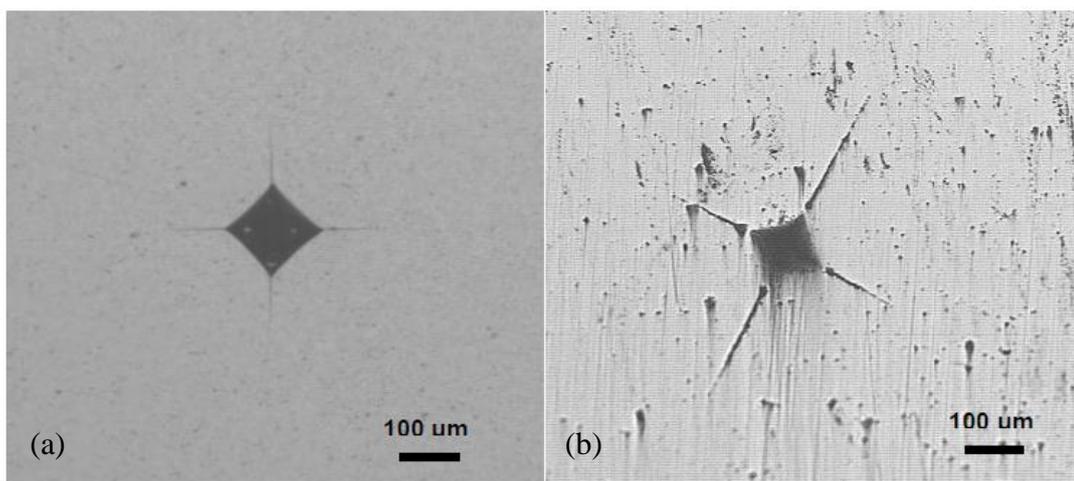


FIG. 3.16 Micrografia da indentação Vickers em compósito alumina-zircônia (a) antes e (b) após o polimento com pasta de diamante (MORAES, 2004).

Entretanto, foi observado que as cerâmicas podem exibir uma transição do modo de fratura de Palmqvist para mediano. Tendo em vista esta particularidade, Liang (1990) desenvolveu uma nova equação que expressa a tenacidade à fratura independentemente do perfil de trinca (mediano e Palmqvist) e do carregamento aplicado, que é mostrada nas EQ. 3.7 e 3.8.

Este trabalho utilizou os modelos de Niihara (1983) e Liang (1990), assim como Lima (2006) aplicou essas duas equações na caracterização do SiC sinterizado com  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$ . Para esta análise avaliou-se os grupos 2S5H, S5PQA e S5PQB com as mesmas cargas empregadas para o ensaio de dureza. O módulo de elasticidade utilizado para os cálculos da EQ. 3.6 e EQ. 3.7 foi o medido neste trabalho.

$$\left(\frac{K_{IC}\phi}{Ha^{1/2}}\right)(H/E\phi)^{0,4}\alpha = (c/a)^{(c/18a)-1,51} \quad (3.7)$$

$$\alpha = 14 \left[ 1 - 8 \left( \frac{4\nu - 0,5}{1 + \nu} \right) \right] \quad (3.8)$$

### 3.7 PREPARAÇÃO DA BLINDAGEM MULTICAMADA

As placas hexagonais de carbetto de silício (2S5H) foram montadas em placas de aramida, Kevlar S745 ( $460 \text{ g/m}^2$ ), fabricado pela DuPont®, com 8 (4,0 mm), 12 (6,1 mm) e 16 (8,0 mm) camadas de tecidos, formando os grupos I, II e III, respectivamente, com três amostras cada. Todos os grupos receberam duas camadas de aramida com 1,2 mm de espessura na frente da cerâmica, a fim de melhorar o desempenho balístico da mesma, de forma a conter a fragmentação do SiC (FIG. 3.17), como explicado no item 2.6. A montagem dos painéis foi com cola à base de poliuretano Sikaflex® (CHAGAS, 2014).

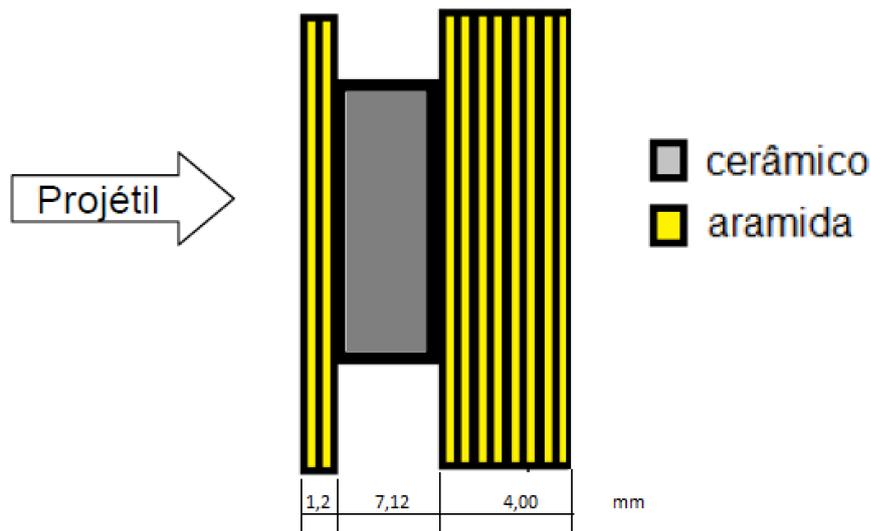


FIG. 3.17 Esquema de montagem do painel de 8 camadas para o ensaio balístico (adaptado de CHAGAS, 2014).

### 3.8 ENSAIOS BALÍSTICOS

O objetivo deste ensaio foi verificar o comportamento balístico dos painéis I, II e III como descrito na seção 3.7, a partir da profundidade de indentação na plastilina e pela velocidade residual. Todos os ensaios balísticos foram realizados na linha de tiro IV, destinada a armamentos de calibres até 0.50", no Centro de Avaliações do Exército (CAEx).

Inicialmente uma blindagem multicamadas foi elaborada com o intuito de reter o projétil e posterior medição da profundidade do trauma provocado. Para isto utilizou-se um bloco com 50 mm de espessura plastilina, que é um composto argiloso capaz de simular a consistência do tecido humano, da marca CORFIX®, com  $1,7 \text{ g/cm}^3$  de densidade. O esquema da FIG. 3.18 relaciona a disposição dos componentes do ensaio balístico. A barreira óptica foi posicionada a 2 m do provete, serve para medir a distância percorrida pelo projétil em seu intervalo, fornecendo a velocidade antes do impacto.

A FIG. 3.19a mostra o painel balístico já fixado por grampos que penetram a plastilina, e a FIG. 3.19b, o dispositivo de disparo com mira laser B290 *Ammunition Test Gun*, da HPI (*High Pressure Instrumentation*). O projétil utilizado foi o 7,62 x 51 mm, fabricado pela CBC, com 9,7 g de massa (FIG. 3.20). O alvo foi fixado em um ângulo de incidência de  $90^\circ$ , a uma distância de 15 m em relação à boca do cano do provete, segundo a norma NIJ-0101.06. Pela mesma norma, o critério de aprovação é dado pela profundidade de deformação na plastilina ser menor ou igual a 44 mm.

Contudo, após a ocorrência de perfuração em duas amostras do painel mais reforçado (grupo III), trocou-se o procedimento de ensaio para a medição da velocidade residual. Nesta modalidade, o painel passou a ser fixado junto a um tarugo de alumínio vazado (FIG. 3.21) para que o projétil impactado percorra livremente, e sua velocidade seja constantemente monitorada, antes e após o impacto, pelo radar doppler da Weibel Scientific (FIG. 3.22). O radar foi posicionado segundo o esquema da FIG. 3.18, não sendo necessário a utilização da barreira óptica nesta modalidade de ensaio. Com os dados obtidos é possível calcular a energia dissipada no impacto com a blindagem a partir da EQ. 3.9, em que a energia dissipada no impacto ( $E_I$ ) está em função da velocidade de choque ( $V_S$ ), da velocidade residual ( $V_R$ ) e da massa do projétil ( $m$ ) (MORYE, 2000).

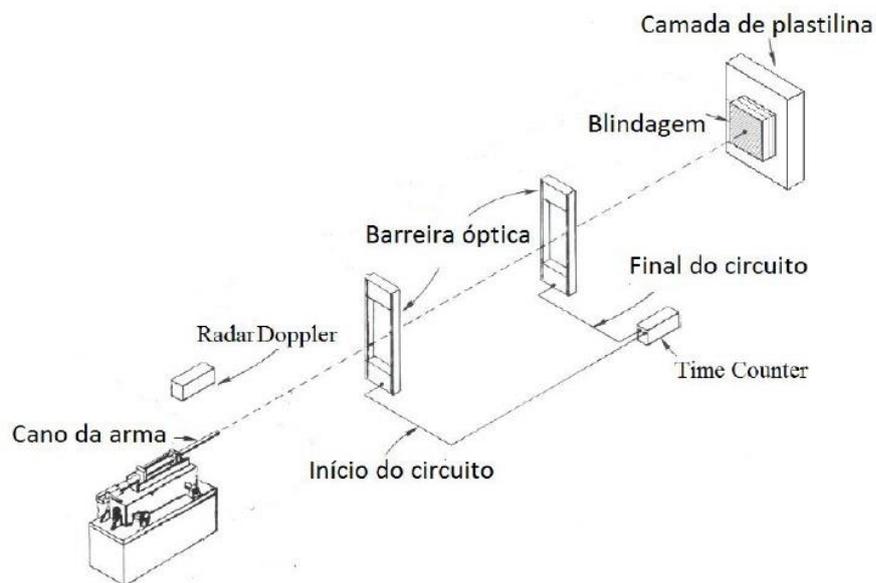


FIG. 3.18 Esquema de realização do ensaio balístico (adaptado de MILANEZI, 2016).



FIG. 3.19 (a) Painel balístico fixado junto ao bloco de plastilina e (b) Provette 7,62 mm com mira a laser.



FIG. 3.20 Projétil 7,62 x 51 mm.

$$E_L = \frac{1}{2}m(V_S^2 - V_R^2) \quad (3.9)$$



FIG. 3.21 Fixação de painel para o ensaio de velocidade residual.



FIG. 3.22 Radar doppler Weibel.

Uma vez que a espessura e a composição química da placa são as mesmas em todos os grupos, buscou-se também avaliar a capacidade das camadas em reter os fragmentos. Realizou-se a medição da massa de projétil que ficou confinada dentro do painel balístico, a partir da mesma balança utilizada para medição da densidade por Arquimedes, apresentada no item 3.4.1.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

A técnica de análise química semiquantitativa por EDS possui limite de detecção de 5%. No espectro do pó SiC, mostrado no APÊNDICE 1, não foi identificado a presença de picos de elementos que não fazem parte da composição química do material.

Nesta pesquisa não foi possível determinar a distribuição granulométrica dos pós a partir da análise do tamanho de partículas. Na tentativa, utilizou-se água deionizada e álcool isopropílico como dispersantes no analisador, porém, não se mostraram adequados para dispersão das partículas aglomeradas. Outra limitação encontrada foi a resolução do equipamento, que é de 0,02  $\mu\text{m}$  ou 20 nm, ser próxima ao tamanho médio de partículas informados para os pós nanométricos carbeto de silício (40 nm) e ítria (50 a 70 nm). Entretanto, pela observação morfológica no MEV foi possível estimar o tamanho de partícula.

#### 4.1.1 MORFOLOGIA

A micrografia da FIG. 4.1 mostra o pó de SiC sob aumento de 50.000 X em que se pode perceber certa regularidade no formato equiaxial das partículas aglomeradas. Em um aumento próximo a 185.000 X (FIG. 4.2), embora a micrografia não seja capaz de revelar aspectos morfológicos, ainda assim, a análise permitiu identificar partículas de ordem nanométrica.

Da mesma forma, o pó de alumina como recebido possui o mesmo aspecto regular. Na micrografia da FIG. 4.3 em 100.000 X, observa-se que o tamanho geral das partículas assemelha-se ao indicado pelo fornecedor, que é  $d_{50}$  de 500 nm (0,5  $\mu\text{m}$ ), contendo ainda partículas menores que parecem estar aglomeradas.

Como a ítria não é um material condutor, mesmo com recobrimento houve dificuldades em se obter elevados aumentos (superiores a 100.000 X) necessário para revelar mais detalhes microestruturais do pó, o que não foi preciso para a alumina. Na micrografia da FIG. 4.4, percebe-se que em 100.000 X partículas e aglomerados menores que 500 nm são encontrados.

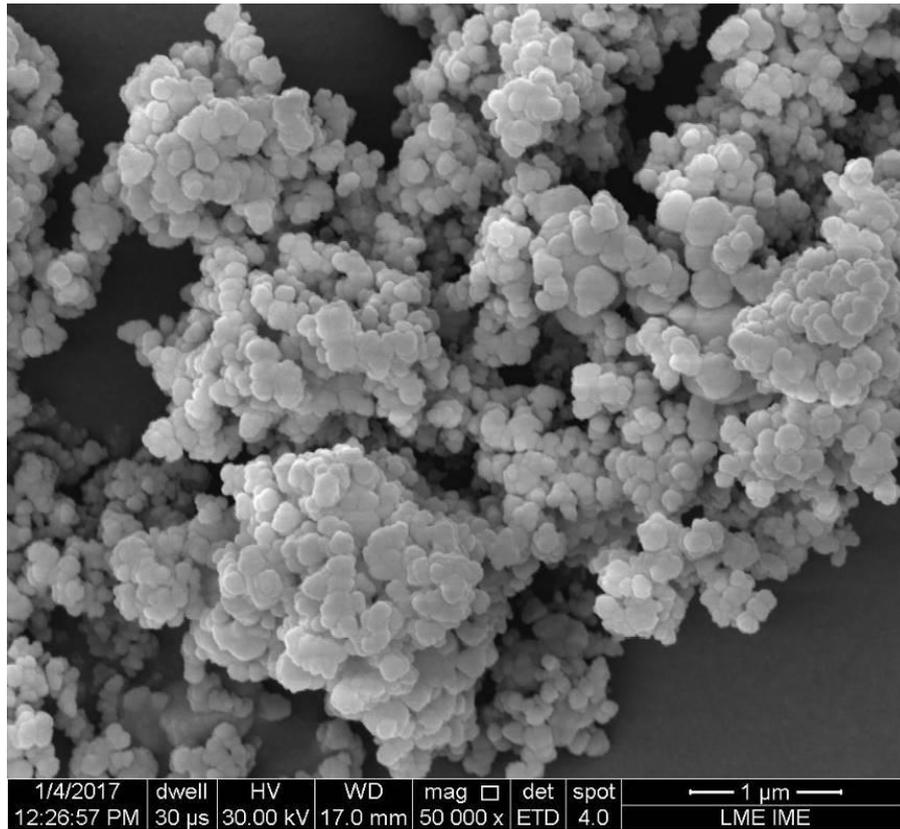


FIG. 4.1 Micrografia do pó de SiC como recebido em uma porção aglomerada.

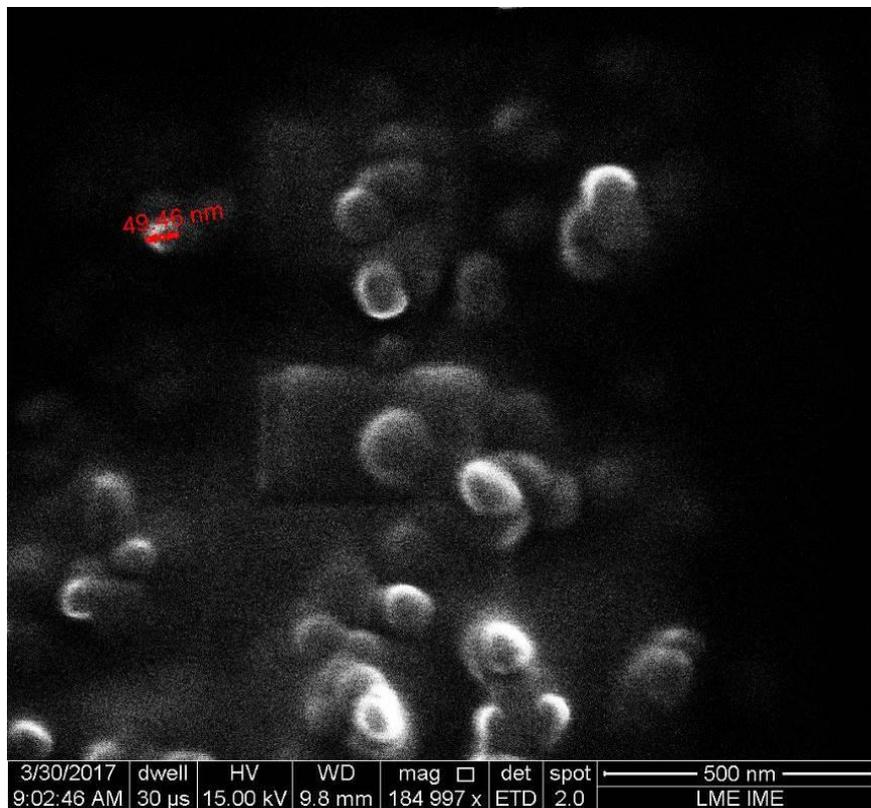


FIG. 4.2 Micrografia de partículas isoladas do SiC como recebido.

