MINISTÉRIO DA DEFESA EXÉRCITO BRASILEIRO DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

SHANELY DA SILVA RIBEIRO

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PLACAS BALÍSTICAS À BASE DE CARBETO DE SILÍCIO E ALUMINA

RIO DE JANEIRO 2024

SHANELY DA SILVA RIBEIRO

Produção e Caracterização de Placas Balísticas à Base de Carbeto de Silício e Alumina

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador(es): Eduardo de Sousa Lima e Altair Sória Pereira.

Aprovada em 27 de maio de 2024, pela seguinte banca examinadora:

Eduardo S. lima Prof. Eduardo de Sousa Lima - D.Sc. do IME - Presidente Aund Prof. Altair Sória Pereira - D.Sc. do UFRGS Prof. José Brant de Campos - D.Sc. da UERJ hi Prof. Marcelo Henrique Prado da Silva - D.Sc. do IME Rio de Janeiro

2024

©2024 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, microfilmar 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).

> Ribeiro, Shanely da Silva. Produção e Caracterização de Placas Balísticas à Base de Carbeto de Silício e Alumina / Shanely da Silva Ribeiro. – Rio de Janeiro, 2024. 90 f.

Orientador(es): Eduardo de Sousa Lima e Altair Sória Pereira.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência e Engenharia de Materiais, 2024.

1. carbeto de silício; alumina; compósito. i. Sousa Lima, Eduardo de (orient.) ii. Sória Pereira, Altair (orient.) iii. Título

 $Dedico\ esse\ trabalho\ aos\ meus\ amados\ pais\ e\ av{os}.$

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, quero agradecer a Deus, o maior responsável por tudo que tenho e consigo, principalmente, pelo meu caminho trilhado até aqui.

Agradeço aos meus pais, Olenilde *(in memorian)* e Roseane, por toda paciência e apoio, por nunca desistirem de mim. Mesmo com toda dificuldade conseguiram acreditar em mim, mesmo quando eu não confiava na minha capacidade e força. Obrigada por todo amor e esforço de sempre, amo vocês. E pai, mais uma vez e sempre, todos os meus trabalhos serão dedicados a você, mesmo que não estejas aqui - fisicamente - sei que onde estiver, estarás vendo e torcendo, estou morrendo de saudades.

Aos meus avós, Edir e Jorge, por toda a preocupação e torcida, que mesmo sem entender muitos dos meus estresses diários, estão sempre ao meu lado.

Ao meu companheiro que me deu conforto, me escutou com atenção e trilhou, junto comigo, o caminho para que eu chegasse até aqui.

Ao meu orientador, Professor Dr. Eduardo de Sousa Lima, expresso meus agradecimentos pelas explicações elucidativas, sabedoria e auxílio nessa jornada pelo conhecimento.

Ao meu coorientador, Professor Altair Sória Pereira pela colaboração e sugestões e disponibilidade de seu conhecimento, sendo fundamentais para a melhoria desse projeto.

À FAPERJ, FINEP, CNPq, CAPES, IME e PROEX pelo auxílio recebido e toda infra estrutura disponibilizada para a execução da pesquisa.

À CETARCH, pela parceria, ensinamento, infraestrutura e atenção para o desenvolvimento da presente pesquisa. Que possamos juntos trilhar diversos e novos caminhos no futuro.

À FIVEN, pela disponibilização do pó comercial para testes preliminares realizados e a colaboração e parceria.

Agradeço aos meus colegas da Seção de Engenharia de Materiais e do Instituto Militar de Engenharia, que me auxiliaram e estiveram sempre ao meu lado para me direcionar a trilhar o melhor caminho.

"Não menospreze nossos poderes: tentamos conquistar o infinito. (Robert Frost, 'Kitty Hawk')

RESUMO

O carbeto de silício vem ganhando destacado interesse nas pesquisas e em vários setores industriais devido a sua ampla gama de aplicações em virtude de sua alta dureza, grande resistência mecânica e baixa densidade. A alumina, por outro lado, é um material mais empregado comercialmente em função de sua alta resistência à abrasão e baixo custo. Compósitos com proporções de 40 e 60% em peso de alumina em carbeto de silício não foram descritos na literatura, sendo uma nova possibilidade de eixo e diversificação das aplicações. No presente trabalho, foi possível desenvolver a produção desses compósitos e analisar as suas propriedades, bem como o seu desempenho balístico. A motivação do estudo é melhorar as placas cerâmicas obtidas pela possibilidade de diminuição do seu peso em coletes balísticos e otimização de suas propriedades. Ocorreu a confecção dos corpos verdes hexagonais para sinterização em atmosfera oxidante com patamar aproximado de 1800 °C. Foram realizados ensaios físicos e mecânicos dos compósitos obtidos, dentre eles análise de microscopia eletrônica de varredura, difração de raios X, ensaio de flexão e, dureza Rockwell, dentre outros. Os compósitos obtiveram valores entre 50 - 62 HRA. No ensaio de flexão a alumina obteve valor de 250 MPa, ambos resultados condizentes com o estado da arte. Os Sistemas de Blindagem Multicamada (SBM) comumente possuem camadas formadas por liga de alumínio, compósito com fibras naturais ou aramida e cerâmica. O presente estudo possibilita a adaptação para um novo sistema, no qual a camada de alumínio será de aço inox e a de compósito, com emprego de poliuretano para fixação do inserto cerâmico. Os testes balísticos foram realizados no Centro de Avaliações do Exército (CAEx) segundo a NIJ 0101.04, medindo velocidade residual, energia absorvida e profundidade de penetração (backface signature). Foi desenvolvida uma metodologia para avaliar o dano causado pelo projétil em caso de não perfuração total na avaliação da velocidade residual, denominado neste estudo de Penetrabilidade. Os testes preliminares com alumina, com teor de pureza em torno de 99% resultaram em valor de energia absorvida de aproximadamente 1,20 kJ. O ensaio de backface signature para amostras de carbeto de silício resultou em valores entre de 18 e 33 mm. A velocidade residual média encontrada para os corpos de prova foi de 450 m/s, com energia absorvida de 2,45 kJ. Testes realizados na presente pesquisa empregaram a técnica de cintamento, na qual foi envolto um fio no corpo cerâmico para simular a placa *standalone*. Os valores de velocidade residual (470 m/s) e de energia absorvida (2,30 kJ) revelaram que a técnica empregada não foi eficaz em comparação com os testes sem cintamento. Este trabalho produziu materiais compósitos adequados para aplicação balística com propriedades mecânicas compatíveis com os valores encontrados na literatura, sendo promissor para a indústria de defesa em virtude de seu desempenho.

Palavras-chave: carbeto de silício; alumina; compósito.Carbeto de silício; Alumina, Compósito.

ABSTRACT

Silicon carbide has been gaining significant interest in research and in various industrial sectors due to its wide range of applications due to its high hardness, great mechanical resistance and low density. Alumina, on the other hand, is a material most commonly used commercially due to its high resistance to abrasion and low cost. Composites with proportions of 40 and 60% by weight of alumina in silicon carbide have not been described in the literature, representing a new possibility of axis and diversification of applications. In the present work, it was possible to develop the production of these composites and analyze their properties, as well as their ballistic performance. The motivation of the study is to improve the ceramic plates obtained by reducing their weight in ballistic vests and optimizing their properties. The hexagonal green bodies were manufactured for sintering in an oxidizing atmosphere at approximately 1800 °C. Physical and mechanical tests were carried out on the obtained composites, including scanning electron microscopy analysis, X-ray diffraction, bending test and Rockwell hardness, among others. The composites obtained values between 50 - 62 HRA. In the bending test, the alumina obtained a value of 250 MPa, both results consistent with the state of the art. Multilayer Armor Systems (SBM) commonly have layers formed by aluminum alloy, composite with natural fibers or aramid and ceramic. The present study makes it possible to adapt to a new system, in which the aluminum layer will be made of stainless steel and the layer will be made of composite, using polyurethane to fix the ceramic insert. Ballistic tests were carried out at the Army Assessment Center (CAEx) in accordance with NIJ 0101.04, measuring residual velocity, absorbed energy and depth of penetration (backface signature). A methodology was developed to evaluate the damage caused by the projectile in the event of complete non-perforation in the assessment of residual velocity, called Penetrability in this study. Preliminary tests with alumina, with a purity content of around 99%, resulted in an absorbed energy value of approximately 1.20 kJ. The backface signature test for silicon carbide samples resulted in values between 18 and 33 mm. The average residual speed found for the specimens was 450 m/s, with absorbed energy of 2.45 kJ. Tests carried out in this research used the strapping technique, in which a wire was wrapped around the ceramic body to simulate the standalone plate. The values of residual speed (470 m/s) and absorbed energy (2.30 kJ) revealed that the technique used was not effective compared to tests without strapping. This work produced composite materials suitable for ballistic applications with mechanical properties compatible with the values found in the literature, being promising for the defense industry due to their performance.

Keywords: silicon carbide; alumina; composite.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura	1 -	Arranjo dos átomos de silício (Si) e carbono (C) no tetraedro de SiC.	21
Figura	2 -	Estruturas cristalinas para os quatro politipos mais comuns do SiC: 3	
-		C, 4 H, 6H e 15 R. Átomos de silício (Si) em vermelho e átomos de	
		carbono (C) em laranja.	21
Figura	3 –	Seção longitudinal do forno do processo Acheson para produção de SiC	23
Figura	4 -	Modelo do processo SHS	24
Figura	5 -	Representação simplificada da síntese por fase gasosa	25
Figura	6 –	Micrografias obtidas em MEV sendo (a) compósito de matriz e fibras	
-		de SiC e (b) fibras cristalinas de β -SiC	26
Figura	7 -	Mudança microestrutural na sinterização (a) partículas de pó após a	
		prensagem, (b) coalescência, (c) mudança nos poros, no processo de	
		sinterização, devido a forma e tamanho	27
Figura	8 -	Sinterização de um sistema de duas partículas esféricas. (a) crescimento	
		de pescoço e mecanismos de difusão: (1) do contorno de grão, por volume;	
		(2) do contorno de grão, pelo contorno de grão; (3) da superfície, pela	
		superfície e (4) da superfície, pelo volume. (b) crescimento de pescoço	
		com aproximação de centro e parâmetros representativos: a é o raio da	
		partícula; h o parâmetro de aproximação; x e s, os raios principais de	
		curvatura do pescoço.	28
Figura	9 –	Produção do Al_2O_3 pelo Processo Bayer $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	31
Figura	10 -	Estrutura cristalina do $Al-2O_3$	32
Figura	11 -	Esquema do processo de sinterização: (a) pó prensado, (b) início da	
		sinterização e surgimento do limite do grão, (c) mudanás nos poros à	
		medida que a sinterização ocorre	33
Figura	12 -	Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers:	
		(a) trinca radial mediana e (b) trinca de Palmqvist	36
Figura	13 -	Esquema do ensaios de flexão (a) em três pontos, (b) B3B, (c) vigas	
		engastadas e (d) em quatro pontos $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	38
Figura	14 -	Esquema do teste balístico conforme a norma	42
Figura	15 -	Análise do desempenho balístico através da medida do trauma em um	
		material de apoio - plastilina	43
Figura	16 -	Esquema de um Sistema de Blindagem Multicamada (SBM) $\ . \ . \ .$	44
Figura	17 -	Esquema de impacto em diferentes estágios de impacto entre projétil e	
		material de blindagem \ldots	45
Figura	18 -	Imagem (a) prensa hidráulica CETARCH, (b) corpos verdes	49
Figura	19 -	Placa de aço inox 306L, com dimensões de 100 x 100 mm. $\dots \dots \dots$	53

Figura 20 –	- Sistema de Blindagem Multicamada (a) inserto cerâmico fixado com	
	cola de poli uretano e (\mathbf{b}) inserto cerâmico fixado com cola de poli uretano	
	com o fio aderido ao redor	54
Figura 21 -	Corpos de prova confeccionados envoltos em fita <i>silver tape</i>	54
Figura 22 -	- Descrição do aparato experimental (a) provete a 15 m do CP, (b)	
	posicionamento do CP para ensaio	55
Figura 23 -	- Descrição dos elementos (a) radar Doppler, (b) CP aço inox antes do	
	ensaio para calibração, (c) CP após ensaio de calibração $\ \ldots \ \ldots \ \ldots$	56
Figura 24 -	- Micrografia obtida por MEV da amostra S99 no aumento (a) 1.500x,	
	(b) 6.000x	59
Figura 25 –	- EDS da amostra S99	59
Figura 26 –	- Micrografia obtida por MEV das amostras A99 e A96 no aumento	
	3.000x e 5.000x respectivamente.	60
Figura 27 –	- EDS das amostras (a) A99, (b) A96	60
Figura 28 –	- Micrografia obtida por MEV da amostra S40 no aumento de 10000x. $$.	61
Figura 29 –	- Micrografia da fratura da A99-3 e A96-4 (a) no aumento de 1000x e (b)	
	no aumento de 2000x, (c) no aument de 10.000x	61
Figura 30 –	- Micrografia obtido por MEV da sinterização da amostra S60-6 no	
	aumento (a) $1.500x$ (b) $600 x$, (c) $5.000 x$	62
Figura 31 –	EDS da amostra S60-6	62
Figura 32 –	Indentação HV 1,0 na amostra S40-4	64
Figura 33 –	- Amostra S40-4 fissurada após ensaio de dureza Rockwell A	65
Figura 34 –	- Resultado de HRA das amostras testadas	66
Figura 35 –	- Micrografia do ensaio de dureza HRA (a) amostra S40-4 e (b) amostra	
	S60-6	66
Figura 36 -	- Resultado de tensão máxima de flexão das amostras	67
Figura 37 -	- Ensaio balístico	67
Figura 38 -	- Impacto balístico S84-6 (a) não perfurou, (b) medição do trauma $\ .\ .$	68
Figura 39 -	Placa de aço inox com (a) não perfurou, (b) perfuração total	69
Figura 40 –	- Curva de pontos experimental referente a amostra A96-4	70
Figura 41 –	- Difratograma do pó de SiC (verde) refinado pelo método de Rietvield $% \mathcal{L}^{(n)}$.	85
Figura 42 –	- Difratograma do pó de SiC (preto) refinado pelo método de Rietvield $% \mathcal{L}$.	85
Figura 43 –	- Difratograma do pó de SiC + Al_2O_3 (60/40) refinado pelo método de	
	Rietvield	85
Figura 44 -	- Difratograma do pó de SiC + Al ₂ O ₃ (40/60) refinado pelo método de	
	Rietvield	85
Figura 45 –	- Difratograma do pó da Al_2O_3 refinado pelo método de Rietvield	86
Figura 46 –	- Difratograma do compósito sinterizado de SiC + Al_2O_3 (40/60) refinado	
	pelo método de Rietvield.	86

Figura 47 –	Difratograma do compósito sinterizado de SiC + Al_2O_3 (60/40) refinado	
	pelo método de Rietvield.	86
Figura 48 –	Gráfico de velocidade residual da amostra S2, com valores de velocidade	
	de impacto e velocidade residual. \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots	87
Figura 49 –	Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura	
	de 6,4 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.	88
Figura 50 –	Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura	
	de 6,4 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.	89
Figura 51 –	Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura	
	de 7,8 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.	90