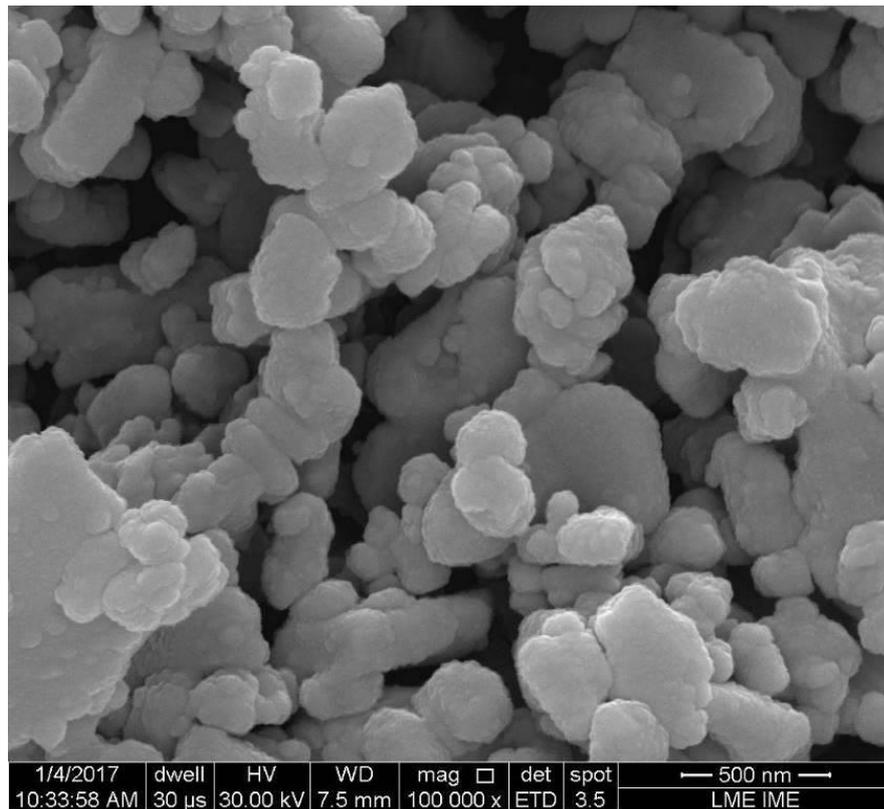


FIG. 4.3 Micrografia da alumina como recebida.

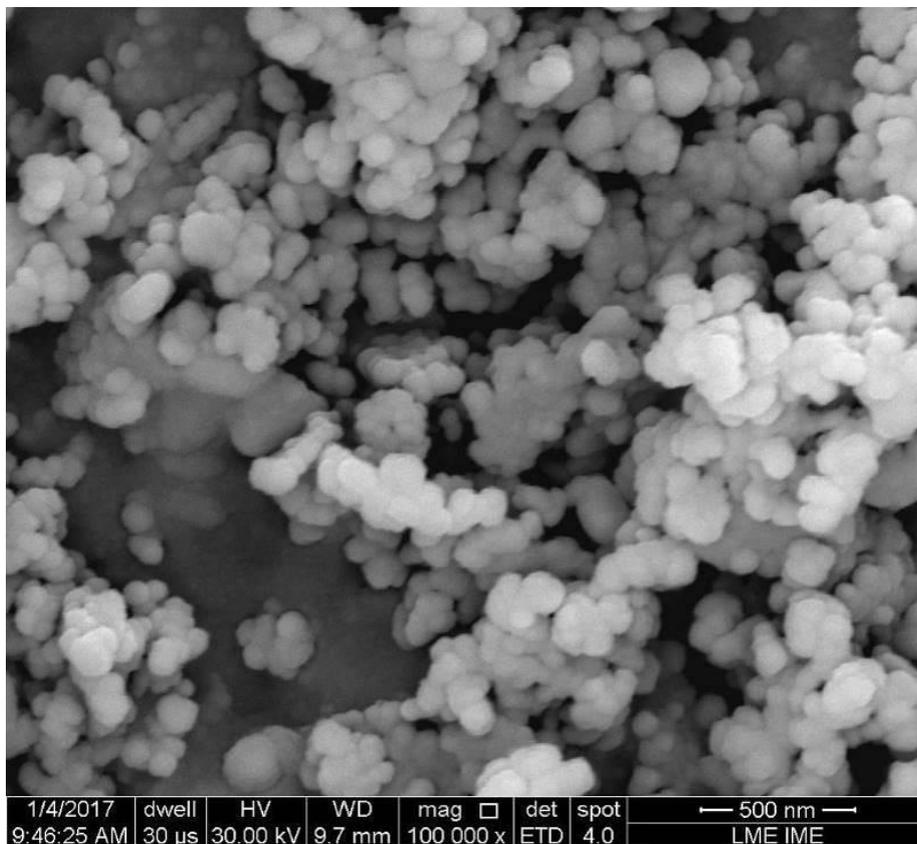


FIG. 4.4 Micrografia da ítria como recebida.

#### 4.1.2 DENSIDADE APARENTE

Os valores da densidade aparente ( $\rho_a$ ) obtidos para os pós de SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> estão dispostos na TAB. 4.1, com o respectivo desvio padrão associado. O picnômetro possui resolução de quatro casas decimais e suas medições apresentam pequeno desvio padrão. A diferença percentual entre a densidade aparente medida e a densidade informada pelos fabricantes na seção 3.1 (%pd) também é expressa na TAB. 4.1. Observa-se que a leitura da densidade do SiC é um pouco menor que a informada, o que se justifica pela maior área específica do pó nanométrico poder interferir na aferição. Por outro lado, a alumina e a ítria apresentaram uma diferença percentual maior e acima de  $\rho_i$ , provavelmente em função da presença de umidade ainda presente nos pós. Outro fator a ser levado em consideração é o método utilizado pelos fabricantes na determinação da densidade, que não consta na ficha técnica dos produtos.

TAB. 4.1 Valores de  $\rho_a$  (g/cm<sup>3</sup>) e %pd para os pós como recebidos.

<b>Pó</b>	<b><math>\rho_a</math> (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>DP*</b>	<b>%pd</b>
SiC	3,17	0,016	-1,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,02	0,004	1,8
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,34	0,012	6,6

\*DP - Desvio padrão

#### 4.1.3 FASES CRISTALINAS

Os difratogramas dos pós de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mostrados no APÊNDICE 2, refinados pelo método de Rietveld, não identificaram impurezas. O refinamento aponta 100% da fase corundum e de ítria, respectivamente para Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ao analisar o pó de carbetto de silício, FIG. 4.5, verificou-se a presença de mais de um polítipo, o que é comum em virtude de seu método de produção. O refinamento aponta predominância do polítipo 3C, seguido de 6H e 8H, conforme a proporção estabelecida na TAB. 4.2. Porém, o fabricante informa tratar-se somente de  $\beta$ -SiC (cúbico).

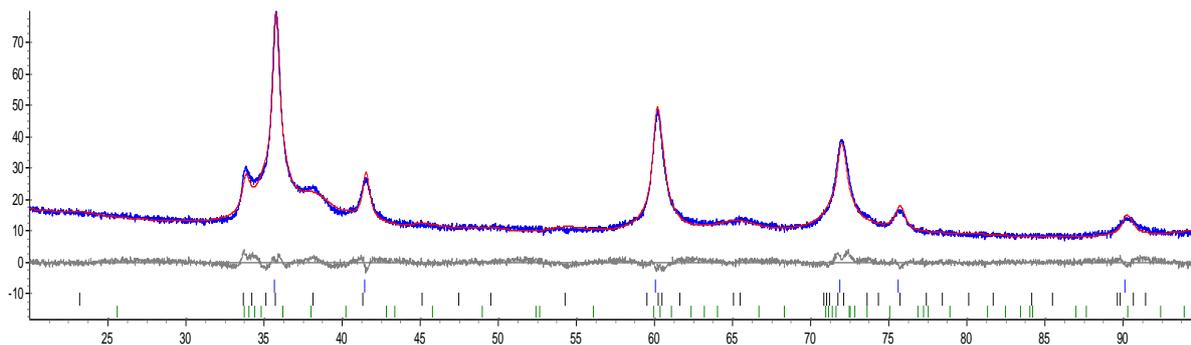


FIG. 4.5 Difratoograma do SiC refinado pelo método de Rietveld.

TAB. 4.2 Percentual dos politipos presentes no pó de SiC como recebido.

Polítipos do SiC	Percentual (%)
3C	73,38
6H	27,29
8H	4,33

## 4.2 COMPACTAÇÃO DOS PÓS

### 4.2.1 COMPACTAÇÃO UNIAXIAL

A curva de pressão versus percentual de compactação foi levantada para analisar o comportamento do grânulo nanométrico da matriz de carbetto de silício mediante a prensagem uniaxial. Esta mesma avaliação foi feita para as pressões mais usuais nas misturas S1 e S5, a fim de verificar possíveis diferenças no comportamento de compactação pela adição de partículas de alumina e ítria com distribuição granulométrica diferentes.

A matriz cilíndrica de 12 mm foi a escolha mais viável para avaliar o comportamento de compactação dos pós, dada a sua facilidade de reproduzir resultados em relação ao aparato necessário para prensagem de placas hexagonais.

A curva de compactação do pó de SiC (FIG. 4.6) apresentou elevada taxa de densificação em seu estágio inicial, porém, em tensões mais elevadas, percebeu-se uma tendência de estabilização do patamar. Sendo assim, o comportamento exibido pela curva de compactação

deste trabalho é compatível com o esperado para cerâmicas técnicas (REED, 1995). Para a máxima tensão aplicada de 147 MPa, houve uma compactação de 47,1%.

O gráfico referente à mistura S5, levantada em uma faixa de pressão menor em relação a SP, é exibido na FIG. 4.7. Seu comportamento mostrou-se semelhante ao obtido em SP, onde a compactação máxima de 46,3% ocorreu para 113 MPa podendo se observar o início da formação do patamar de densificação. Na mesma figura compara-se S1 para três pressões. A compactação máxima sob 55 MPa foi de 42,0%. Observa-se que os dois últimos pontos de S1 estão bem próximos de S5.

De modo geral, o comportamento de prensagem das misturas não se diferenciou do pó de carbeto de silício nanométrico. Ou seja, a adição em 1 e 5% dos pós de alumina e ítria não altera significativamente a curva de compactação do SiC. As tabelas com todos os valores de pressão e densificação para SP, S5 e S1 citados nesta seção, encontram-se no APÊNDICE 3.

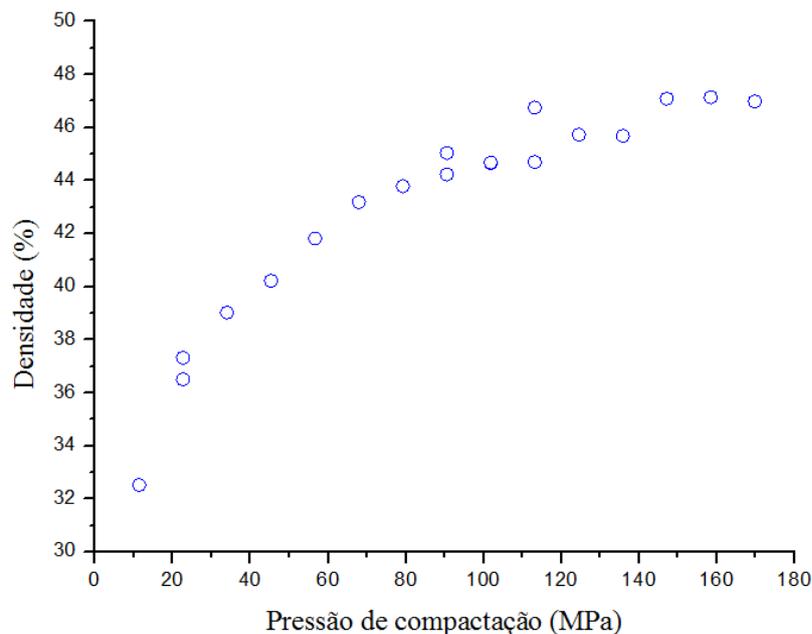


FIG. 4.6 Curva de compactação para o pó de SiC sem aditivos (SP).

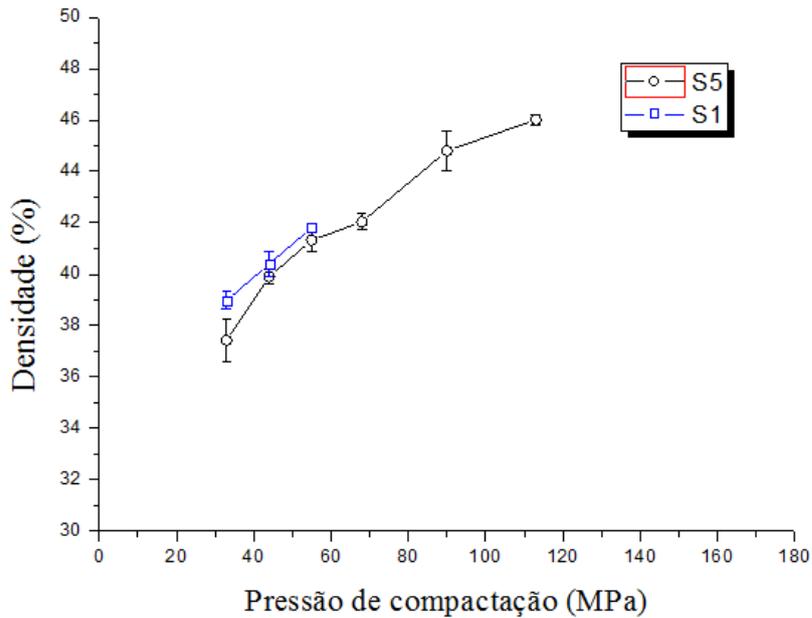


FIG. 4.7 Curva de compactação para mistura de SiC com 5% de aditivos (S5).

#### 4.2.2 COMPACTAÇÃO ISOSTÁTICA

A compactação isostática proporcionou os melhores resultados de compactação a verde, como já esperado. Na TAB. 4.3 verifica-se que o percentual de densificação ficou entre 50,97 e 54,11%, e que não houve diferença significativa no comportamento de prensagem entre as misturas S1 e S5. Percebeu-se também que ao manuseá-las, a resistência mecânica foi superior e até mesmo a coloração estava mais escura.

TAB. 4.3 Densidade (%) obtida na prensagem isostática de S5 e S1.

Mistura	Densidade (%)
S5	53,17
S5	50,97
S1	53,09
S1	52,74
S1	52,12
S1	54,11
S1	53,57

### 4.2.3 COMPACTAÇÃO DE PLACAS HEXAGONAIS

O processo de compactação uniaxial produziu placas hexagonais com bom acabamento (FIG. 4.8). Por inspeção visual do corpo verde, não foram encontrados defeitos aparentes como trincas ou bordas quebradas.

Com 35 g de pós e aplicando uma pressão de 54 MPa, alcançou-se uma densificação de  $45,3\pm 0,8\%$  e espessura a verde de  $7,40\pm 0,10$  mm, analisando os compactados de S1 e S5 juntos, em virtude da pequena diferença de valores entre si. Foram produzidas somente quatro placas com S1 e duas placas com S5 para avaliação preliminar dos procedimentos de prensagem e sinterização, pois estas misturas inicialmente foram produzidas para a confecção de amostras cilíndricas.

Na mistura 2S5, utilizando a mesma pressão, produziu-se ao todo dez placas com 55 g de pós, com espessura de  $9,44\pm 0,17$  mm e densificação de  $55,2\pm 0,9\%$ . Comparando esta densidade a verde com o mostrado na TAB. 4.3, verifica-se que o procedimento de prensagem das placas balística propicia densificação a verde semelhante à compactação isostática.



FIG. 4.8 Corpos verdes hexagonais com 5% de aditivos produzidos por prensagem uniaxial.