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Descrição dos politipos, estruturas cristalinas e fases do SiC	22
Tabela 2 –	Valores de dureza Vickers e Rockwell A dos compósitos à base de SiC.	35
Tabela 3 –	Valores de tenacidade à fratura obtidos na literatura	37
Tabela 4 –	Valores de resistência à flexão obtidos na literarura	39
Tabela 5 –	Descrição dos níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.04 $\ .$	41
Tabela 6 –	Descrição dos níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.06. \ldots .	43
Tabela 7 –	Nomenclaturas e composição dos pós recebidos da empresa. \ldots .	47
Tabela 8 –	Composição dos elementos em porcentagem de massa da amostra (FI-	
	VEN®)	48
Tabela 9 –	Propriedades das amostras como recebidos pelas empresas	48
Tabela 10 –	Distribuição do tamanho de partícula das amostras recebidas $\ \ldots \ \ldots$	57
Tabela 11 –	Percentual em peso de fases encontradas pelo método de Rietvield	58
Tabela 12 –	Dados de densidade e porosidade das amostras	63
Tabela 13 –	Valores encontrados de densificação a base de SiC na literatura. \ldots .	63
Tabela 14 –	Resultados balísticos das amostras ensaiadas	68
Tabela 15 –	Nomenclatura das amostras	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CAEx	Centro de Avaliações do Exército
SBM	Sistema de Blindagem Multicamada
ROC	Requisitos Operacionais Conjuntos
MD	Ministério da Defesa
NIJ	National Institute of Justice
SiC	Carbeto de Silício
Al_2O_3	Alumina
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PCE	Produtos Controlados pelo Exército
RTO	Restritos
EB	Exército Brasileiro
DTP	Distribuição de tamanho de partícula
HV	Dureza Vickers
HRA	Dureza Rockwell A
K _{Ic}	Tenacidade à fratura
Vi	Velocidade de impacto
Vr	Velocidade Residual
Eabs	Energia Absorvida
% Eabs	Percentual da Energia Absorvida
VL	Velocidade Limite

LISTA DE SÍMBOLOS

- α Alfa-SiC
- α Alfa-alumina
- β Beta-SiC
- σ Resistência à flexão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	OBJETIVOS	19
1.2	JUSTIFICATIVA	19
2	REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1	MATERIAIS CERÂMICOS	20
2.1.1	CARBETO DE SILÍCIO	20
2.1.2	ALUMINA	29
2.2	ENSAIOS MECÂNICOS	33
2.2.1	DUREZA	33
2.2.2	TENACIDADE À FRATURA	35
2.2.3	ENSAIO DE FLEXÃO	37
2.3	PROPRIEDADES, ENSAIO E PROTEÇÃO BALÍSTICA	39
3	MATERIAIS E MÉTODOS	47
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	47
3.2	MISTURA, PRENSAGEM E SINTERIZAÇÃO	48
3.3	ENSAIOS FÍSICOS	48
3.3.1	TAMANHO DE PARTÍCULA	48
3.3.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	49
3.3.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	50
3.3.4	DENSIDADE E POROSIDADE	50
3.4	ENSAIOS MECÂNICOS	51
3.4.1	ENSAIO DE DUREZA	51
3.4.2	TENACIDADE À FRATURA	52
3.4.3	ENSAIO DE FLEXÃO	52
3.5	SISTEMA DE BLINDAGEM MULTICAMADA E ENSAIO BALÍSTICO	53
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS	57
4.1.1	TAMANHO DE PARTÍCULA	57
4.1.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	57
4.1.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	58
4.1.4	DENSIDADE E POROSIDADE	62
4.2	ENSAIOS MECÂNICOS	64
4.2.1	DUREZA	64

4.2.2 4.3	FLEXÃO	65 66
5	CONCLUSÃO	72
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	74
	REFERÊNCIAS	75
	APÊNDICE A – NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS	84
	APÊNDICE B – DIFRATOGRAMAS REFINADOS PELO MÉTODO DE RIETVIELD	85
	APÊNDICE C – GRÁFICOS DO ENSAIO DE VELOCIDADE RE- SIDUAL	87

1 INTRODUÇÃO

A busca por materiais que possuam um desempenho mecânico excepcional tem suscitado um considerável interesse no âmbito da pesquisa e desenvolvimento dos materiais cerâmicos avançados destinados a aplicações estruturais. Ao longo das últimas décadas, os materiais cerâmicos vem apresentando um progresso ininterrupto, acompanhado de uma aplicação significativa em seu escopo de utilização no campo da engenharia. Devido às suas propriedades singulares, como a capacidade de resistir a temperaturas elevadas, um coeficiente de atrito reduzido, bem como uma notável inércia química, apenas para mencionar algumas delas, contudo, cabe ressaltar que esses materiais mantém sua fragilidade (1, 2).

Nesse sentido, os compostos cerâmicos são comumente usados em diversos segmentos da indústria, auxiliando em muitas etapas para a melhoria dos componentes devido a seu alto desempenho. Assim, materiais como o carbeto de silício e a alumina, são empregados como revestimento em motores, anéis de vedação, trocadores de calor, entre outros (3).

Silveira e colaboradores, 2021 (4) abordam os três materiais cerâmicos de maior uso, carbeto de silício (SiC), alumina (Al_2O_3) e carbeto de boro (B_4C), que são e estão sendo difundidos na indústria para uso em aplicações balísticas para proteção individual. O SiC e o Al_2O_3 , tem propriedades em comum como elevada dureza, baixa densidade, dentre outros.

O SiC é um composto químico de silício e carbono, conhecido por suas propriedades únicas que o tornam um material de grande interesse em diversas aplicações industriais e tecnológicas. Propriedades como alta resistências mecânica, excelente resistência à corrosão, alta condutividade térmica e elétrica, entre as cerâmicas, bem como estabilidade química em condições extremas. Além disso, o SiC se torna um material semicondutor de grande importância em dispositivos eletrônicos de alta potência (5).

A utilização do SiC em dispositivos semicondutores de potência, como diodos *Schottky*, transistores de junção bipolar (BJTs) e transistores de efeito de campo de porta isolada (MOSFETs), devido à sua alta mobilidade de portadores e capacidade de operação em altas temperaturas (6, 7, 8). É usado na fabricação de dispositivos optoeletrônicos, incluindo LEDs (diodos emissores de luz) e detectores de radiação, devido a seu *band gap* de operação em altas temperaturas (9, 6, 10). Esse material também é empregado em componentes estruturais para aplicações de alta temperatura, como em turbinas de gás, sistemas de frenagem de alta performance e revestimentos cerâmicos. Em relação a requisitos mecânicos, as vantagens para a sua utilização é a alta resistência à deformação plástica e à abrasão, sendo adequado para aplicações de elevada exigência mecânica, pois

mantém suas propriedades em altas temperaturas, funcionando em condições limítrofes. O processo de fabricação tem custo elevado e dificuldade de processamento. Os desafios na integração de dispositivos podem apresentar muitas oportunidades de melhoria de suas propriedades e a inserção de dispositivos, podem apresentar desafios nas propriedades físicas e elétricas (11), (12), (13).

Em relação ao Al_2O_3 , a alta dureza, excelente resistência ao desgaste, boa resistência química e estabilidade em altas temperaturas, faz dela um material para aplicações diversas, desde componentes estruturais até dispositivos eletrônicos (14), (15).

O composto Al_2O_3 é amplamente utilizado na fabricação de cerâmicas técnicas, incluindo substratos eletrônicos, isoladores elétricos, revestimentos resistentes ao desgaste e componentes motores. Na indústria médica, é usada em implantes ortopédicos e dentários, devido à sua biocompatibilidade e resistência à corrosão, proporcionando alternativas seguras e duráveis aos materiais convencionais. Devido à elevada resistência dielétrica e estabilidade elétrica, ao Al_2O_3 é empregada como isolante em dispositivos eletrônicos de alta tensão, como transistores de potência e capacitores (16), (17).

Exibe como vantagem dureza elevada, sendo adequada para aplicações onde a resistência ao desgaste é fator crucial, como componentes de máquinas e ferramentas de corte. Sua estabilidade química, em relação a ácidos, bases e solventes torna-a adequada para uso em ambientes agressivos, como na indústria química e tendo assim propriedade mecânica e térmica em temperaturas elevadas, logo a aplicabilidade em fornos e equipamentos de fundição (18).

Já em relação a desvantagem, apesar de sua dureza, ao Al_2O_3 , possui baixa tenacidade, podendo ser frágil e propensa a fraturas em condições de carga dinâmica, limitando sua aplicação, quando relacionado a alto impacto. O custo de processamento pode ser custoso, especialmente para peças complexas e ademais, a condutividade elétrica relativamente baixa em comparação a outros materiais cerâmicos condutores, como o SiC, limita seu uso em certas aplicações eletrônicas de alta potência (18).

Os principais materiais cerâmicos monolíticos utilizados em sistemas de blindagem para proteção balística pessoal e coletiva são as cerâmicas óxidas, especialmente ao Al₂O₃; as cerâmicas não óxidas à base de nitrogênio (nitretos); à base de carbono (carbetos), como o B₄C e o SiC; ou boretos e suas combinações, como o diboreto de titânio (TiB₂). Devido a propriedades como baixa densidade, elevada rigidez, alta dureza, resistência e estabilidade térmica, esses materiais apresentam potencial para aprimorar os padrões vigentes de desempenho balístico. Tais cerâmicas devem possuir propriedades que permitam a fratura, a fragmentação, a erosão e a captura do projétil (19).

As blindagens do Al_2O_3 são as mais amplamente empregadas para esse fim, devido ao seu desempenho balístico satisfatório e ao baixo custo de fabricação. As cerâmicas à base do Al_2O_3 também encontram aplicação como blindagem transparente na forma de safira ou oxinitrato policristalino de alumínio (AlON), úteis em janelas de veículos e instrumentos de visualização. Essa versatilidade e eficácia econômica, contudo, são contrabalanceadas pela alta massa específica em comparação com outras cerâmicas de blindagem (20).

Pesquisas e desenvolvimentos em blindagens de B_4C têm demonstrado a utilidade desse material na indústria de defesa, apresentando maior dureza e menor massa específica em comparação com ao Al_2O_3 (21). No entanto, as blindagens de B_4C são suscetíveis à amorfização em casos de impacto por projéteis perfurantes com alta energia cinética por unidade de área, resultando em uma queda no desempenho balístico (22). A principal desvantagem dessas blindagens é o alto custo de fabricação (23).

Por outro lado, as blindagens de SiC apresentam menor custo de produção em comparação com as de B_4C , embora suas propriedades mecânicas sejam ligeiramente inferiores (24). Blindagens produzidas com esse material são indicadas como substitutas em situações onde a amorfização do B4C possa ocorrer (22).

O processo de fabricação é crucial para determinar as propriedades finais do produto. No entanto, geralmente, os processos que oferecem as melhores propriedades são os mais dispendiosos, como é o caso do processo de prensagem a quente para cerâmicas de SiC, onde as propriedades frequentemente atingem valores próximos aos limites teóricos dos materiais, mas são extremamente caros e limitados em termos de geometria das peças (25).

Os compósitos de SiC + Al₂O₃ representam uma classse de materiais avançados, podendo combinar propriedades que os tornem altamente desejáveis em várias aplicações industriais e tecnológicas. A possibilidade de combinar as propriedades desses materiais pode resultar em um material com resistência ao desgaste, tenacidade e estabilidade térmica superiores, tornando-o adequado para uma ampla gama de aplicações (26). Niihara e colaboradores, 1991 (27) propuseram que a inclusão de SiC na matriz do Al₂O₃ pode significativamente aumentar suas propriedades de resistência à fratura. Em seus estudos, observou-se que a resistência à fratura pode ser aumentada para mais de 1 GPa, enquanto a tenacidade à fratura atinge valores de 4,7 MPa·m¹/₂. Além disso, a resistência à fluência do Al₂O₃ também foi aprimorada com a adição de 5% em peso de SiC. Esses resultados estimularam pesquisadores subsequentes a explorar ainda mais maneiras de melhorar as propriedades mecânicas do Al₂O₃.

A aplicabilidade do compósito na fabricação de ferramentas de corte e usinagem é promissora devido à sua alta dureza, resistência ao desgaste e capacidade de manter suas propriedades em altas temperaturas. Além disso, esses compósitos são eficazes como revestimentos protetores em equipamentos expostos a ambientes agressivos, como tubos de transporte de materiais abrasivos, componentes de fornos industriais, turbinas a gás, sistemas de freio de alta performance e revestimentos cerâmicos (28), (29). Combinar cerâmicas como SiC e Al_2O_3 pode resultar em um material com resistência mecânica, dureza, resistência ao desgaste e estabilidade térmica superiores, aproveitando as propriedades individuais de cada cerâmica. No entanto, algumas desvantagens desse compósito incluem o elevado custo de fabricação, a dificuldade de processamento e as limitações em aplicações que exigem alta condutividade térmica (29), (30).

A viablidade de investigação, do presente trabalo, é a possibilidade de utilizar placas balísticas sinterizadas de SiC + Al_2O_3 , com insumos e produção 100% nacionais, para proteção balística, no tipo de Sistema de Blindagem Multicamada tendo um anteparo de aço inox fixado no inserto cerâmico. As placas hexagonais sinterizadas foram produzidas por meio de sinterização m atmosfera oxidante, em proporções, em peso de 40/60 e 60/40, não sendo encontrados trabalhos prévios, na literatura, a respeito das proporções elaboradas, abordadas e investigadas no trabalho em questão. Com o objetivo de investigar e avaliar o comportamento do compósito, do SiC e da Al_2O_3 e assim obter um comparativo dentre os testes realizados.

1.1 OBJETIVOS

O presente estudo tem como propósito avaliar o desempenho balístico de diferentes composições de SiC e Al_2O_3 em sistemas multicamadas. Os objetivos específicos identificados nesse trabalho são:

a) Produzir e sinterizar placas balísticas;

b) Caracterizar propriedades físicas;

c) Caracterizar propriedades mecânicas;

d) Realizar ensaios balísticos nos sistemas de blindagem multicamada no Centro de Avaliação do Exército (CAEx);

1.2 JUSTIFICATIVA

Atualmente, a proteção balística individual utilizada pelas tropas militares brasileiras é inteiramente importada e com validade curta. De acordo com a Portaria Normativa nº 14/MD de 23 de março de 2018, o Requisito Operacional Conjunto do Ministério da Defesa elucida a necessidade do Brasil desenvolver soluções balísticas nacionais que atendam aos parâmetros estabelecidos na NIJ 0101.04 e possam ser produzidos em escala industrial e comercial.

2 REVISÃO DE LITERATURA

O presente capítulo apresenta uma revisão acerca do SiC e do Al_2O_3 que aborda a descoberta, estrutura cristalina, empregabilidade, rota de produção e sinterização além disso, descreve a confecção do Sistema de Blindagem Multicamada e o teste balístico com as normas vigentes.