## 4.3 PROPRIEDADES FÍSICAS

### 4.3.1 DENSIDADE E POROSIDADE

Os resultados de densificação e porosidade total para as amostras prensadas a quente e sinterizadas sem pressão (cilíndricas e hexagonais) são mostradas da FIG. 4.9 à FIG. 4.12. Na TAB. 4.4 estão discriminados os valores de massa específica aparente, percentual de densificação e porosidade total para cada condição analisada.

Os grupos que apresentaram melhores densificação foram o S5PQA e S5PQB, resultante da prensagem uniaxial a quente, com percentual de densificação acima de 90% e porosidade total abaixo de 10% (FIG. 4.9 e 4.10). Constatou-se, neste caso, que a quantidade de aditivos possui grande influência no aumento da densidade. A adição de 5% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  mostrou-se significativamente mais eficiente na sinterização que 1%. Verificou-se também que a temperatura de 1800 °C, a princípio, é a ideal, uma vez que em 1850 °C não houve aumento de densidade tanto para o grupo com 1% quanto para 5% de aditivos.

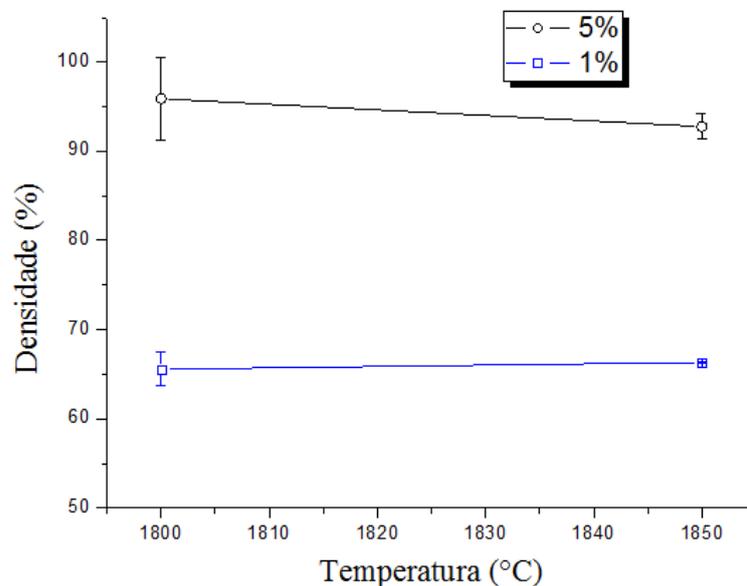


FIG. 4.9 Percentual de densificação em função da temperatura de sinterização das amostras obtidas por prensagem a quente.

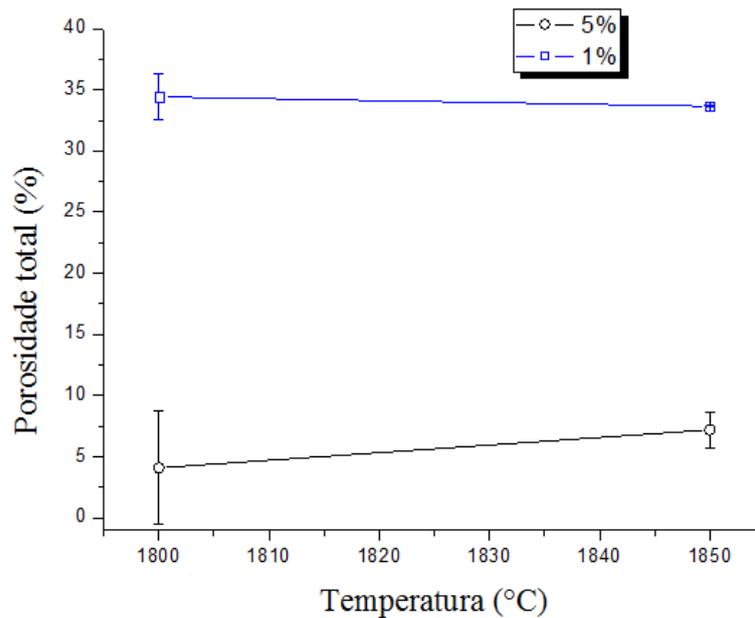


FIG. 4.10 Porosidade total em função da temperatura de sinterização das amostras obtidas por prensagem a quente.

Nas amostras cilíndricas sinterizadas sem pressão, que passaram por compactação isostática (S1I e S5I), os valores de  $D_{\%}$  foram muito baixos, próximos a 50% (FIG. 4.11). Ou seja, nada se alterou em relação ao corpo verde de acordo com a TAB. 4.3. Percebe-se pela FIG. 4.10 que mesmo com o maior percentual de aditivos não foi possível obter uma densificação satisfatória a 1950 °C, ou seja, este grupo não foi sensível ao aumento da quantidade de aditivos, como na prensagem a quente.

O primeiro grupo de placas hexagonais produzidos com S5 mostrou-se mais denso que as amostras cilíndricas. Na FIG. 4.12, observa-se o acréscimo de densificação e decaimento da porosidade com o aumento da quantidade de aditivos. Já a segunda produção de placas hexagonais, 2S5H, mostrou resultados formidáveis quanto ao percentual de densificação e a porosidade total com estreito desvio padrão,  $89,68 \pm 1,22\%$  e  $10,32 \pm 1,22\%$ , respectivamente. Tais valores são considerados bons, pois se aproximam aos obtidos em S5PQA e S5PQB, que foram prensados a quente.

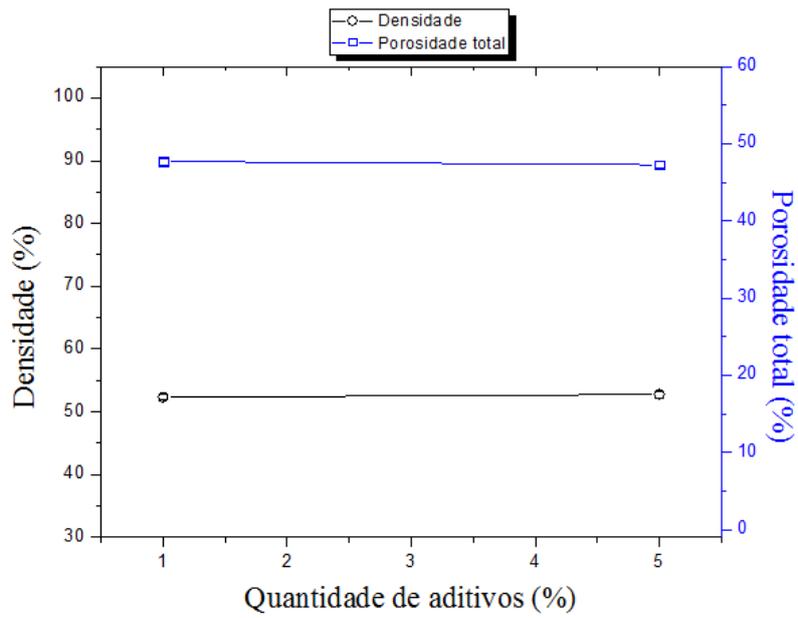


FIG. 4.11 Percentual de densificação e porosidade total das amostras cilíndricas sinterizadas sem pressão a 1950°C.

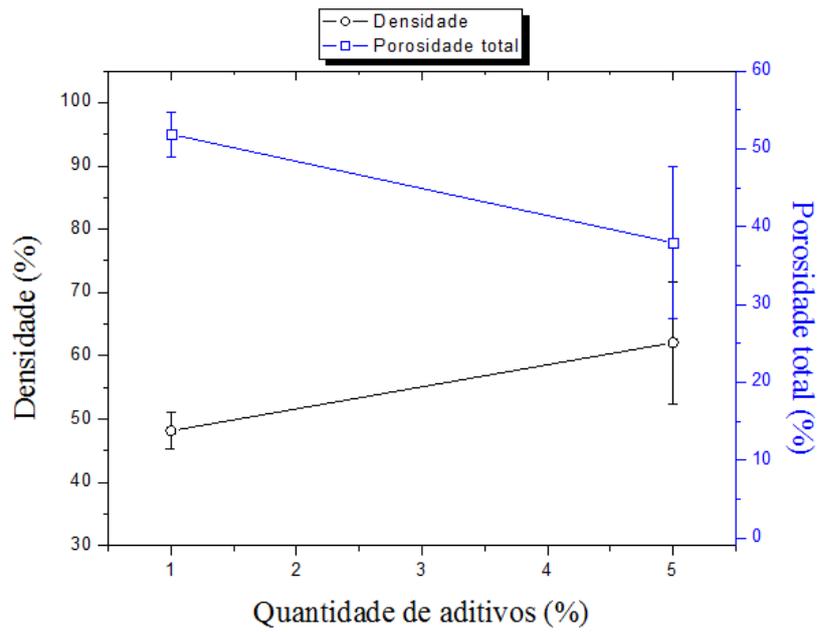


FIG. 4.12 Percentual de densificação e porosidade total das placas hexagonais sinterizadas sem pressão a 1950°C.

TAB. 4.4 Resultados de massa específica aparente, percentual de densificação e porosidade total para cada condição.

<b>Condição</b>	<b>Mea (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade (%)</b>	<b>Porosidade total (%)</b>
S1PQA	2,11±0,06	65,57±1,87	34,43±1,87
S1PQB	2,14±0,00	33,65±0,08	66,35±0,08
S5PQA	3,14±0,15	95,90±4,62	4,10±4,62
S5PQB	3,03±0,05	92,78±1,46	7,42±1,46
S1H	1,55±0,09	48,15±2,87	51,85±2,87
S5H	2,03±0,33	62,06±9,68	37,94±9,68
2S5H	2,93±0,04	89,68±1,22	10,32±1,22
S1I	1,68±0,01	52,31±0,43	47,69±0,43
S5I	1,73±0,15	52,74±0,49	47,26±0,49

#### 4.3.2 RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA

Nesta pesquisa, o grupo 2S5H apresentou perda de massa acima do esperado, superior a 20%. Nos trabalhos anteriores de Godoy (2008), Lima (2006) e Santos (2011), no qual o pó de SiC micrométrico foi sinterizado com 4, 5 e 10% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, respectivamente, a perda de massa foi significativamente inferior. A retração volumétrica neste grupo foi em média de 37%, inferior ao encontrado por Lima (2006) e superior ao relatado por Santos (2011), mostrados na TAB. 4.5.

A adição de ligantes poliméricos para melhorar o comportamento do pó durante a prensagem pode aumentar a perda de massa, uma vez que ocorre a volatilização dos mesmos antes de atingir a temperatura de patamar da sinterização. A incorporação de ligante se deu em 1,5% em massa, e nenhum dos autores comparados fez uso de ligantes.

A perda de massa e a diminuição da densidade resultam da utilização de aditivos óxidos, pois a sua reação com o SiC culmina com a formação de fases gasosas (IZHEVSKYI, 2004). Um meio de minimizar estes efeitos é sinterizar com leito de pó, ou seja, recobrir a amostra com pós da mesma composição do corpo verde (BAUD, 2003). Optou-se por não utilizar neste trabalho a fim de se obter a condição mais severa de sinterização.

Soma-se ainda o fato que o pó de carbetto de silício nanométrico, como toda partícula nesta escala de dimensão, é ainda mais reativo e susceptível a volatilização. Dada a acumulação dos fatores supracitados, justifica-se os elevados percentuais encontrados.

TAB. 4.5 Retração volumétrica e perda de massa de 2S5H em comparação com a literatura.

<b>Amostra</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Retração volumétrica (%)</b>	<b>Perda de massa (%)</b>
<b>2S5H</b>	1950	37,73±1,70	24,80±1,23
<b>(GODOY, 2008)</b>	1950	-	6,5 - 8,0
<b>(LIMA, 2006)</b>	1900	53,58±0,16	14,70±0,38
<b>(SANTOS, 2011)</b>	1100	21,67±0,01	17,76±0,03

#### 4.3.3 FASES CRISTALINAS

Os grupos S5PQA, S5PQB e 2S5H foram escolhidos para esta caracterização em função do elevado percentual de densificação obtido em comparação com os demais. Todos os três difratogramas estão mostrados no APÊNDICE 4. Foram identificados picos referente ao grafite 2H nos três grupos analisados proveniente da contaminação com o cadinho dos fornos. A quantidade relativa de cada fase calculada por Rietveld para cada grupo são mostradas nas TAB. 4.6 a 4.8.

Em 2S5H, o SiC 4H se formou com maior predominância, seguido do 6H e 8H. Em virtude da temperatura de sinterização (1950 °C) não houve presença do politipo cúbico 3C. Com relação à formação de fases referentes aos aditivos óxidos, foi confirmada a presença somente de YAM, sem ocorrência de YAG e YAP, que se formam em temperaturas mais baixas, como descrito na seção 2.4.1.4. Contudo, ainda há picos que não foram identificados pelo refinamento pertencentes a uma ou duas fases provavelmente hexagonais.

Na prensagem a quente com 5% de aditivos, além do grafite 2H, identificou-se a contaminação por nitreto de boro pois o mesmo foi depositado na superfície do corpo verde como apontado no item 3.3.5. A pressão, aliada a temperatura e a presença de nitreto de boro, modificaram as fases formadas pelos aditivo, impedindo a ocorrência de YAG, YAP e YAM, porém, favorecendo o surgimento de AlY<sub>3</sub>.

O acréscimo de 50 °C de temperatura foi suficiente para a formação de novas fases. Enquanto em S5PQA houve a formação apenas do SiC 3C, em S5PQB, ocorreram os politipos 3C, 4H e 6H. Em 1850 °C, houve também a identificação de picos para o silício elementar. Sobretudo, é possível que haja uma fase romboédrica óxida que se ajuste melhor no lugar de Si.

Mediante ao exposto, conclui-se que cada forno, com seu aspecto construtivo e princípio de funcionamento, pode influenciar drasticamente na formação de fases. Tal aspecto deve ser levado em consideração na hora de selecionar a melhor rota para sinterização do material, a fim de se obter fases com propriedades desejadas.

TAB. 4.6 Fases formadas em 2S5H e sua quantidade relativa calculada por Rietveld.

<b>Fases</b>	<b>Percentual (%)</b>
SiC 4H	68,61
SiC6H	22,62
SiC 8H	1,29
YAM	2,77
Grafite 2H	4,70

TAB. 4.7 Fases formadas em S5PQA e sua quantidade relativa calculada por Rietveld.

<b>Fases</b>	<b>Percentual (%)</b>
SiC 3C	92,74
AlY <sub>3</sub>	2,53
BN	1,19
Grafite 2H	3,55

TAB. 4.8 Fases formadas em S5PQB e sua quantidade relativa calculada por Rietveld.

<b>Fases</b>	<b>Percentual (%)</b>
SiC 3C	75,39
SiC4H	4,29
SiC 6H	5,39
AlY <sub>3</sub>	1,99
Si	10,13
BN	1,75
Grafite 2H	1,05

#### 4.4 MICROESTRUTURA

A morfologia das amostras sinterizadas se diferenciaram entre si em função do processo de sinterização e da quantidade de aditivos. Observou-se a estrutura dos grãos e poros existentes, bem como a distribuição dos aditivos de sinterização.

##### 4.4.1 PRENSAGEM A QUENTE

As amostras prensadas a quente apresentaram grandes diferenças entre si somente em relação à quantidade de aditivos, por promoverem maior densificação. O aumento de temperatura de 1800 °C para 1850 °C proporcionou apenas aumento do tamanho de grão. Nas micrografias em 5.000 X da FIG. 4.13 mostram-se os grupos S1PQA e S1PQB.

Com 5% de aditivos a microestrutura foi melhor observada com 30.000 X de aumento, dada a maior densificação. Através da FIG. 4.14 verifica-se que não há diferença microestrutural entre as temperaturas de 1800 °C e 1850 °C.