2.1 MATERIAIS CERÂMICOS

2.1.1 CARBETO DE SILÍCIO

A primeira identificação do SiC é datada de 1905 por Henri Moissan, químico francês, no estado do Arizona, EUA, por meio de um meteorito (31). Apesar da abundância de seus elementos e de ser um composto estável, não foram encontrados grandes depósitos desse material na natureza (31). Com a invenção dos fornos para produção, foi possível ampliar os estudos sobre o material. Descobriu-se que ele possui uma elevada resistência e inércia química, tornando-o ideal para uso como abrasivo em cortes e polimentos de materiais. (31).

O SiC é uma cerâmica formada por ligações predominantemente covalentes, de dureza elevada e termicamente estável com densidade de $3,21 \text{ g/cm}^3$ propriedades destacadas quando comparadas a cerâmicas amplamente difundidas como ao Al₂O₃ (3,95 g/cm³) e B₄C (2,52 g/cm³) (32). O uso do SiC, uma cerâmica de alta tecnologia, tem se difundido em diversas áreas como a aeroespacial, nuclear e eletrônica, devido à necessidade de materiais de alta qualidade (33). O SiC é considerado uma cerâmica avançada devido à sua ampla aplicabilidade e elevada qualidade. Suas propriedades incluem alta resistência ao choque térmico, à oxidação e ao desgaste, além de um alto poder abrasivo e extrema dureza (33).

O SiC possui um polimorfismo estrutural em sua estrutura cristalina, tornando-o suscetível a mudanças estruturais devido a variações de pressão e temperatura. Esses politipos se organizam em uma sequência de empilhamento, partindo da estrutura fundamental do SiC. Tendo em sua composição carbono (C) e silício (Si) e ligações predominantemente covalentes, em torno de 88%, sua unidade estrutural básica é um tetraedro constituído por composição de SiC4 ou CSi4 (34, 35) Figura 1 (35).

A cristalografia do SiC é conhecida por seu politipismo, permitindo que o material cristalize em até 200 formas diferentes. Esse fenômeno ocorre porque as diferentes estruturas cristalinas variam apenas em uma direção, enquanto a composição química permanece constante. A mudança reside na sequência de empilhamento dos planos cristalográficos,



Figura 1 – Arranjo dos átomos de silício (Si) e carbono (C) no tetraedro de SiC. Fonte: Adaptado de da Rosa, 2008 (35)

conforme ilustrado na Figura 2 (36). As notações descritas na imagem denominam os sitemas: cúbico (3C), hexagonal (4H e 6H) e romboédrico (15R), sendo os sistemas hexagonais e romboédricos designados como α e a fase β formado pelo sistema cúbico (37, 38).



Figura 2 – Estruturas cristalinas para os quatro politipos mais comuns do SiC: 3 C, 4 H, 6H e 15 R. Átomos de silício (Si) em vermelho e átomos de carbono (C) em laranja.

Fonte: Adaptado de Soltys, 2023 (36)

As diversas modificações hexagonais e romboédricas do SiC, podem ser derivadas da estrutura cúbica por meio da rotação de camadas duplas em orientações paralelas e antiparalelas Essas modificações são coletivamente conhecidas como α -SiC. A Figura 2

ilustra a sequência de empilhamento dos politipos 3C, 4H, 6H e 15R. Com exceção do politipo 3C e da estrutura romboédrica, as demais modificações são uma combinação das estruturas blenda de Zinco (cúbica) e wurzita (hexagonal), sendo que a simetria geral é hexagonal, apesar da presença da estrutura cúbica (39). A Tabela 1 apresenta o politipo, a sequência de camadas, estrutura cristalina e as fases dos quatro politipos mais comuns: 3C, 4H, 6H e 15R (34).

Politipo	Sequência de Camadas	Estrutura Cristalina	Fase
3C	abc	Cúbico	β
$4\mathrm{H}$	abac	Hexagonal	ά
6H	acbabc	Hexagonal	α
15R	abacbcacbabcbac	Romboédrico	α

Tabela 1 – Descrição dos politipos, estruturas cristalinas e fases do SiC

Fonte: Adapatado de Ortiz, 2013 (40)

A conversão do β -SiC para α -SiC, ocorre em temperaturas elevadas, geralmente acima de 2000°C, momento em que o α -SiC se torna mais estável. Essa transição de fase é medida por um mecanismo de maclagem, acompanhado pela formação de defeitos de empilhamento. Diversas impurezas desempenham um papel significativo na transformação de fase e na formação politipos cristalinos Os elementos pertencentes aos grupos III e V da tabela periódica mostram efeitos particularmente marcantes nesse processo. Observa-se que os elementos alumínio (Al) e boro (B) estabilizam o politipo 4H, enquanto o nitrogênio (N) e o fósforo (P) estabilizam o β -SiC (39).

As rotas de produção mais conhecidas do pó de SiC são: síntese por fase gasosa, redução carbotérmica e SHS (41). O SiC pode ser processado e sinterizado por meio de distintas rotas. É imperativo destacar que, dependendo do processo empregado, a microestrutura resultante e as propriedades do material podem variar significativamente.

A redução carbotérmica também é conhecida como Processo Acheson, esse método ocorre por redução carbotérmica da sílica, tendo sido elaborado por Acheson em 1891. No modelo mencionado, o SiC é obtido quado uma fonte de silício e carbono, como areia de alta sílica e coque de petróleo, são misturados e sofrem reação de redução em um forno elérico, como visto na Figura 3.

Ao analisar a Equação 2.1 descrita, nota-se que ao receber energia pelo aquecimento resistivo do núcleo de grafite, ocorre o processo de formação do produto desejado.

$$SiO_2 + 3C \rightarrow SiC + 2CO$$
 (2.1)

O forno é constituido de um núcleo de grafite conectado a dois eletrodos com corrente aplicada. Sua temperatura pode alcançar até 3000°C devido ao efeito Joule, esse processo gera gradiente de temperatura ao longo da mistura dos precursores de silício e



Figura 3 – Seção longitudinal do forno do processo Acheson para produção de SiC Fonte: Torres, 2020 (37)

carbono contidos no forno, levando assim a produção das fases alfa e beta. As fases tem ligação direta com os arranjos das células unitárias formadas, acima de 2600°C, obtêm-se a fase alfa e na faixa de 1550°C, a fase beta, sendo mais distante do núcleo (1).

A síntese por combustão autosustentada a alta temperatura, conhecida como SHS (*"self-propagating high-temperature synthesis"*), foi descoberta em 1967 e pode ser vista como uma variação da combustão de qualquer caráter químico, sendo simples e eficiente na produção de materiais refratários. Um ponto chave desse fenônemo é a capacidade de interação, devido aos seus diferentes estados sólido, líquido, gasoso ou misto. A produção de compostos refratários como: boretos, carbetos entre outros, não é facilmente realizado por métodos convencionais tornando assim o próprio processo alvo de grande interesse (1, 37, 41), .

A técnica SHS é amplamente reconhecida pela produção de materiais duros, como cerâmicas, superando as dificuldades das formas convencionais de fabricação que envolvem altas temperaturas. Este método aproveita a exotermia das reações químicas dos constituintes do material cerâmico, permitindo a propagação espontânea de uma reação química exotérmica iniciada por um pulso térmico, conforme ilustrado na Figura 4 (1, 42).

Apesar de ser uma nova forma de produção do SiC, o processo tem despertado um grande interesse. A caracterização por produtos de alta pureza e a utilização do equipamento simples, além de pouco tempo para relização do processo torna-o assim, mais barato.

O método de síntese por fase gasosa prevê a obtenção do SiC advinda de precursores gasosos, como por exemplo, metano e tetraclorosilano ou metiltriclorosilano. Por meio de uma fonte de energia apropriada, esses gases atingem um estado de supersaturação dando



Figura 4 – Modelo do processo SHS Fonte: Adaptado de Mukasyan, 2011 (42)

origem as partículas nanométricas de SiC. Para que a reação ocorra, ou melhor, que o processo de nucleação aconteça, o grau de supersaturação e cinética da reação devam ser satisfeitos há dois estágios para que a síntese gasosa ocorra. O primeiro ocorre a nucleação homogênea, acarreta na fase condensada e termodinamicamente estável dentro de uma fase metaestável, sendo o precursor do processo de cristalização. Já o segundo estágio é sucedido pelo crescimento subsequente por processos de condensação e evaporação do núcleo crítico para partículas de tamanhos maiores. O procedimento descrito é realizado por plasma ou *laser*, como observado na Figura 5 (1, 42).

No entanto, a nucleação homogênea é um processo intrinsicamente desfavorável do ponto de vista cinético, uma vez que requer a superação de uma barreira de nucleação durante o resfriamento dos monômeros presentes no vapor, ou seja, dispersos na fase gasosa (43). Esse desafio decorre do fato de que as partículas são formadas por meio da condensação dos gases. Portanto, o processo deve ser interrompido abruptamente quando a supersaturação e a densidade de nucleação atingirem níveis significativos, sendo assim observado na Figura 5 o esquema por meio de técnicas como plasma ou *laser*.

O desenvolvimento de materiais cerâmicos não-óxidos por meio de técnica de pirólise utilizando polímeros precursores teve início na década de 1960 e, desde então, tem apresentado inúmeras vantagens em relação aos métodos de produção convecionais. Uma das vantagens da conversão polimérica é a capacidade de controle preciso da composição dos materiais cerâmicos. Além disso, o uso de matérias primas de elevada pureza, juntamente com baixas temperaturas durante o processo, também representa benefícios significativos dessa técnica (45).

Os compostos organometálicos, que são pródromos de polímeros cerâmicos, podem



Figura 5 – Representação simplificada da síntese por fase gasosa

Fonte: Silva, 2009 (44)

ser estruturados em escala nanométrica dentro de um material inorgânico durante o processo de pirólise. Esse processo remove a estrutura orgânica do material transformandoo em uma cerâmica. São necessárias várias etapas para a fabricação de cerâmicas ou fibras cerâmicas, por meio desse método. A primeira etapa envolve a mistura homogênea dos polímeros, cargas e solventes. Em seguida, há a conformação específica dos polímeros e sua cura. Por fim, o corpo verde é usinado e submetido ao processo de pirólise (46).

A pirólise normalmente ocorre a temperaturas superiores à 800°C, resultando em materiais amorfos nessa etapa. Tratamentos térmicos adicionais podem ser realizados para promover a cristalização do material. A microestrutura final depende não apenas dos tratamentos térmicos, mas também do tipo de polímero iniciador, podendo variar de amorfa a nanocristalina. Diferentes tipos de materiais poliméricos à base de silício podem ser utilizados, seja na forma de materiais compactados (47), fibras (48), espumas (45), ligantes (49) ou microtubos (50).

Além de proporcionar materiais finais de alta pureza, essa técnica possibilita a produção de peças com geometria próxima à forma final desejada, bem como a obtenção de fibras de materiais cerâmicos. Essas fibras, Figura 6, apresentam propriedades mecânicas superiores, uma vez que a máxima deformação elástica alcançada por uma cerâmica policristalina normalmente é de apenas 0,1%. No entanto, as fibras de materiais cerâmicos podem atingir deformações de até 1%, se tratadas adequadamente.

Na produção e fabricação, as partículas de SiC na forma de pós ou grânulos,



Figura 6 – Micrografias obtidas em MEV sendo (a) compósito de matriz e fibras de SiC e (b) fibras cristalinas de β -SiC

Fonte: Adaptado de Florian et al., 2005 (51)

sejam eles da variante α ou β -SiC, são habilmente combinados com resinas termoplásticas ou termorrígidas, desempenhando um duplo papel como ligante e fonte de carbono. A mistura resultante é submetida a um processo de queima, no qual ocorre a formação de um revestimento de carbono ao redor das partículas de SiC. Essa reação promove a criação de uma estrutura porosa composta por SiC e C, resultando em uma contração de aproximadamente 1 a 2%. Para preencher os poros criados, é realizada a injeção de compostos com alto teor de carbono (34).

Em seguida, o estágio subsequente, conhecido como siliconização, é executado. Nesse processo, ocorre a infiltração do silício líquido ou vaporizado. O silício (Si) reage com o carbono (C) presente, resultando na formação do SiC e preenchendo os poros restantes. Essa etapa de siliconização pode ser conduzida em uma atmosfera inerte ou em um ambiente de vácuo, dentro de uma faixa de temperatura compreendida entre 1500 e 1600°C (46). A sinterização reativa é um procedimento altamente atrativo devido à sua notável capacidade de processamento em baixas temperaturas, à virtual ausência de variações dimensionais, ao baixo custo envolvido e à obtenção de alta pureza, uma vez que pode ser conduzida sem a necessidade de aditivos de sinterização. No entanto, é importante ressaltar que suas propriedades mecânicas, como o módulo de Young, a dureza e a tenacidade, tende a ser inferiores a dos materiais sinterizados convencionalmente (46).

Dentre os métodos de processamento cerâmico, a sinterização assume um papel fundamental e é considerada uma etapa crucial na consolidação dos materiais. No intuito desse contexto, existem diversas técnicas, incluindo aquelas que envolvem a aplicação de pressão ou não, com o objetivo de produzir materiais a partir do pó, fornecendo energia térmica ao sistema (52). É durante esse processo que as partículas conformadas adquirem suas propriedades relacionadas a geometria, as possíveis microestruturas formadas e a resistência mecânica. A consolidação ocorre por meio da união das partículas em contato, seguindo etapas inerentes ao processo, sendo uma delas a difusão, facilitada pelo aumento da temperatura. Esse fenômeno resulta no crescimento de grãos, na redução da porosidade e no aumento da densidade do material (53).

Macroscopicamente, a força motriz na sinterização está relacionada à diminuição da energia livre interfacial, conforme descrito na literatura sobre o tema (23, 53). Essa redução ocorre localmente devido as diferenças de potencial químico nos contornos de grãos, ou seja, está associada à diminuição da energia na superfície. Esse efeito pode ser alcançado por meio do crescimento de grãos mencionado anteriormente ou pela susbstituição da interface entre partículas, como no caso da transição de uma interface vapor-sólido para uma interface líquido-sólido. Até mesmo o rearranjo do material e o arredondamento dos grãos podem contribuir para esse fenômeno. De acordo com Kang (2011) (54), o processo de sinterização pode ocorrer com ou sem a presença de fase líquida, e embora ambos os casos tenham o objetivo de densificar a estrutura, utilizam mecanismos distintos para alcançar tal resultado.

A Figura 7 esquematiza, de forma genérica, o processo de sinterização. É possível observar que as partículas se agregam, passando por um processo de densificação no interior e entre os agregados. A partir desse ponto, ocorre o fenômeno básico da sinterização, no qual a redução da energia interfacial é seguida pela densificação e crescimento de grãos com o aumento da temperatura (55, 56).



Figura 7 – Mudança microestrutural na sinterização (a) partículas de pó após a prensagem,
(b) coalescência, (c) mudança nos poros, no processo de sinterização, devido a forma e tamanho

Fonte: Adaptado de Callister, 2018 (55)

A sinterização em estado sólido é governada por dois princípios fundamentais para que o processo seja efetivo. O primeiro princípio aborda a dependência da difusão para o preenchimento da porosidade e dos espaços vazios através do deslocamento de matéria. No entanto, a manifestação desse princípio requer a presença de uma força motriz que facilite o processo de difusão. (37).