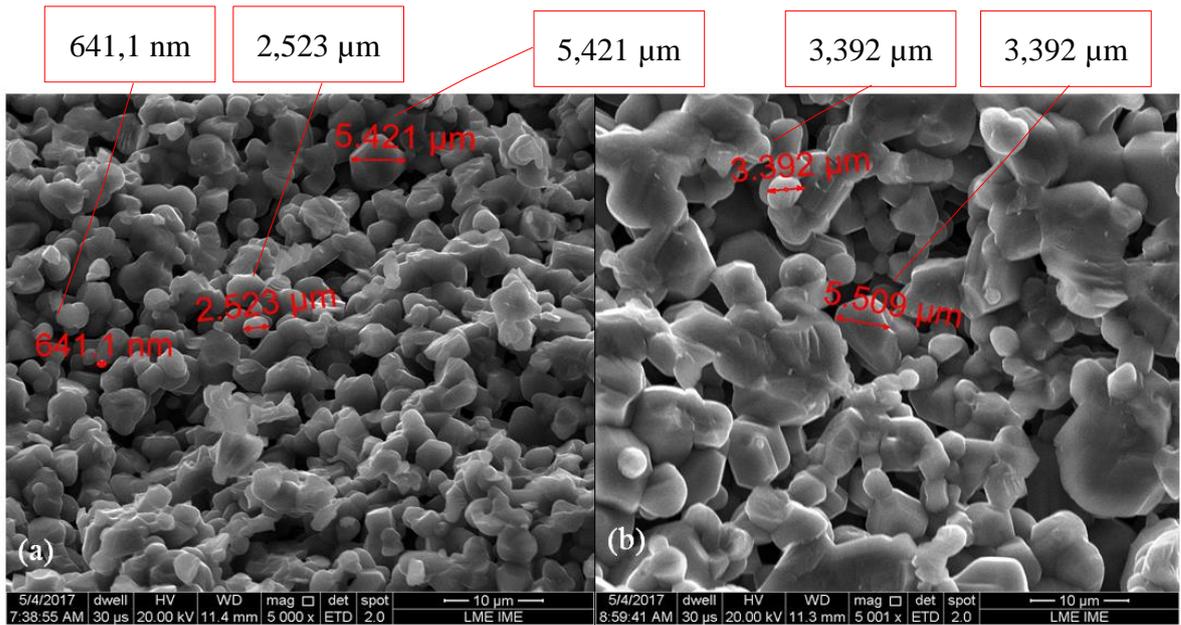


FIG. 4.13 Amostras com 1% de aditivos prensada a quente: (a) 1800 °C e (b) 1850 °C.

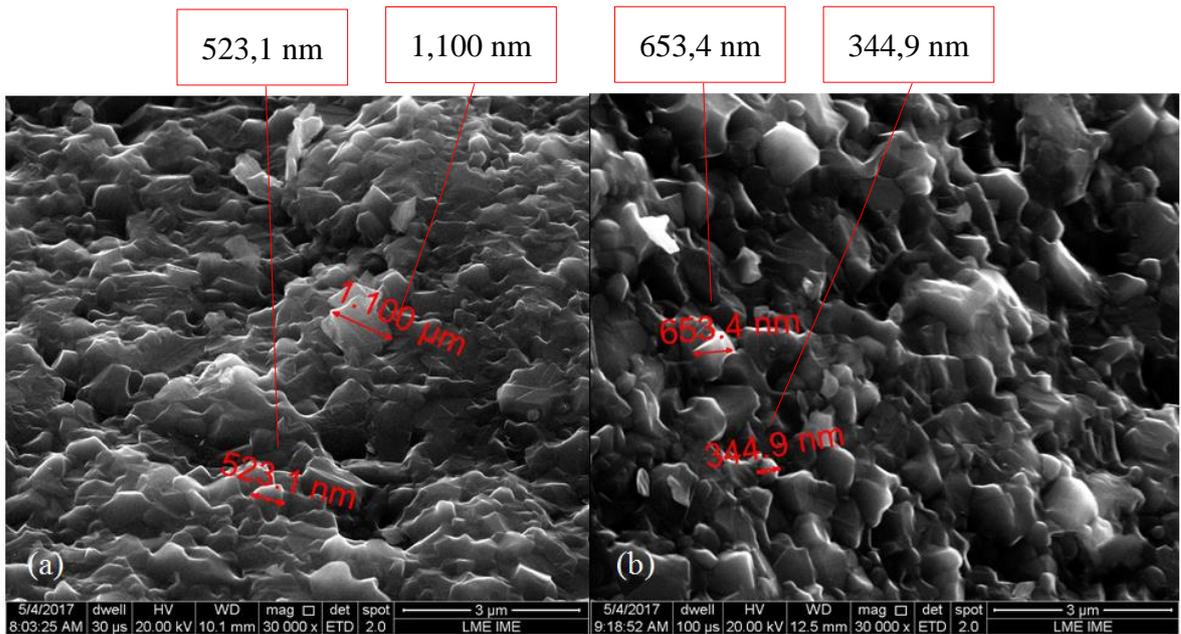


FIG. 4.14 Amostras com 5% de aditivos prensada a quente: (a) 1800 °C e (b) 1850 °C.

#### 4.4.2 SINTERIZAÇÃO SEM PRESSÃO (CILÍNDRICAS)

Ao examinar a superfície de fratura dos grupos S1I e S5I em 240 X de aumento (FIG. 4.15), verificou-se a presença de partículas aglomeradas. Uma análise pontual de EDS na região marcada da FIG. 4.16 confirmou se tratar de aditivos que não se dispersaram na matriz de SiC. Pelo aspecto geral da fratura, até mesmo em aumentos maiores, não foi identificada a formação do contorno de grão ou qualquer outra evidência de uma boa sinterização.

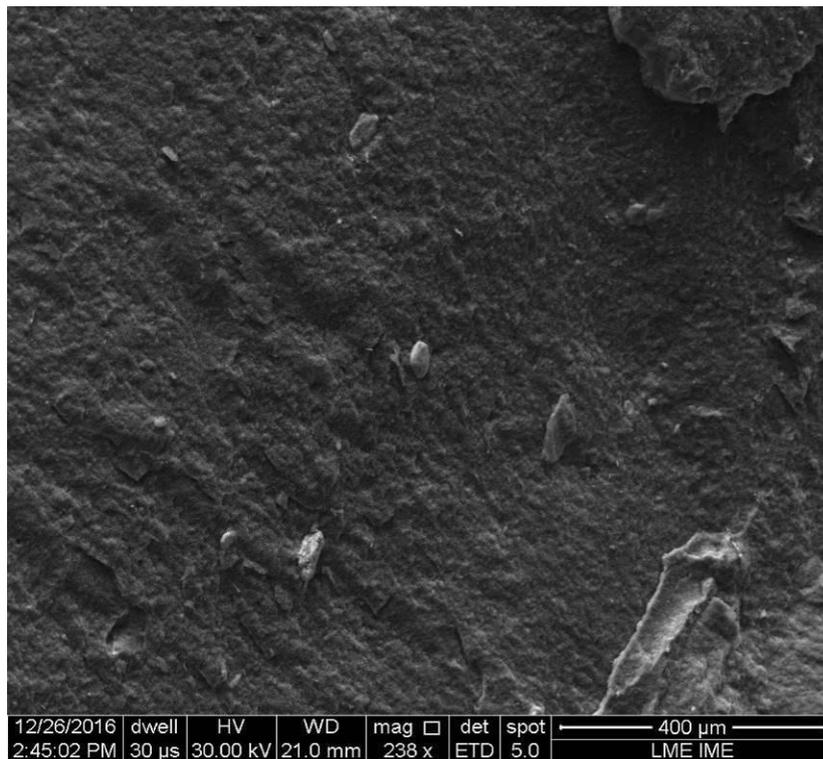


FIG. 4.15 Micrografia de amostra cilíndrica com 1% de aditivos sinterizada sem pressão (S1I).

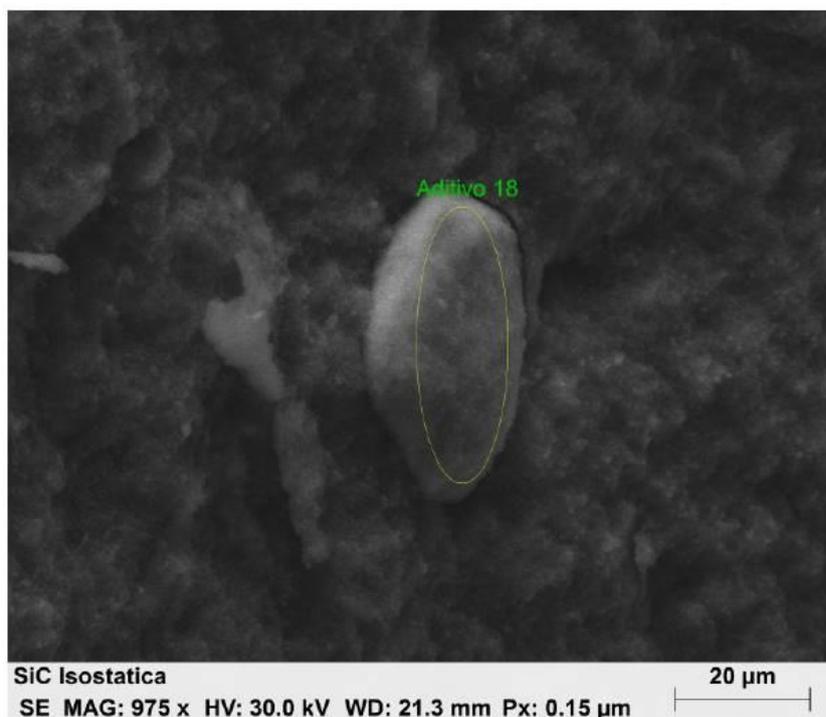


FIG. 4.16 Micrografia de SII ressaltando partícula aglomerada.

#### 4.4.3 PLACAS HEXAGONAIS (1ª SINTERIZAÇÃO)

As amostras S1H (FIG. 4.17) e S5H (FIG. 4.18) apresentaram morfologia da superfície de fratura semelhantes entre si, apresentando grãos alongados em formato de placas. A principal diferença está em uma melhor densificação em S5H, devido à maior formação de fase líquida. É possível visualizar a interconexão entre vários grãos de S5H, juntamente com a presença de poros fechados isolados, caracterizando a etapa final de sinterização (REED, 1995, GERMAN, 2009). Enquanto em S1H verifica-se a ocorrência de grandes regiões de vazio, sem evidências da consolidação entre grãos vistos em S5H, confirmando a análise de densidade por Arquimedes.

Ressalta-se que a caracterização microestrutural é uma análise bidimensional de um fenômeno espacial. Neste grupo não foram observadas partículas aglomeradas de aditivos, como nos grupos S1I e S5I, mostrados na seção anterior.

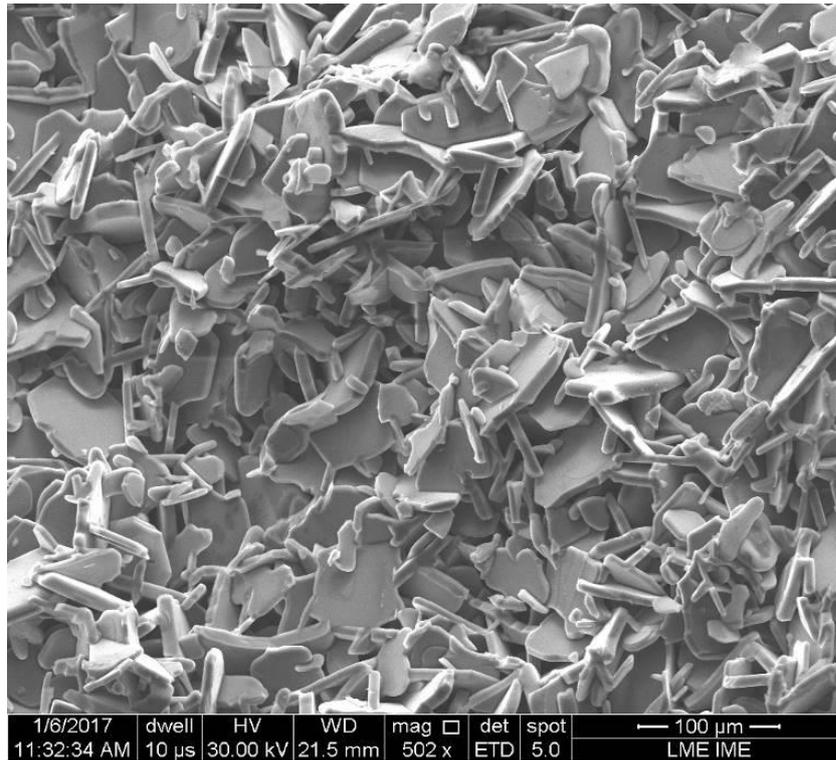


FIG. 4.17 Morfologia dos grãos da 1° placa hexagonal com 1% de aditivos (S1H).

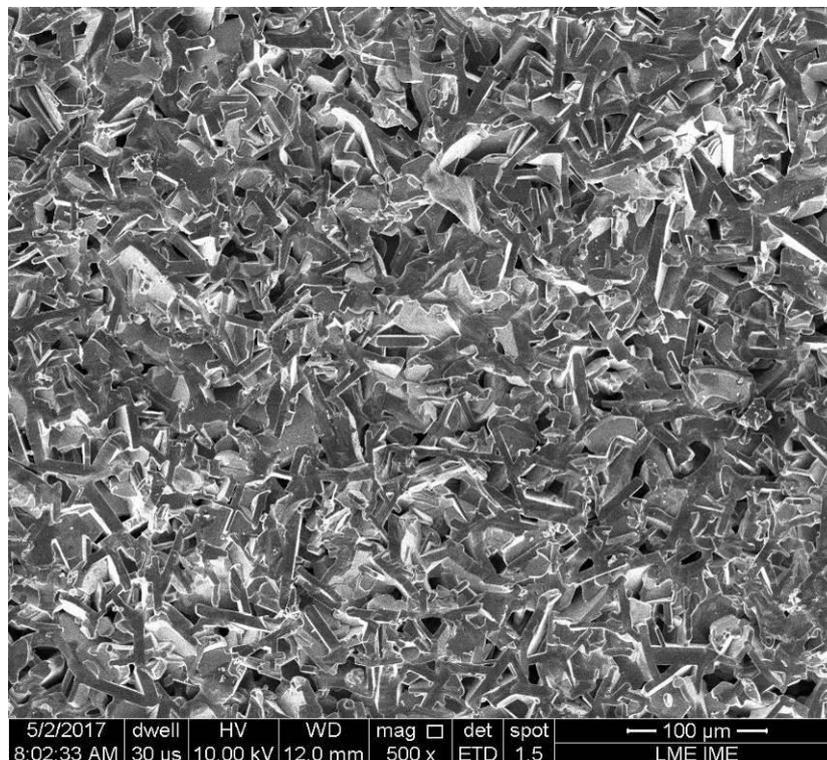


FIG. 4.18 Morfologia dos grãos da 1° placa hexagonal com 5% de aditivos (S5H).

#### 4.4.4 PLACAS HEXAGONAIS (2ª SINTERIZAÇÃO)

A morfologia dos grãos de 2S5H (FIG. 4.19) é equiaxial, com tamanho de grão menor e aparentemente menor quantidade relativa de poros, em comparação com as primeiras placas hexagonais produzidas.

#### 4.5 AVALIAÇÃO DAS ROTAS DE PROCESSAMENTO

Os grupos S1I, S5I, S1H e S5H apresentaram defeitos e falhas que surgiram após a sinterização. S1I e S5I pareciam estar bons após a sinterização, porém, durante o procedimento de fervura para densidade por Arquimedes fraturaram completamente (FIG. 4.20). As placas S1H empenaram e trincaram durante a sinterização (FIG. 4.21), enquanto o grupo S5H apresentou apenas pequena distorção entre as laterais da placa.

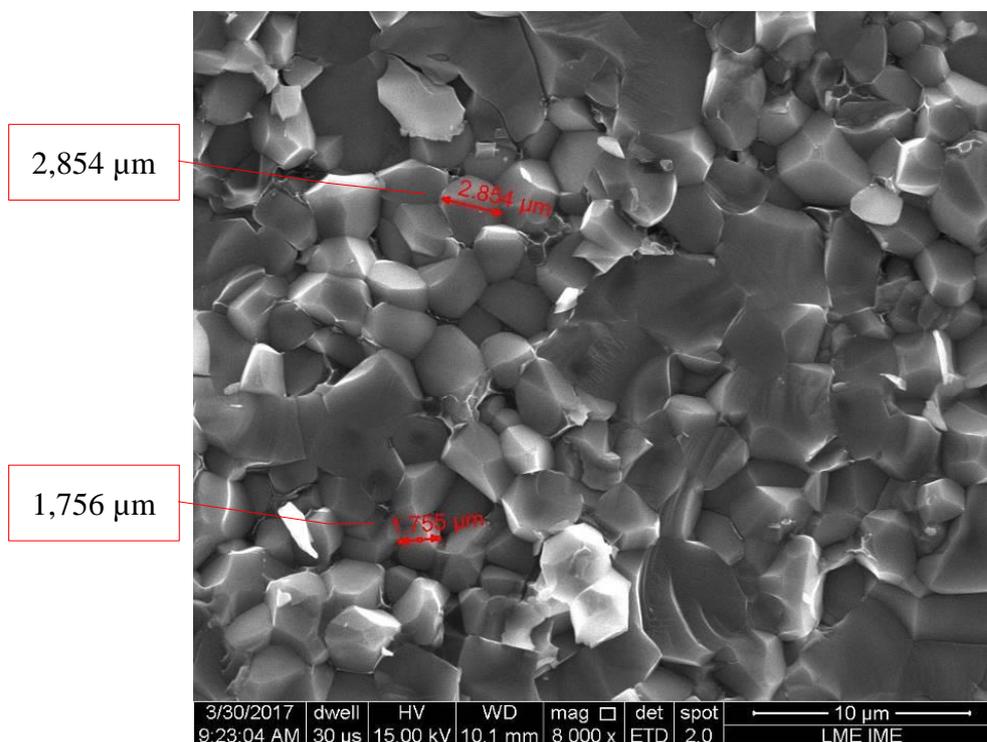


FIG. 4.19 Morfologia dos grãos das placas 2S5H.