Inicialmente, o aumento da densificação é alcançado por meio de um maior contato entre as partículas. Em seguida, ocorre uma redução na energia associada à superfície, relacionada ao crescimento dos pescoços que conectam as partículas. Isso resulta na diminuição do volume total dos poros presentes, uma vez que suas formas são modificadas pelo desenvolvimento dos pescoços, conforme Figura 8 (53). Na fase final do processo, o progresso definitivo é evidenciado pela eliminação dos poros remanescentes devido ao crescimento dos grãos (53).



Figura 8 – Sinterização de um sistema de duas partículas esféricas. (a) crescimento de pescoço e mecanismos de difusão: (1) do contorno de grão, por volume; (2) do contorno de grão, pelo contorno de grão; (3) da superfície, pela superfície e (4) da superfície, pelo volume. (b) crescimento de pescoço com aproximação de centro e parâmetros representativos: a é o raio da partícula; h o parâmetro de aproximação; x e s, os raios principais de curvatura do pescoço.

Fonte: Silva et al., 1998 (57)

Em comparação ao método do estado sólido, no caso a sinterização por fase líquida, o processo oferece vantagens que nem sempre podem ser verificadas nesse outro método. Isso porque é possível coexistirem grãos sólidos e uma fase líquida. Com isso, torna possível aproximar as partículas, devido à ação de capilaridade, pois os grãos são solúveis no líquido, proporcionando uma interface mais comum entre as partículas. Portanto, a sinterização por fase líquida envolve menos a densificação de materiais uniformes e a microestrutura, porque a cinética de reação é maior (58, 59).

Analisando a Figura 8, pode-se observar que o processo inicialmente segue um padrão similar ao estado sólido. No entanto, a formação de uma fase líquida por meio da fusão de um aditivo desencadeia um rearranjo, resultando em uma solução com precipitados. É nessa etapa que a difusão é facilitada, conforme mencionado anteiormente, uma vez que ocorre a susbtituição da interface sólido-vapor por sólido-líquido. Esse fato aprimora a troca atômica e o crescimento dos grãos, culminando na densificação do material. A sinterização assistida por pressão é normalmente chamada de prensagem a quente, na qual tensões unidirecionais ou isoestáticas, chamadas de HP *"Hot-Pressing"* e HIP *"Hot Isostatic Pressing"*, respectivamente, são aplicadas a facilitar a sinterização. Essa abordagem é favorável, porque envolve fatores termodinâmicos, como temperatura e pressão, que fazem com que a massa adquira mobilidade através de deformação plástica intensa e ininterrupta, resultando na deslocação das partículas. A técnica de prensagem a quente de água tem baixa produtividade, exige forno e prensa em conjunto, e é pouco flexível. Por outro lado, na técnica de prensagem isostática a quente, a pressão é aplicada pela pressurização de gás no interior de um recipiente de pressão. Ambos os métodos são indicados para garantir a completa eliminação de porosidade em cerâmicas covalentes (60).

A sinterização sem pressão do SiC é inviável devido à natureza predominantemente covalente de suas ligações, exigindo a presença de aditivos. Nesse sentido, óxidos metálicos têm sido adicionados e investigados como facilitadores do processo de sinterização por meio da formação de uma fase líquida (61). A presença desse líquido, ao atingir o ponto de fusão dos materiais de adição, reduz a temperatura necessária para a sinterização do SiC. O aditivo mais comum e amplamente disponível para a sinterização mencionada é o Al₂O₃, devido à sua produção com matérias-primas facilmente acessíveis e a um custo relativamente baixo (23). Há também outros compósitos cerâmicos bifásicos, envolvendo outros elementos, tais como Al₂O₃-YAG, MgO, Al₂O₃-Y₂O₃, entre outros, no entanto, o sistema que se destaca é o sistema Al₂O₃-Y₂O₃. Deve-se, em grande parte, ao seu baixo ponto eutético, situado em torno de 1830°C, o que resulta a uma redução da temperatura de sinterização em comparação ao estado sólido, que requer 2100°C, por exemplo (33). Sendo assim, a densificação do SiC a temperaturas mais baixas é facilmente alcançada com uso de aditivos óxidos. Por outro lado, quando aditivos não óxidos são utilizados, o processo de difusão ocorre no estado sólido, exigindo temperaturas mais elevadas do que na fase líquida (62).

2.1.2 ALUMINA

O óxido de alumínio, com composição química Al_2O_3 é popularmente conhecido como alumina (Al_2O_3). É uma cerâmica avançadas com grande resistência à abrasão e ao desgaste, alta resistência mecânica, um ótimo material refratário e baixo custo de produção em comparação a outras cerâmicas. O Brasil é o terceio maior produtor mundial de Al_2O_3 (10,44 milhões de toneladas) e ocupando o quarto lugar global na produção de bauxita, com uma participação de 34,47 milhões de toneladas, tendo o Pará e Minas Gerais como os maiores produtores de alumínio (Al) do país (63, 64, 65, 66). É amplamente utilizada como matéria prima para a produção do metal alumínio, torna-se assim, um material efetivamente interessante para aplicações em engenharia e outros setores (37, 67, 68).

Apesar de suas qualidades excepcionais, esse material tem suas desvantagens como

alta densidade, baixa tenacidade à fratura e resistência à flexão, comparado a aplicabilidade de outras cerâmicas balísticas. Ao compararmos o Al_2O_3 com os demais materiais, seu excelente custo benefício, faz com que seja utilizada em sistemas de blindagem multicamada contra projéteis de alta velocidade de impacto. A capacidade de fragmentação da ponta do projétil ajuda na dissipação de energia (67, 69).

A principal fonte de obtenção do Al_2O_3 é a bauxita, pode ser encontrada na forma de minerais como gibbsita (γ -Al(OH)₃), boehmita (γ -AlO(OH)) e diásporo (α -AlO(OH)) (17). O principal método empregado para a obtenção do Al_2O_3 (Al_2O_3), conhecido como Processo Bayer, foi desenvolvido na Áustria por Karl Josef Bayer, em 1888.

Segundo Hazell, 2022 (70), um exemplo é que o óxido de alumínio (Al_2O_3) é encontrado naturalmente como o mineral *corundum* e pode ser sintetizado em larga escala a partir do mineral bauxita (hidróxido de alumínio - Al(OH)₃) pelo Processo Bayer. Este procedimento inclui a etapa de extração seletiva do mineral de interesse por meio de lixiviação com soda cáustica (hidróxido de sódio - NaOH) e subsequente precipitação do hidróxido de alumínio purificado. Posteriormente, esse composto é submetido a um processo de conversão térmica para a obtenção do Al₂O₃.

No Processo Bayer, Figura 9, a bauxita é submetida a uma etapa de trituração seguida pela dissolução em uma solução alcalina de soda cáustica (NaOH) sob condições controladas de pressão e temperatura. Essas condições propiciam a dissolução do mineral, resultando na formação de íons $Al(OH)_4^-$, conhecidos como hidróxido complexo de alumínio ou aluminato. O óxido de cálcio (CaO) é adicionado com o intuito de promover a redução dos íons de carbonato e fosfato presentes na solução, contribuindo para a sua purificação. Essa etapa é amplamente conhecida como digestão (71).

O resíduo sólido remanescente, também conhecido como lama vermelha, contendo óxido de ferro (Fe_2O_3) e aluminato de sódio $(Na[Al(OH)_4])$, é separado da solução por meio de processos de clarificação e filtração. A solução contendo o aluminato é então submetida a um processo de precipitação mediante a adição de uma solução ácida apropriada, resultando na formação de hidróxido de alumínio $(Al(OH)_3)$, o qual é posteriormente recuperado através de filtração (71).