Após uma análise criteriosa das falhas ocorridas verificou-se algumas irregularidades, que somadas, levaram aos defeitos apontados:

1. Falta de homogeneidade na mistura – S1 e S5 foram misturadas por 4 h. Observa-se a olho nu na FIG. 4.20b a presença de pontos brancos que a análise de EDS mostrada na seção 4.4.2 confirma pertencer aos aditivos, indicando que os mesmos não se dispersaram bem durante a mistura. A técnica utilizada de misturar os pós no béquer com agitador mecânico não se mostrou eficaz. Por outro lado, a mistura realizada em moinhos de bolas proporciona a dispersão adequada das partículas (SANTOS, 2003);
2. Gradiente de tensões induzido pela prensagem uniaxial – A compactação uniaxial realizada em matrizes de simples ação e camisa fixa é indicada à espessuras menores que 5 mm (REED, 1995). Neste trabalho, as amostras cilíndricas alcançaram espessuras a verde de 7 a 9 mm. Tal efeito pode ser minimizado utilizando-se de matriz de dupla ação e camisa flutuante;
3. Espessura do corpo verde – Acredita-se que o empenamento ocorrido em S1H seja em função da pequena espessura do corpo verde (7,1 mm) e quantidade de aditivos insuficientes para uma boa sinterização;
4. Atmosfera de sinterização – As amostras defeituosas foram sinterizadas em um lote diferente de 2S5H. Acredita-se que algum defeito no sistema de vácuo ou no fluxo de gás inerte tenha comprometido a qualidade das peças produzidas, justificando a diferença de coloração na seção transversal de S1H e S5H. A FIG. 4.22 mostra que a cor muda de cinza para um tom esverdeado na medida em que se aproxima do centro geométrico.

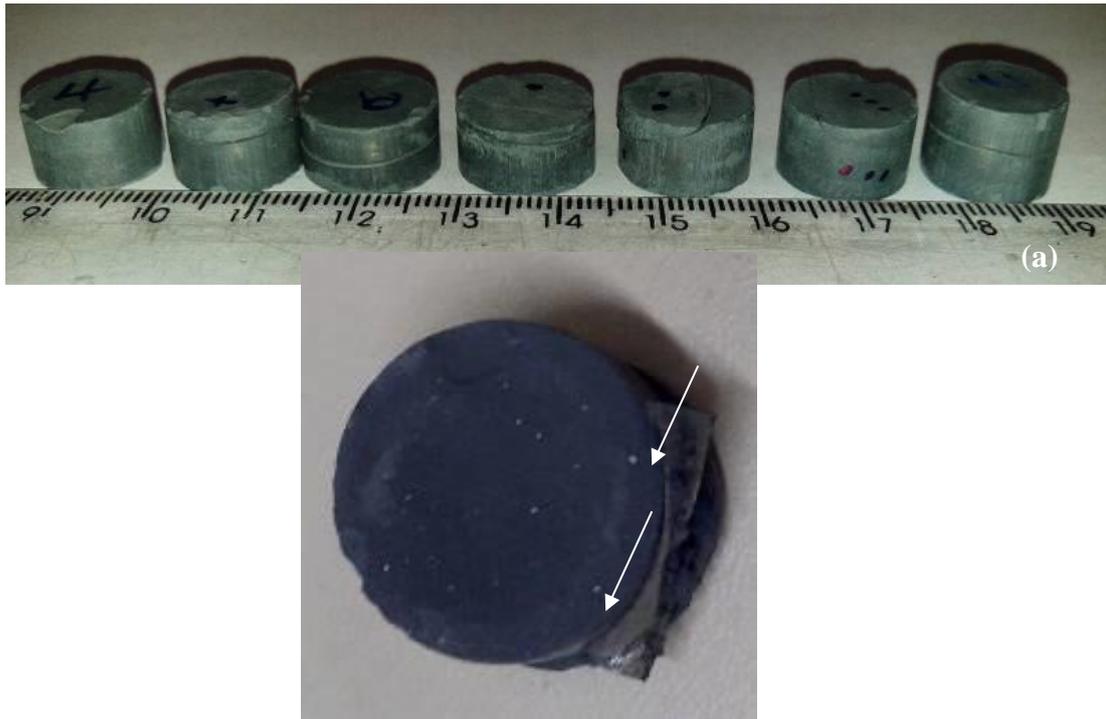


FIG. 4.20 Amostras cilíndricas sinterizadas a 1950 °C após fraturarem (a) e uma superfície de fratura (b).

A ABNT NBR 6220 deixa claro que para determinar a densidade pelo princípio de Arquimedes, as amostras devem estar isentas de trincas e fraturas, o que compromete a exatidão dos resultados apresentados. Por igual motivo, não se mediu a densidade geométrica, a retração e a perda de massa do corpo sinterizado dos grupos considerados defeituosos.

Para a produção de 2S5H, utilizado para o ensaio balístico, todos os cuidados foram tomados visando mitigar as anomalias listadas ocorridas no primeiro lote de sinterização. Um primeiro indício de sucesso foi a obtenção de placas de coloração única, apontando para a predominância de um polítipo de SiC (FIG. 4.22).

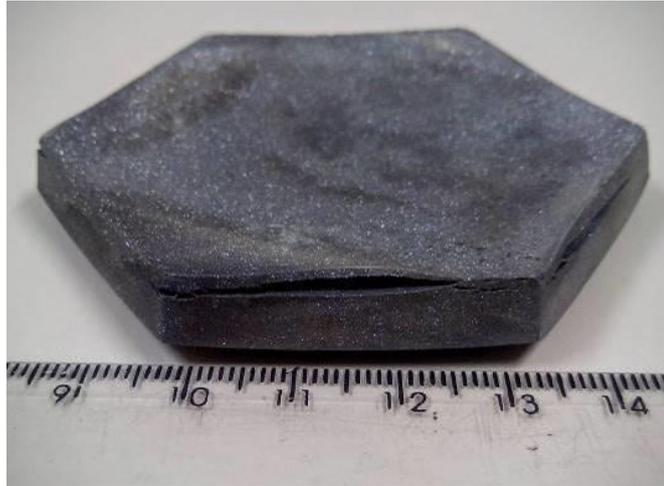


FIG. 4.21 Placa hexagonal com 1% de aditivos que trincou após sinterização a 1950 °C.



FIG. 4.22 Superfície de fratura das placas S1H, S5H e 2S5H.

## 4.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 4.6.1 PROPRIEDADES ELÁSTICAS

As propriedades elásticas obtidas neste trabalho foram comparadas com outros valores encontrados na literatura para o carbetto de silício. A TAB. 4.9 relaciona a velocidade do som ( $C_0$ ), a impedância acústica ( $Z$ ), o módulo de Young ( $E$ ), o módulo de cisalhamento ( $G$ ) e o coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) encontrados neste trabalho com as referências. A simbologia  $\phi_{\text{inscrito}}$  e  $\phi_{\text{circunscrito}}$  inferem-se aos métodos de aproximação utilizados para medição das propriedades

descritos na seção 3.6.1. Na TAB. 4.9 Brennan (2008) apresenta resultados referentes ao SiC prensado a quente (HPSiC) utilizado em sistemas de blindagens, como do SiC produzido por deposição química a vapor (CVDSiC). Os demais autores comparados fizeram uso de alumina e ítria como aditivos de sinterização, conforme a proporção e temperaturas mostradas na tabela.

Apesar da grande dispersão de resultados, o valor de  $\phi_{\text{circunscrito}}$  enquadra-se dentro do valor encontrado para o carbetto de silício sinterizado com os mesmos aditivos (alumina e ítria) em temperaturas próximas (TAB. 4.9). Este resultado valida a aproximação desenvolvida na seção 3.6.1 para medição de placas hexagonais, a partir do diâmetro de um círculo circunscritos ao hexágono. Entretanto, como valor de  $\phi_{\text{inscrito}}$  ficou muito abaixo entre os valores pesquisados para o SiC, considera-se que esta aproximação não é válida.

Os pesquisadores Liu (2013), Brennan (2008) e Lima (2006) realizaram suas medições a partir de um gerador de ultrassom. Melo (2014) utilizou a técnica de excitação por impulso, como neste trabalho, confirmando que este método fornece valores com alto grau de dispersão.

TAB. 4.9 Valores de propriedades elásticas desta pesquisa comparados com a literatura.

Referência	$C_0$ (m/s)	$Z$ ( $\times 10^5 \text{g/cm}^2 \text{s}$ )	E (GPa)	G (GPa)	$\nu$
$\phi_{\text{inscrito}}$	9934 $\pm$ 232	27,92 $\pm$ 1,26	235,3 $\pm$ 15,3	94,9 $\pm$ 6,2	0,24 $\pm$ 0,01
$\phi_{\text{circunscrito}}$	12741 $\pm$ 329	35,80 $\pm$ 1,51	383,6 $\pm$ 25,1	154,7 $\pm$ 10,1	
<sup>1</sup> HPSiC	12290 $\pm$ 18	39,60 $\pm$ 0,06	450 $\pm$ 1,0	190 $\pm$ 0,3	0,170 $\pm$ 0,007
<sup>1</sup> CVDSiC	12210 $\pm$ 18	39,10 $\pm$ 0,07	430 $\pm$ 1,0	180 $\pm$ 0,3	0,200 $\pm$ 0,007
<sup>2</sup> 10%_1850°C	-	-	351,3 $\pm$ 12,0	-	-
<sup>3</sup> 10%_1900°C	-	-	395	-	-
<sup>3</sup> 15%_1900°C	-	-	391	-	-
<sup>4</sup> 5%_1900°C	-	-	401,18 $\pm$ 2,48	147,99 $\pm$ 0,00	0,17 $\pm$ 0,01
<sup>4</sup> 10%_1900°C	-	-	315,59 $\pm$ 3,46	151,16 $\pm$ 0,61	0,19 $\pm$ 0,01
<sup>4</sup> 10%_1900°C	-	-	326,38 $\pm$ 0,80	143,78 $\pm$ 0,00	0,14 $\pm$ 0,00

<sup>1</sup>(BRENNAN, 2008), <sup>2</sup>(MELLO, 2014), <sup>3</sup>(LIU, 2013) e <sup>4</sup>(LIMA, 2006).

#### 4.6.2 DUREZA

O ensaio Vickers foi adequado para a caracterização da dureza à luz da literatura, não sendo necessário a exploração de dureza Knoop. As indentações de dureza puderam ser medidas e avaliadas de acordo com a ASTM C1327-15, como se vê na FIG. 4.23, micrografia capturada imediatamente após a realização do ensaio. O quadrado vermelho corresponde às medidas das diagonais.

Uma completa caracterização da dureza inclui medições em uma ampla faixa de carregamentos, pois a dureza da cerâmica tende a cair com o aumento da força ou do tamanho da indentação. Este efeito é conhecido como “*indentation size effect*” (ISE). O valor da medição mais correto a ser considerado é na faixa de carga onde não há mais variação de dureza com o aumento da força (ASTM, 2015). Pelo gráfico da FIG. 4.24 observa-se a influência da carga sobre os valores de dureza medidos nas amostras prensadas a quente. Verifica-se que em 9,807 N começa a ocorrer a estabilização do patamar.

Em 2S5H o efeito da carga não pode ser avaliado, pois em carregamentos maiores as indentações não foram consideradas válidas segundo a ASTM C1327-15. A FIG. 4.23 é uma representação ideal de uma indentação conforme.

Na TAB. 4.10 relacionam-se os resultados de dureza Vickers, em GPa, em função da carga aplicada, em N, das amostras ensaiadas neste trabalho como em anteriores utilizando a mesma aditivação, como também, outros aditivos de sinterização em fase líquida. A maioria dos autores pesquisados analisam a dureza Vickers em apenas uma carga, dificultando a comparação direta de resultados. Para os grupos prensados a quente, a dureza manteve-se dentro do estabelecido pela literatura. Apesar de apresentar maior dispersão, o grupo 2S5H foi o de maior dureza entre os analisados na faixa de HV0,3.

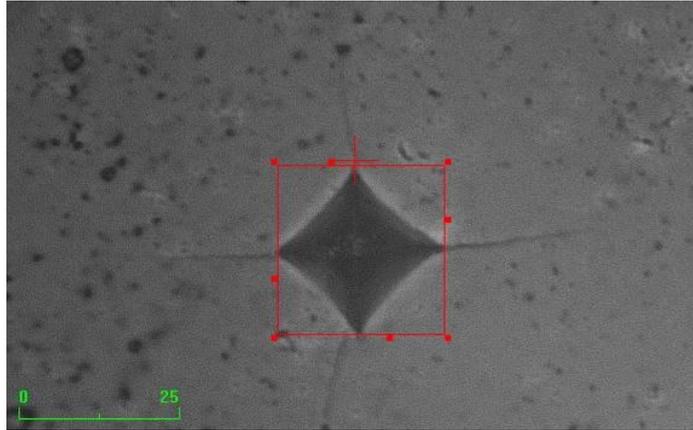


FIG. 4.23 Representação de indentação válida segundo ASTM C1327-15 (S5PQA).

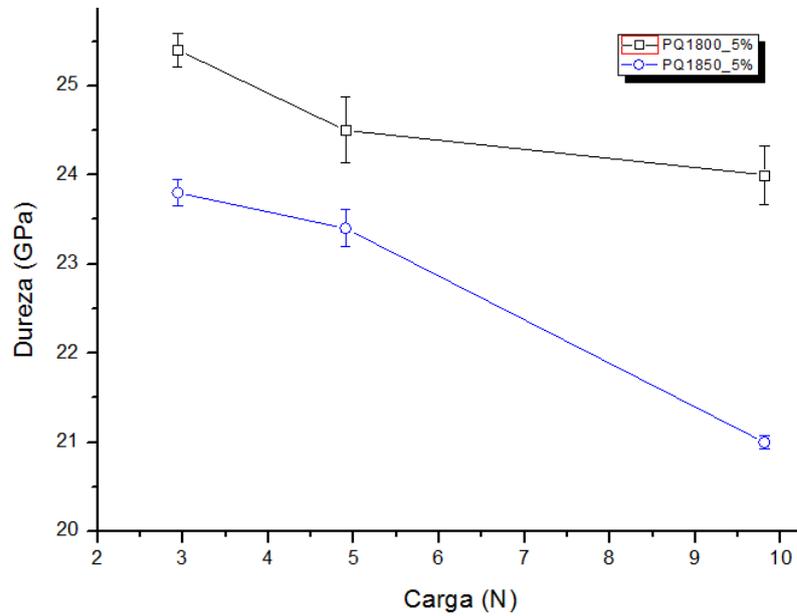


FIG. 4.24 Gráfico da dureza Vickers (GPa) em função da carga (N) para S5PQA.

TAB. 4.10 Valores de dureza para S5PQA, SPQ5B e 2S5H.

Amostra	Dureza (GPa)			
	HV0,3	HV0,5	HV1	HV10
<b>S5PQA</b>	25,4±0,19	24,5±0,37	24,0±0,33	-
<b>S5PQB</b>	23,08±0,15	23,04±0,21	21,0±0,08	-
<b>2S5H</b>	30,4±1,16	-	-	-
<b>(LIU, 2013)</b>	-	-	20,1±0,5	-
<b>(DE CARVALHO, 1999)*</b>	-	17,75	-	-
<b>(IZHEVSKYI, 2004)**</b>	-	21,0	-	-
<b>(GODOY, 2008)</b>	-	-	-	20,5±1,8
<b>(LIMA, 2006)</b>	≈25,2	≈24,8	-	-

\* Adição de AlN, carbonato de ítrio e terras raras.

\*\* Adição de AlN e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### 4.6.3 TENACIDADE À FRATURA

Devido à interação com os poucos poros em 2S5H, a direção das trincas radiais foram alteradas ou interrompidas, inviabilizando a medida de sua tenacidade por este método. Apenas os grupos prensados a quente com 5% de aditivos (S5PQA e S5PQB) puderam ser caracterizados quanto à tenacidade à fratura, na carga HV1, onde as trincas radiais puderam ser bem delineadas e mensuradas.

Na TAB. 4.11, a comparação dos resultados é feita com autores que utilizaram os mesmos métodos abordados nesta pesquisa, descritos na seção 3.6.4. Sendo a equação desenvolvida por Liang (1990) a mais confiável para comparar resultados, por ser independente da carga e do sistema de trincas.

Lima (2006) avaliou o SiC aditivado com 5% de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sinterizado sem pressão a 1900 °C, enquanto Ribeiro (2014) comparou o SiC sinterizado com alumina e terras raras a 1950 °C. Pela correlação feita na TAB. 4.11, verifica-se que a tenacidade do carbetto de silício prensado a quente obtido neste trabalho é menor do que o produzido por Lima (2006) e Ribeiro (2014).

A carga de 9,807 N (HV1) foi a mais adequada para produzir uma indentação em tamanho mensurável, livre de distorção e para melhor propagar as trincas radiais. Como a

relação  $l/a$  foi de  $1,63 \pm 0,06$ , o sistema de trincas pode ser caracterizado como Palmqvist, tal qual encontrado para o SiC em baixas cargas (LIMA, 2006). Ao observar a superfície polida após o ensaio de dureza de S5PQA na FIG. 4.25, foram encontradas algumas trincas que se desconectaram do vértice da indentação. Portanto, torna-se válido a aplicação da EQ. 3.6 desenvolvida por Niihara (1983).

TAB. 4.11 Tenacidade à fratura de S5PQA e S5PQB em comparação com a literatura.

Amostra	Tenacidade à fratura (MPa. $\sqrt{m}$ )	
	$K_{IC}$ Niihara	$K_{IC}$ Liang
S5PQA	$6,12 \pm 0,08$	$3,10 \pm 0,10$
S5PQB	$4,94 \pm 0,23$	$3,70 \pm 0,32$
(LIMA, 2006)	$7,40 \pm 0,27$	$5,29 \pm 0,27$
(RIBEIRO, 2014)*	-	$4,74 \pm 0,16$
(RIBEIRO, 2014)**	-	$4,48 \pm 0,25$

\* SiC + 10% (Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

\*\* SiC + 10% (Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

#### 4.7 ENSAIO BALÍSTICO

A avaliação do comportamento balístico do SiC em uma blindagem multicamada é inédita neste Instituto. Todavia, utilizou-se como referencial a experiência do grupo adquirida em alumina e o encontrado na revisão bibliográfica.

Submeteu-se o painel balístico do grupo III ao ensaio de profundidade de indentação na plastilina, sendo este o mais reforçado de todos possuindo 16 camadas de aramidas atrás da placa de SiC de 7 mm de espessura aproximadamente. Duas das três amostras deste grupo foram ensaiadas por este método e falharam. Como este painel foi perfurado pelo projétil, a profundidade da indentação não foi medida pelos critérios da NIJ-0101.06. A FIG. 4.26 evidencia a intensidade do trauma deixado na plastilina. No detalhe da figura identificou-se um desvio da trajetória do projétil, provocado pela interação com a blindagem. Neste mesmo local, pode ser encontrado um fragmento metálico.

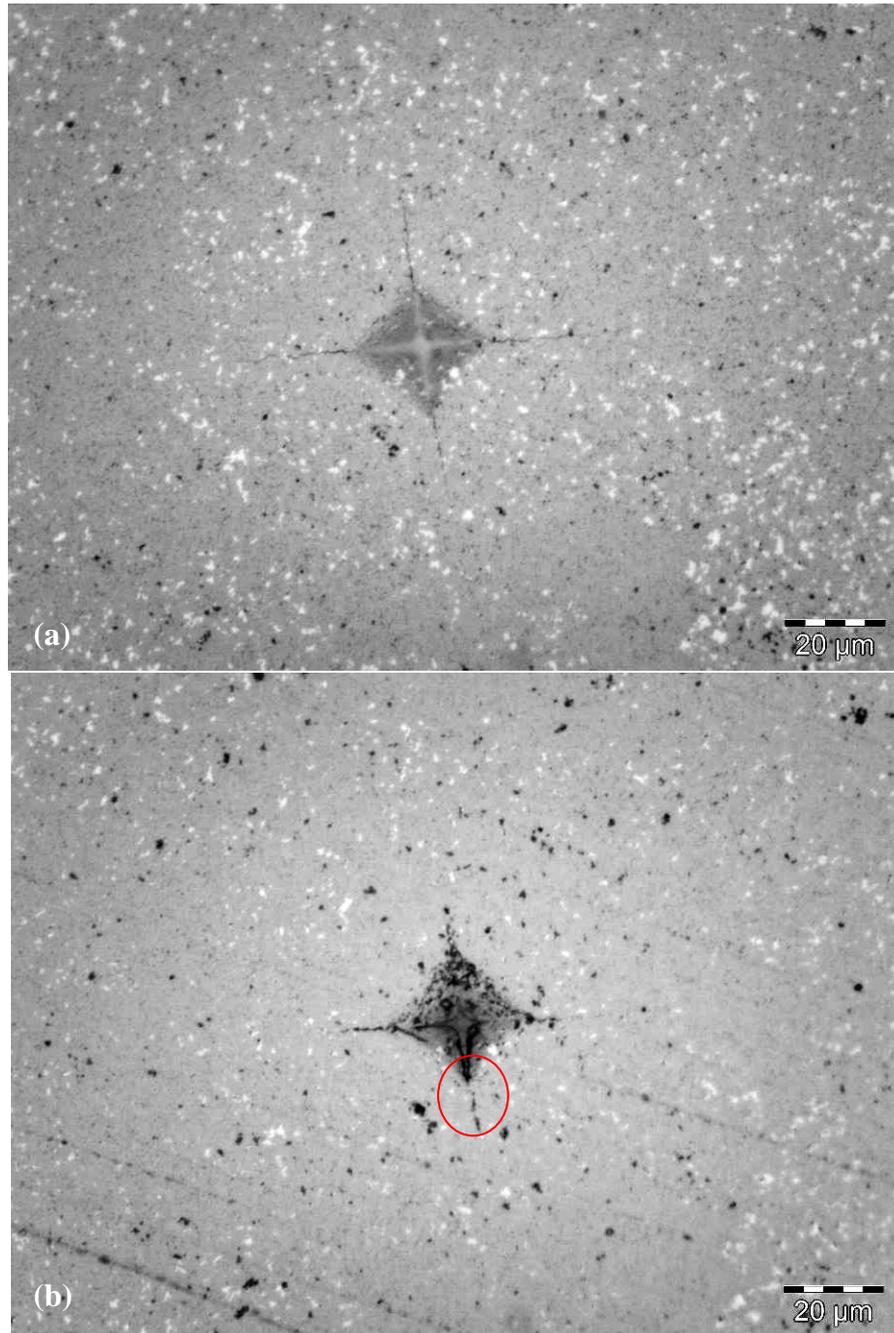


FIG. 4.25 Micrografia da indentação (a) antes e (b) após o polimento com pasta de diamante.

Pela FIG. 4.27, verifica-se que a placa cerâmica ficou estilhaçada em uma distribuição de tamanhos bem variados. Uma boa parte do projétil fragmentado foi encontrada retida dentro do painel, o que mostra a eficácia do SiC em quebrar e estilhaçar o projétil. Contudo, as camadas posteriores de aramida não foram suficientes para reter a nuvem de fragmentos.

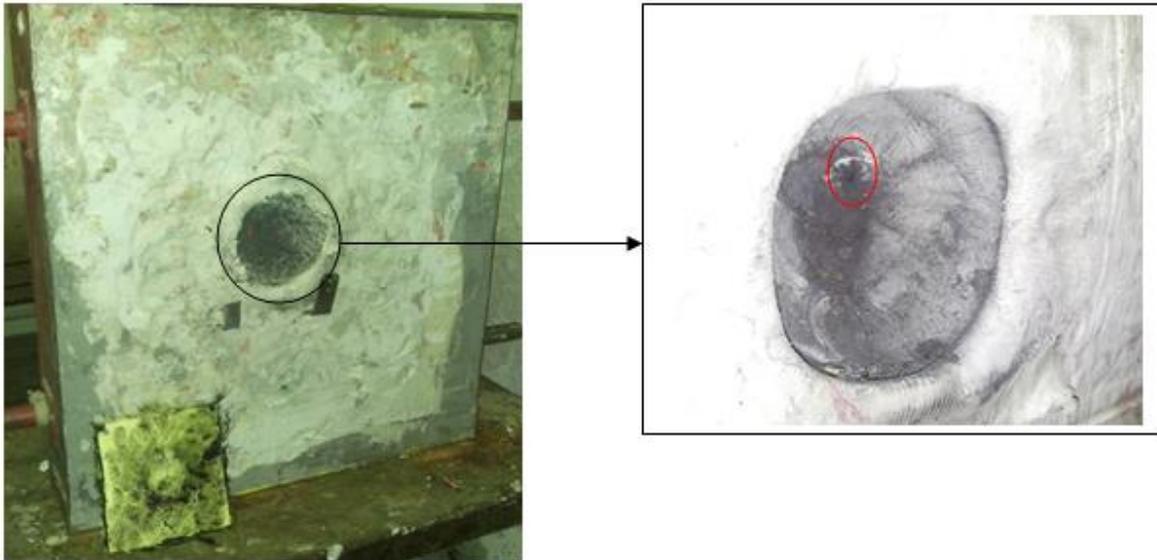


FIG. 4.26 Trauma deixado na plastilina mediante perfuração do projétil. No detalhe, evidências de desvio de trajetória.



FIG. 4.27 Painel balístico do grupo III aberto após o ensaio. Pedacos do projétil estão indicados.

Com os valores da velocidade de impacto ( $V_S$ ) e velocidade residual ( $V_R$ ) obtidos no ensaio de velocidade residual foi possível determinar a absorção de energia ( $E_L$ ), mostrados na TAB. 4.12. Pelo gráfico de barras, FIG. 4.28, observa-se que o maior e o menor percentual de absorção de energia está no grupo I, de 8 camadas. Devido ao pequeno número de amostras disponíveis para cada grupo, não foi possível observar diferença na absorção de energia relacionada em função do número de camadas (8, 12 e 16). Pequenos desvios no

ponto de impacto ou na velocidade de impacto podem incidir significativamente no resultado global do ensaio.

A FIG. 4.29 mostra fragmentos do projétil retirados dos painéis para avaliação de sua massa. Apesar de não haver diferença de energia absorvida entre os grupos, o gráfico da FIG. 30 permite observar um crescimento da massa retida em função do número de camadas. Na TAB. 4.13 estão discriminados todos os valores de massa medidos.

TAB. 4.12 Média dos valores da velocidade de impacto ( $V_S$ ), velocidade residual ( $V_R$ ), energia absorvida ( $E_L$ ).

	$V_S$ (m/s)	$V_R$ (m/s)	$E_L$ (J)	% $E_L$
<b>Grupo I</b>	841,52±10,04	515,59±158,36	2064±856	60±25
<b>Grupo II</b>	837,98±9,09	573,28±61,77	1800±394	53±11
<b>Grupo III</b>	833,79	535,312	1982	59

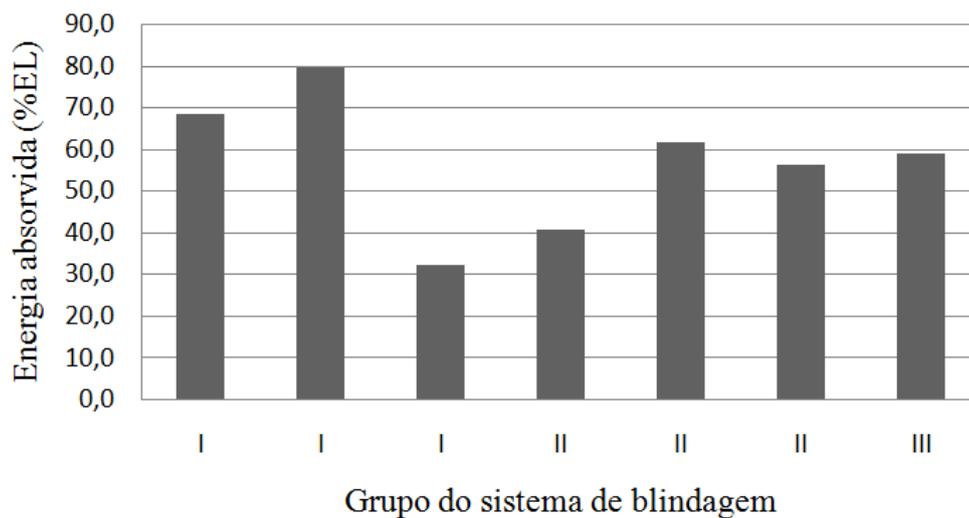


FIG. 4.28 Gráfico de absorção de energia em função do número de camadas.



FIG. 4.29 Fragmentos encontrados em painel com 16 camadas

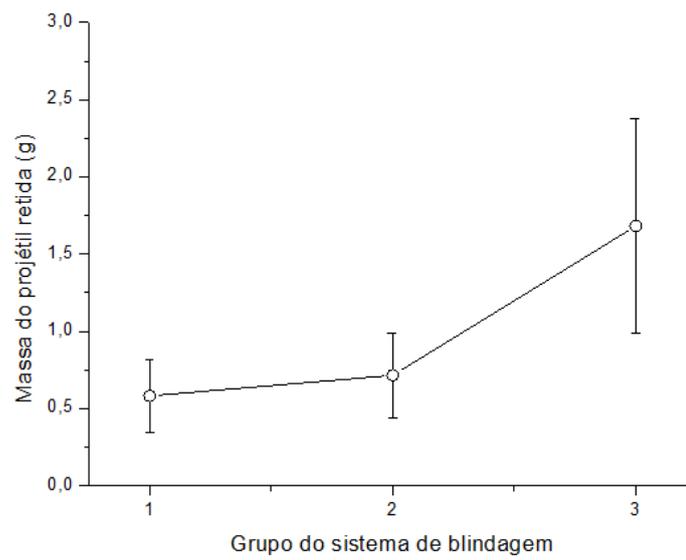


FIG. 4.30 Massa retida de projétil em função do número de camadas de aramida.

TAB. 4.13 Valores de massa retida do projétil para cada grupo analisado.

<b>Grupo</b>	<b>N° Camadas de Kevlar®</b>	<b>Massa do projétil (g)</b>
I	8	0,362
I	8	0,827
I	8	0,552
II	12	1,026
II	12	0,595
II	12	0,521
III	16	1,326
III	16	2,843
III	16	1,236

#### 4.8 SUPERFÍCIE DE FRATURA DO ENSAIO BALÍSTICO

Esta análise tem por objetivo a identificação do modo de fratura desenvolvido pelo impacto balístico. Os autores Chagas (2014) e Santos (2016) relatam que a fratura intergranular é preferível por dissipar mais energia, uma vez que o caminho percorrido pela trinca é maior ao contornar o grão.

Neste trabalho, as amostras fraturadas por martelamento para caracterização microestrutural apresentou o modo de fratura intergranular. Contudo, ao submeter o grupo 2S5H ao ensaio balístico observou-se fratura predominantemente transgranular. Na micrografia da FIG. 4.31 visualiza-se na superfície de fratura a presença de trincas perpendiculares à direção de carregamento, chamadas de secundárias, atravessando os grãos.

Liu (2013), ao avaliar o SiC sinterizado com 10% de  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ , constatou a ocorrência de fratura intergranular mediante carregamento estático e dinâmico (impacto balístico). Os aditivos formam fases que possuem coeficiente de expansão térmica diferentes do carbetto de silício, fazendo com que a trinca se propague entre os grãos. É provável que a quantidade de aditivos usados nesta pesquisa seja insuficiente para promover a fratura intergranular no ensaio balístico.

Outra possibilidade está relacionada ao comportamento dinâmico do material, pois a distância percorrida pelas ondas de choque e o tempo para sua reflexão é proporcional à espessura da placa. Ou seja, a espessura de 7,1 mm possibilitou que o pulso trativo encontrasse o compressivo precocemente, resultando em uma fratura transgranular.

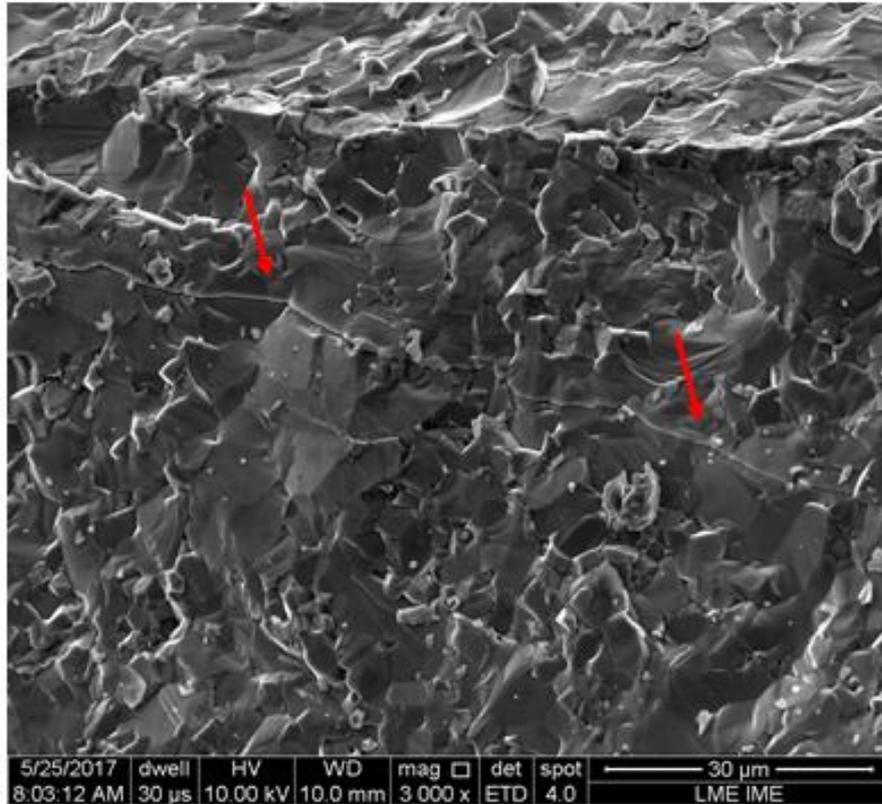


FIG. 4.31 Superfície de fratura do grupo III evidenciando trinca secundária.

## 5 CONCLUSÕES

Os pós de carbetto de silício, alumina e ítria utilizados no processamento deste trabalho estavam isentos de contaminação, possuindo tamanho de partícula, densidade aparente e pureza compatíveis ao informado pelos respectivos fabricantes. Não se percebeu diferença no comportamento de compactação entre o pó de SiC como recebido e as misturas S1 e S5. Porém, ao incorporar 1,5% em massa de PVA, houve melhoras significativas no processo de conformação dos pós.

Constatou-se que a partir de 120 MPa de pressão, obteve-se a estabilização de um patamar na curva de compactação destes pós. A prensagem uniaxial introduziu defeitos internos nas amostras cilíndricas que não puderam ser corrigidos na etapa de compactação isostática, resultando na fratura das mesmas após a sinterização. Contudo, processo semelhante aplicado à fabricação das placas hexagonais mostrou-se adequado. A principal diferença entre a prensagem da amostra cilíndrica e a placa hexagonal foi o percentual de redução volumétrica, que foi maior na primeira, intensificando a geração do gradiente de tensões. O que confirma a restrição do uso de matrizes de simples ação para as condições de aplicação em questão.

O estudo da prensagem a quente em 1800 e 1850 °C teve por objetivo avaliar a influência do percentual de aditivos (1 e 5%) na sinterização do SiC. Considerando a avaliação das propriedades físicas (densidade e porosidade aparente), mecânicas (dureza e tenacidade à fratura) e microestruturais, verificou-se que a aditivção de 5% em peso é significativamente superior que 1% para proporcionar densificação, devido a maior formação de fase líquida. O mesmo comportamento pode ser observado na sinterização sem pressão de placas hexagonais (2S5H), em que foi possível obter dureza superior (30,4 GPa) e módulo de elasticidade (383,6 GPa) compatível ao indicado na literatura. Uma elevada perda de massa foi caracterizada na sinterização sem pressão, em virtude da volatilização do ligante (1,5% em massa) e dos aditivos óxidos, que foi acentuada pela temperatura de 1950 °C e por utilizar pós nanométricos, os quais são mais reativos que os pós micrométricos comumente utilizados. Por outro lado, a retração volumétrica mostrou-se entre os limites pesquisados.

O método desenvolvido nesta dissertação para avaliação das propriedades elásticas das placas hexagonais pela técnica de excitação por impulso, seção 3.6.1, mostrou-se eficaz. De

modo que os resultados encontrados neste trabalho aproximaram ao de Mello (2014), que se utilizou da mesma técnica.

A caracterização microestrutural por MEV, além de mostrar o grau de densificação, evidenciou o crescimento de grão associado ao aumento de 1800 para 1850 °C na prensagem a quente. E, que devido a porosidade interna visualizadas nas amostras S1H, S5H, S1PQA e S1PQB, não foi possível obter reflexão especular após preparação ceramográfica. Nesta caracterização, o modo de fratura encontrado foi predominantemente intergranular para todos os grupos.

Entretanto, 2S5H, depois de submetido ao ensaio balístico, devido a natureza dinâmica do carregamento, desenvolveu fratura transgranular, que absorve menos energia. Observa-se que o pulso de onda compressivo ao chegar à interface torna-se trativo, encontrando-se com o pulso compressivo, estilhaçando a cerâmica. A pequena espessura da placa (7,1 mm) permitiu pouca propagação da onda plástica compressiva, alterando o modo de fratura. Outra possibilidade está no fato que 5% de aditivos não ser suficiente para alterar o modo de fratura no ensaio balístico. De igual modo, a elevada taxa de aquecimento desde a temperatura ambiente pode ter dificultado a evaporação do ligante, contribuindo para um desempenho aquém do esperado.

Os procedimentos de ceramografia adotados mostraram-se eficientes em preparar amostras de SiC para a correta medição da dureza Vickers, e para determinação da tenacidade à fratura pela propagação de trincas radiais a partir da indentação.

O comportamento balístico dos painéis montados com SiC e Kevlar® pode ser determinado. Porém, a placa cerâmica de SiC (41 g) juntamente com 16 camadas (8,0 mm) de aramida não foram capazes de reter completamente o projétil 7,62 x 51 mm a uma velocidade superior a 830 m/s. Contudo, verificou-se o aumento da fração mássica do projétil retido em função do número de camadas pelo ensaio de velocidade residual. Aumentando a espessura da placa de SiC e o número de camadas de aramida, provavelmente, seria possível absorver totalmente a energia do impacto. Este modelo de painel possui uma baixa densidade de área por não conter chapa metálica em sua composição, o que motiva o seu desenvolvimento voltado para uso em coletes.

Conclui-se, portanto, ser possível produzir placas balísticas cerâmicas a partir do pó nanométrico de SiC. Entretanto, em virtude dos resultados obtidos e das discussões impostas, é necessário um estudo mais aprofundado da sinterização deste pó, tendo em vista seu comportamento diferenciado em relação ao SiC micrométrico.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Avaliar outras condições de sinterização com aditivação entre 5 e 10% em peso de alumina e ítria, diminuindo a temperatura e/ou tempo de patamar, verificando também o modo de fratura.

Produzir placas balísticas por prensagem uniaxial e isostática.

Sinterizar utilizando leito de pó com mesma composição do corpo verde, a fim de reduzir a perda de massa.

Aumentar espessura da placa balística de SiC para 10 mm e o número de camadas de aramida para 20, e verificar a profundidade de indentação na plastilina.

Avaliar outros aditivos que possam favorecer fratura intergranular no impacto balístico.

Determinação do limite balístico pelo ensaio  $V_{50}$ .

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACHESON, E. G., Carborundum: Its history, manufacture and uses. **Journal of the Franklin Institute**, v. 136, n. 4, p. 279-289, 1893.
- ALBERO, J. L. A., A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 5, p. 23-28, 2000.
- ALVES, J. T.; ASSIS, J. M. T.; MELO, F. C. L.; LOPES, C. M. A., Produção e caracterização de cerâmicas para blindagem balística. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 2010.
- ASMANI, M., et al. **Influence of porosity on young's modulus and poisson's ratio in alumina ceramics**. *Journal of the European Ceramic Society*, v 21, pp. 1081-1086, 2001.
- ASTM C1327-15, Standard Test Methods for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics, **ASTM**, 2015.
- BARSOUM, M. W. Fundamentals of ceramics. 2003. **Inst. of Physics Pub.**
- BAUD, S. et al. High temperature sintering of SiC with oxide additives: I. Analysis in the SiC–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and SiC–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> systems. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 1, p. 1-8, 2003.
- BELTRÃO, M. S. S., **Avaliação dos Parâmetros Morfométricos de Cerâmicas Celulares Obtidas a Partir de Polímeros Organometálicos**, Tese de Doutorado, UFRJ, 2011.
- BEREZOWSKI, L. R.; NETO, C.D.M.; MELO, F.C.L.D., Avaliação da resistência mecânica de cerâmicas à base de carbetto de silício. **Instituto de Aeronáutica–Divisão de Engenharia Mecânica–Aeronáutica. São José dos Campos–SP**, 2002.
- BRENNAN, R. E., **Ultrasonic nondestructive evaluation of armor ceramics**. Rutgers The State University of New Jersey-New Brunswick, 2007.

- BRENNAN, R. E., et al., Ultrasonic Evaluation of High-Density Silicon Carbide Ceramics. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 5, n. 2, p. 210-218, 2008.
- BRITANNICA; Disponível em: <https://global.britannica.com/science/silicon-carbide> [capturado em 10/11/2016].
- CASADY, J. B.; JOHNSON, R. Wayne. Status of silicon carbide (SiC) as a wide-bandgap semiconductor for high-temperature applications: A review. **Solid-State Electronics**, v. 39, n. 10, p. 1409-1422, 1996.
- CABRAL, R. F.; LIMA, E. S.; LOURO, L.H.L; DA SILVA, M. H. P.; DE CAMPOS, J. B. Formação do compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG aditivado com Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. **RMCT**, 2012.
- CARBON; Disponível em: <http://www.carbon.co.jp> [capturado em 05/06/2017].
- CGEE, **Materiais avançados no Brasil 2010-2022**. Brasília, 2010.
- CHAGAS, C. F. M., Minimização do efeito de aresta em blindagem cerâmica à base de alumina, **Tese de Doutorado**, IME, 2014.
- COUTINHO, A. C. S. Influencia da Adição de Carbetos (NbC, TaC, SiC e TiC) Na Sinterização de Cerâmicas a Base de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. **Doutorado em ciências dos materiais - IPEN**, 2005.
- CROUCH, I. G.; KESHARAJU, M.; NAGARAJAH, R. Characterisation, significance and detection of manufacturing defects in Reaction Sintered Silicon Carbide armour materials. **Ceramics International**, v. 41, n. 9, p. 11581-11591, 2015.
- DA SILVA, A. G. P.; JÚNIOR, C. A. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. **Cerâmica**, v. 44, n. 289, 1998.
- DA SILVA, M. V. et al. Ceramic armors for ballistic applications: a review. **Cerâmica**, v. 60, n. 355, p. 323-331, 2014.
- DE BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, v. 3, p. 204-211, 2008.

- DE CARVALHO, M. T.; MELO, F. C. L.; STRECKER, K.; DA SILVA, C. R. M. Estudo da Sinterização do Carbetto de Silício por Prensagem a Quente. **Congresso Brasileiro de Cerâmica**, 1999.
- EOM, J-H. et al. Microstructure and properties of porous silicon carbide ceramics fabricated by carbothermal reduction and subsequent sintering process. **Materials Science and Engineering: A**, v. 464, n. 1, p. 129-134, 2007.
- FURQUAN, M. et al. Carbothermal reduction of beach sand to graphite silicate and silicon carbide. **Materials Today: Proceedings**, v. 3, n. 8, p. 2672-2678, 2016.
- GERMAN, R. M.; SURI, P.; PARK, S. J., Review: liquid phase sintering. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 1, p. 1-39, 2009.
- GODOY, A. L. E.; BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. SiC: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> based ceramics with addition of precursor polymers. **Cerâmica**, v. 54, n. 329, p. 110-119, 2008.
- GONCALVES, D. C. et al . Microstructural Characterization and Influence of Ceramography Method on the Microhardness of Sintering Agents Added Silicon Carbide. **Materials Research**, São Carlos, 2017 .
- GUO, X. et al. Preparation of SiC powders by carbothermal reduction with bamboo charcoal as renewable carbon source. **Journal of Advanced Ceramics**, v. 2, n. 2, p. 128, 2013.
- GUPTA, G. S. et al. Heat-transfer model for the acheson process. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, n. 6, p. 1301-1308, 2001.
- HAFIZPOUR, H. R.; SIMCHI, A.; PARVIZI, S. Analysis of the compaction behavior of Al–SiC nanocomposites using linear and non-linear compaction equations. **Advanced Powder Technology**, v. 21, n. 3, p. 273-278, 2010.
- IZHEVSKYI, V. A. et al. Review article: silicon carbide. Structure, properties and processing. **Cerâmica**, v. 46, n. 297, p. 4-13, 2000.
- IZHEVSKYI, V. A. et al. Liquid phase sintered SiC ceramics from starting materials of different grade. **Cerâmica**, v. 50, n. 315, p. 261-267, 2004.
- JEONG, S-M. et al. Synthesis of  $\alpha$ -SiC from tetramethylsilane by chemical vapor deposition at high temperature. **Applied Physics Express**, v. 7, n. 2, p. 025501, 2014.

- KRSTIC, V. D. Production of Fine, High-Purity Beta Silicon Carbide Powders. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 75, n. 1, p. 170-174, 1992.
- LARA, A. et al. Densification of additive-free polycrystalline  $\beta$ -SiC by spark-plasma sintering. **Ceramics International**, v. 38, n. 1, p. 45-53, 2012.
- LIANG, K. M., ORANGE, G., FANTOZZI, G., **Evaluation by Indentation of Fracture Toughness of Ceramics**, Journal of Materials Science, v. 25, p. 207-14, 1990.
- LIMA, E. S. et al. Produção de Carbetto de Silício por SHS. **RMCT**, 1997.
- LIMA, E. S., Sinterização do SiC com adição do compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG, **Tese de Doutorado**, IME, 2006.
- LIU, C-Y.; TUAN, W-H.; CHEN, S-C., Ballistic performance of liquid-phase sintered silicon carbide. **Ceramics International**, v. 39, n. 7, p. 8253-8259, 2013.
- LORRETTE, C.; RÉAU, A.; BRIOTTET, L., Mechanical properties of nanostructured silicon carbide consolidated by spark plasma sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 33, n. 1, p. 147-156, 2013.
- MEDVEDOVSKI, E., Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. Part 1. **Ceramics International**, v. 36, n. 7, p. 2103-2115, 2010.
- MERZHANOV, A. G., **The Chemistry of Self-Propagating High Temperature Synthesis**, Journal of Materials Chemistry, v. 14, p. 1779, 2004.
- MELO, R. M.; BRESSIANI, A. H. A., Avaliação do módulo de elasticidade de SiC+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> submetido a choque térmico. **Congresso Brasileiro de Cerâmica**, 2014.
- MEYERS, M. A. **Dynamic behavior of materials**. John wiley & sons, 1994.
- MOISSAN, H. Nouvelles recherches sur la météorité de Cañon Diablo. **Comptes rendus**, n. 139: 773-86, 1904 Disponível online em: <http://gallica.bnf.fr/ark:/12148/bpt6k30930/f773.table> [acessado em 10/11/2016].
- MONTEIRO, S. N. et al. Promising curaua fiber-reinforced polyester composite for high-impact ballistic multilayered armor. **Polymer Engineering & Science**, 2016.

- MONTEIRO, S. N. et al. Sugarcane bagasse waste in composites for multilayered armor. **European Polymer Journal**, v. 78, p. 173-185, 2016.
- MONTEIRO, S. N. et al. Novel ballistic ramie fabric composite competing with Kevlar™ fabric in multilayered armor. **Materials & Design**, v. 96, p. 263-269, 2016.
- MORAES, M. C. C. S. B., Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos de alumina-zircônia para próteses dentárias, **Tese de Doutorado**, IME, 2004.
- MORYE, S. S. et al. Modelling of the energy absorption by polymer composites upon ballistic impact. **Composites Science and Technology**, v. 60, n. 14, p. 2631-2642, 2000.
- NARAYAN, J. et al. Mechanism of combustion synthesis of silicon carbide. **Journal of applied physics**, v. 75, n. 11, p. 7252-7257, 1994.
- NIIHARA, K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. **Journal of materials science letters**, v. 2, n. 5, p. 221-223, 1983.
- OMORI, M.; TAKEI, H. Pressureless sintering of SiC. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 65, n. 6, 1982.
- ORANGE, G.; TANAKA, H.; FANTOZZI, G.. Fracture toughness of pressureless sintered silicon carbide: A comparison of K<sub>1c</sub> measurement methods. **Ceramics International**, v. 13, n. 3, p. 159-165, 1987.
- PARTHASARATHY, T.; MAH, T.; MATSON, L. E. Processing, structure and properties of alumina-YAG eutectic composites. **Journal of Ceramic Processing & Research**, v. 5, n. 4, p. 380-390, 2004.
- RADOVANOVIC, E., **Utilização de Polímeros de Silício como Precursores de SiC e SiC<sub>x</sub>O<sub>y</sub> na Obtenção de Compósitos Contendo Fibras de Carbono**, Tese de Doutorado -Universidade Estadual de Campinas -Instituto de Química, 2000.
- REED, J. S., Principles of Ceramics Processing, **John Wiley & Sons**, 1995.
- RIBEIRO, S.; RIBEIRO, G. C.; RODRIGUES, J. A. Tenacidade à fratura de cerâmicas de carbeto de silício, alumina e argila vermelha pelos métodos IF e SEVNB (Fracture toughness of silicon carbide, alumina and red clay based ceramics by IF and SEVNB methods). **Cerâmica**, v. 60, p. 509-515, 2014.

- ROGOWSKI, J.; KUBIAK, A.; ANDRZEJCZUK, M. Carbothermal reduction of SiO<sub>2</sub> promoted with tungsten and morphology of WC-W<sub>2</sub>C-β-SiC nanostructured composite material. **Applied Surface Science**, v. 359, p. 177-187, 2015.
- SANTOS, M. A. P., Processamento e Caracterização de Carbetos de Silício Nacional, **Tese de Doutorado**, UFRJ/COPPE, 2003.
- SANTOS, S. A. S., Sinterização do SiC aditivado com pós nanométricos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, **Tese de Doutorado**, IME, 2011.
- SANTOS, C. N. Estudo de cerâmicas de SiC e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tratadas por expansor de plasma de nitrogênio, **Tese de Doutorado**, UNESP, 2012.
- SANTOS, J. L., Comportamento balístico de componente cerâmico à base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-LiF, **Tese de Doutorado**, IME, 2016.
- SANTOS, H. E. S. dos, Propriedades ópticas e mecânicas da zircônia (y-tzp) de translucidez melhorada com e sem a adição de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, **Tese de Doutorado**, IME, 2017.
- SILVA, A. G. P.; JÚNIOR, C. A. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, v. 44, n. 290, p. 225-232, 1998.
- SRINIVASAN, M. The silicon carbide family of structural ceramics. **Treatise on materials science and technology**, v. 29, p. 99-159, 1989.
- SSNANO; Disponível em: [http://www.ssnano.com/inc/sdetail/silicon\\_carbide\\_nanoparticles\\_\\_nanopowder\\_\\_sic\\_\\_9\\_0\\_\\_\\_40nm\\_\\_beta\\_/284](http://www.ssnano.com/inc/sdetail/silicon_carbide_nanoparticles__nanopowder__sic__9_0___40nm__beta_/284) [capturado em 05/06/2017].
- SWIHART, M. T. Vapor-phase synthesis of nanoparticles. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 8, n. 1, p. 127-133, 2003.
- TANG, C. C. et al. SiC and its bicrystalline nanowires with uniform BN coatings. **Applied physics letters**, v. 80, n. 24, p. 4641-4643, 2002.
- TRINDADE, W., Influência da geometria e da microestrutura no comportamento dinâmico da alumina aditivada com nióbia, **Tese de Doutorado**, IME, 2012.

USGS, Mineral Commodity Summaries, January 2016. **Abrasives (Manufactured)**. Disponível em: <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/abrasives/mcs-2016-abras.pdf> [Capturado em: 16/09/2016].

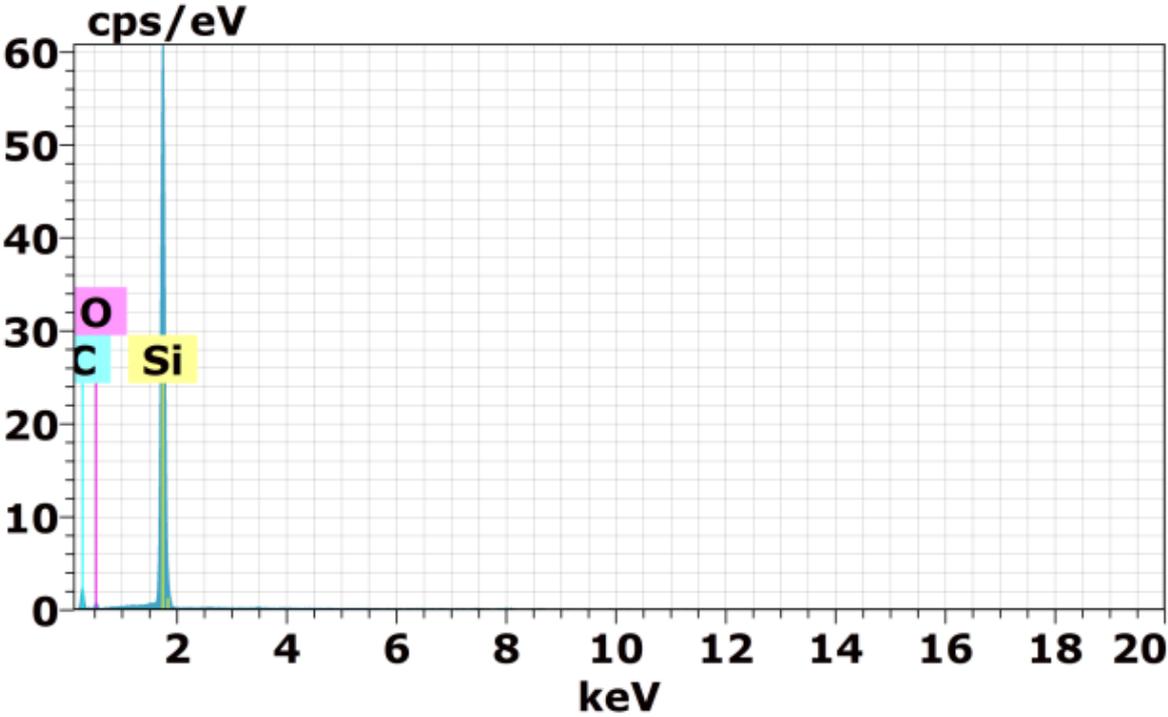
YADAV, S.; RAVICHANDRAN, G. Penetration resistance of laminated ceramic/polymer structures. **International Journal of Impact Engineering**, v. 28, n. 5, p. 557-574, 2003.

YAO, Y.; LEE, S. T.; LI, F. H. Direct synthesis of 2H-SiC nanowhiskers. **Chemical physics letters**, v. 381, n. 5, p. 628-633, 2003.

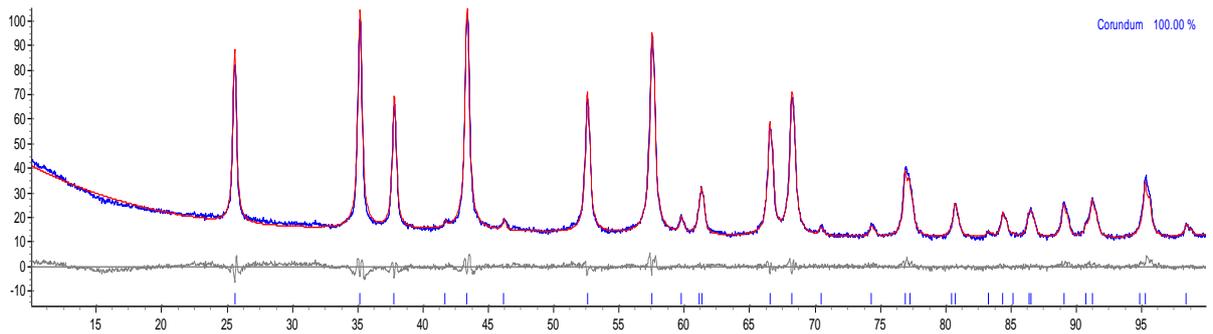
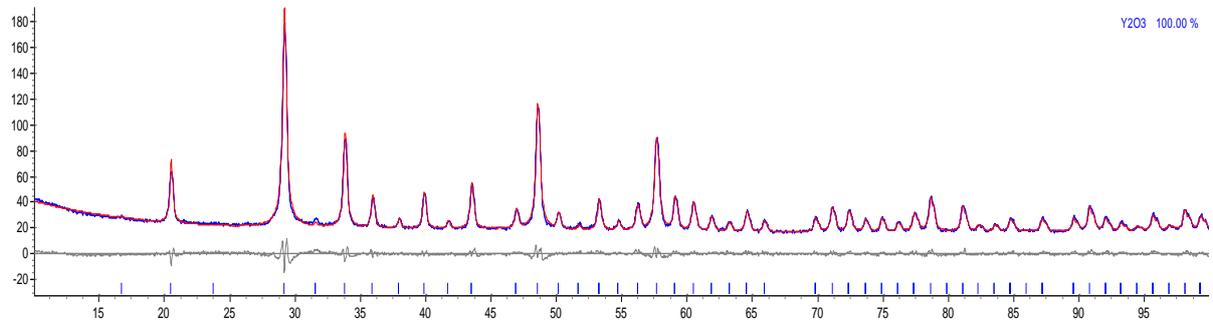
YASUDA, Hideyuki et al. Selection of eutectic systems in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics. **Science and Technology of Advanced materials**, v. 2, n. 1, p. 67-71, 2001.

## **8 APÊNDICES**

8.1 APÊNDICE 1: ESPECTRO DE EDS DO SIC COMO RECEBIDO



## 8.2 APÊNDICE 2: DIFRATOGRAMA DOS ADITIVOS COMO RECEBIDOS



### 8.3 APÊNDICE 3: RESULTADO DISCRIMINADO DAS CURVAS DE COMPACTAÇÃO

#### SiC PURO (SP)

<b>Pressão (MPa)</b>	<b>Carga (kN)</b>	<b>Massa de pó (g)</b>	<b>Altura media do CV* (cm)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade (%)</b>
11,3	2	1,97	1,068	1,04	32,52
22,6	4	1,98	0,957	1,17	36,50
22,6	4	2,01	0,950	1,20	37,32
34,0	6	1,98	0,895	1,25	39,02
45,3	8	1,98	0,868	1,29	40,22
56,6	10	1,94	0,818	1,34	41,81
67,9	12	2,02	0,825	1,39	43,19
79,3	14	1,99	0,802	1,41	43,78
90,6	16	2,03	0,795	1,45	45,04
90,6	16	1,96	0,782	1,42	44,23
101,9	18	2,00	0,790	1,43	44,65
101,9	18	1,98	0,782	1,43	44,68
113,2	20	2,23	0,880	1,43	44,70
113,2	20	1,97	0,743	1,50	46,74
124,6	22	1,94	0,748	1,47	45,72
135,9	24	1,99	0,768	1,47	45,68
147,2	26	1,94	0,727	1,51	47,09
158,5	28	2,00	0,748	1,51	47,14
169,9	30	1,94	0,728	1,51	46,98

\* CV - Corpo verde

### MISTURA S5

<b>Pressão (MPa)</b>	<b>Carga (kN)</b>	<b>Massa de pó (g)</b>	<b>Altura média do CV* (cm)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade (%)</b>
113,2	20	1,97	0,740	1,51	46,09
113,2	20	2,01	0,752	1,51	46,30
113,2	20	1,98	0,748	1,50	45,81
113,2	20	1,98	0,745	1,50	46,02
113,2	20	1,98	0,748	1,50	45,83
90,6	16	1,98	0,745	1,50	46,02
90,6	16	1,98	0,763	1,47	44,91
90,6	16	2,01	0,775	1,47	44,90
90,6	16	1,96	0,772	1,44	43,98
90,6	16	2,00	0,783	1,45	44,21
90,6	16	1,99	0,765	1,47	45,04
67,9	12	1,98	0,818	1,37	41,89
67,9	12	1,96	0,800	1,39	42,42
67,9	12	1,92	0,795	1,37	41,82
54,8	10	1,95	0,818	1,35	41,26
54,8	10	1,80	0,750	1,36	41,55
54,8	10	2,01	0,845	1,35	41,19
55,1	10	1,95	0,830	1,33	40,68
54,8	10	2,01	0,830	1,37	41,93
43,8	8	1,96	0,848	1,31	40,04
44,1	8	1,97	0,853	1,31	40,01
43,8	8	1,97	0,865	1,29	39,43
43,8	8	1,97	0,855	1,30	39,89
43,8	8	1,96	0,845	1,31	40,16
33,1	6	1,97	0,885	1,26	38,54
32,9	6	1,97	0,900	1,24	37,90
33,1	6	1,93	0,895	1,22	37,34
32,9	6	1,98	0,945	1,19	36,28
33,1	6	1,98	0,925	1,21	37,06

\* CV - Corpo verde

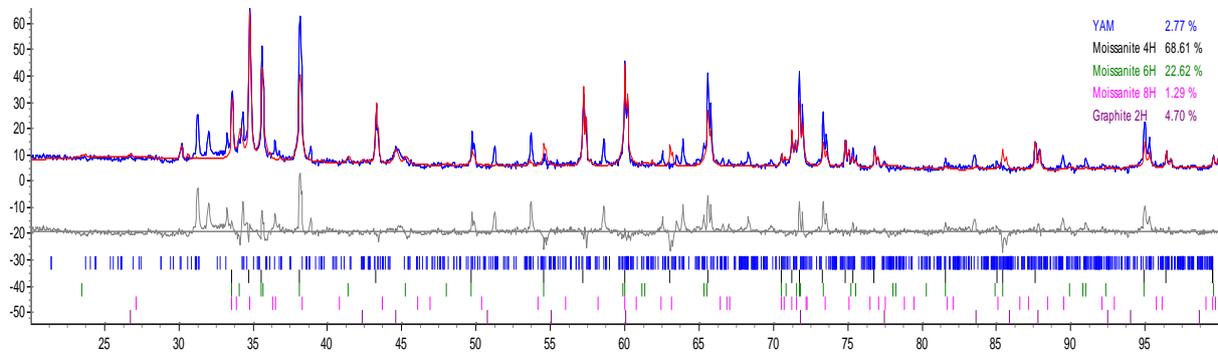
### MISTURA S1

<b>Pressão (MPa)</b>	<b>Carga (kN)</b>	<b>Massa de pó (g)</b>	<b>Altura média do CV* (cm)</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Densidade (%)</b>
54,8	10	1,98	0,830	1,35	41,94
54,8	10	2,03	0,850	1,35	41,99
54,8	10	1,98	0,835	1,34	41,69
54,8	10	2,01	0,850	1,34	41,58
54,8	10	2,01	0,845	1,35	41,82
43,5	8	2,06	0,890	1,31	40,70
43,8	8	2,03	0,880	1,31	40,56
44,1	8	2,00	0,860	1,32	40,89
43,8	8	1,99	0,870	1,30	40,22
43,8	8	1,96	0,870	1,28	39,61
32,7	6	2,04	0,920	1,26	38,99
32,9	6	2,01	0,910	1,25	38,84
33,1	6	1,99	0,890	1,27	39,31
32,9	6	2,01	0,900	1,26	39,27
33,1	6	1,97	0,900	1,24	38,49

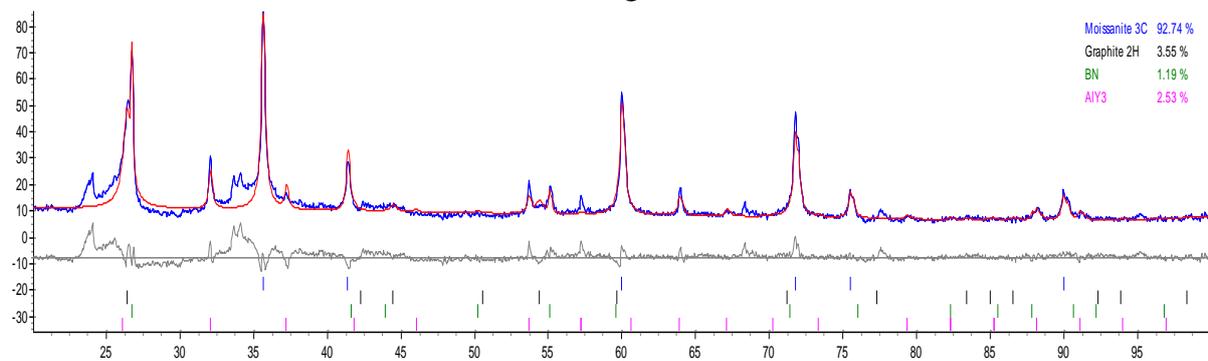
\* CV - Corpo verde

## 8.4 APÊNDICE 4: DIFRATOGRAMA DOS CORPOS SINTERIZADOS

### 2S5H



### S5PQA



### S5PQB