A etapa final do processo consiste na calcinação, onde o hidróxido de alumínio é submetido a um tratamento térmico, resultando na evaporação da água presente e na transformação do composto em óxido de alumínio (Al_2O_3) , também conhecido como Al_2O_3 . Esse produto final é amplamente utilizado como matéria-prima essencial para inúmeras aplicações industriais (71).



Figura 9 – Produção do Al_2O_3 pelo Processo Bayer Fonte: Lara, 2020. (72)

O Al₂O₃, apresenta uma diversidade de estruturas cristalinas, as quais são designadas por letras gregas, tais como alfa (α), theta (θ), sigma (σ), entre outros. Dentre essas fases, destaca-se a α -Al₂O₃ como a mais termodinamicamente estável, caracterizada por uma estrutura hexagonal compacta ligeiramente distorcida, conhecida como *coríndon*. Essa estrutura hexagonal, Figura 10, é composta por sítios intersticiais, tanto hexagonais quanto octaédricos, os quais desempenham um papel fundamental em suas propriedades (72, 73).



Figura 10 – Estrutura cristalina do Al-2O₃

Fonte: Hart, 1990(74)

Nos sítios octaédricos, cerca de dois terços são ocupados pelos cátions de alumínio (Al_3^+) , enquanto os ânions de oxigênio (O_2^-) estão presentes em aproximadamente um terço desses sítios e são compartilhados entre quatro octaedros adjacentes. Essa disposição geométrica resulta em ligações fortes e estáveis, conferindo ao Al₂O₃ suas características distintivas (75, 76).

A presença do oxigênio nos sítios octaédricos desempenha um papel essencial na estrutura cristalina, proporcionando uma ligação química robusta. Essa ligação forte é responsável pelas propriedades intrínsecas do Al_2O_3 , tais como sua alta dureza, estabilidade térmica e resistência química (76).

Portanto, a estrutura cristalina do Al_2O_3 , especialmente na fase α - Al_2O_3 , revela uma organização intricada dos átomos de alumínio e oxigênio, o que sustenta suas propriedades singulares e a torna um material de grande relevância para diversas aplicações tecnológicas e industriais.

A estrutura cristalina da α - Al_2O_3 exibe uma configuração distinta, caracterizada por três eixos horizontais igualmente espaçados, com ângulos de 120° entre si. Além desses eixos, há um eixo vertical perpendicular aos eixos horizontais, apresentando um comprimento distinto e uma simetria senária. Essa característica implica que, ao efetuar uma rotação completa do cristal, a mesma imagem se repete exatamente seis vezes (77).

A estequiometria da α - Al_2O_3 é definida como 2:3 (cátion-ânion), o que resulta no preenchimento de apenas 2/3 das posições octaédricas pelos cátions Al^{3+} , formando, assim, um arranjo hexagonal. Essa disposição pode ser visualmente apreciada na Figura 10.

A sinterização representa o estágio conclusivo do processamento cerâmico, no qual

o material alcança sua microestrutura final. A densificação obtida por meio desse processo, termicamente ativado pela difusão, resulta na transformação de um conjunto de partículas discretas em uma massa sólida compacta e robusta (Figura 11) (70).



Figura 11 – Esquema do processo de sinterização: (a) pó prensado, (b) início da sinterização e surgimento do limite do grão, (c) mudanás nos poros à medida que a sinterização ocorre.

Fonte: Adaptado de Hazell, 2022 (70)

A temperatura de sinterização é selecionada em torno de aproximadamente 80% do ponto de fusão (2072 °C) do material, sendo crucial para assegurar uma consolidação adequada. Os mecanismos subjacentes à sinterização desempenham um papel fundamental no controle dos parâmetros microestruturais, sendo sua compreensão de suma importância. Além disso, tais mecanismos são influenciados pelas características intrínsecas do pó, tais como o tamanho de grão, o volume de poros, bem como as propriedades relacionadas à forma e à distribuição tanto dos poros quanto dos grãos (78).

2.2 ENSAIOS MECÂNICOS

2.2.1 DUREZA

Conforme observado por Garcia e colaboradores (79), a dureza de um material está intrinsecamente ligada às forças de ligação atômica e molecular, bem como à resistência mecânica e ao deslizamento dos planos atômicos. Materiais poliméricos geralmente exibem uma interação molecular mais fraca, resultando em uma relativa maciez. Em contraste, materiais metálicos apresentam ligações mais intensas, conferindo-lhes maior dureza em comparação com os polímeros. Por outro lado, materiais cerâmicos possuem forças de ligação entre seus átomos, predominantemente covalentes ou iônicas, tornando-os notavelmente duros.

Existem duas formas predominantes de medição de dureza: a dureza mineralógica, também conhecida como dureza por riscamento, representada pela escala de Mohs, e a dureza medida por ensaios de indentação, como as durezas Brinell, Rockwell, Vickers e Knoop. A dureza por riscamento é considerada semiquantitativa , pois avalia a capacidade de um material riscar o outro, sendo classificados de 0 a 10, com o material de maior valor na escala Mohs capaz de riscar aqueles com valores inferiores. Já a dureza medida por ensaios de indentação está diretamente relacionada à plasticidade do material, ou seja, sua capacidade de resistir à deformação quando submetido à pressão de um penetrador agudo (80).

O ensaio de dureza por indentação envolve a aplicação de uma carga padronizada na superfície do material usando um penetrador específico, resultando na formação de uma impressão do indentador. O cálculo da dureza é baseado nas características dessa impressão, como área ou profundidade, sendo determinado pela tensão necessárias para que o indentador penetre a resistência superficial do material (79, 81). Os ensaios de dureza Vickers (HV) e Rockwell A (HRA), utilizados nesse estudo, serão detalhados mais adiante.

Nos métodos de dureza Vickers e Knoop, baseados na ASTM-E384, para métodos de ensaio para microindentação de materiais utiliza um penetrador piramidal com ponta de diamante é aplicado ao corpo de prova, criando uma impressão que é posteriormente medida usando um microscópio óptico, ou um conjunto de lentes, acoplado ao equipamento, permitindo o cálculo da dureza (55, 82, 83). A indentação Vickers assume a forma de um losango regular, sendo a média das diagonais utilizada para determinar a dureza, com o valor calculado a partir da relação entre a força aplicada e a área da impressão na superfície (84), conforme descrito abaixo pela Equação 2.4.

$$HV = 0,0018544 * \frac{P}{d^2} \tag{2.2}$$

Onde: HV é dado em GigaPascal (GPa); P é a força aplicada em Newton (N) e d é o comprimento médio das duas diagonais impressas em milímetros (mm).

O ensaio de dureza HRA é amplamente adotado na indústria como um dos principais métodos para avaliar a dureza de um material, devido à sua simplicidade operacional, não exigindo habilidades específicas do operador. Esse método de dureza utiliza uma variedade de indentadores, incluindo esferas de aço ou carbeto de tungstênio com diâmetros de 1,59 mm (0,06 in), 3,18 (0,13 in), 6,35 mm (0,25 in) ou 12,70 mm (0,50 in), além de um indentador esfero-cônico de diamante. Devido à capacidade de utilizar diferentes indentadores e cargas, o ensaio de dureza HRA apresenta várias escalas, o que permite sua aplicação em uma ampla gama de materiais, sendo os metálicos os mais comumente testados. A Equação 2.3 é dado sendo h_0 a profundidade inicial de penetração sob a pré-carga e h é a profundidade final de penetração após a aplicação e remoção da carga principal. A metodologia do ensaio envolve a aplicação controlada de uma carga por meio de um indentador sobre a superfície do material em análise, com o objetivo de medir a variação na profundidade da indentação. Esse processo compreende a aplicação de uma pré-carga seguida pela aplicação da carga de teste total, seguida pela redução da carga para a pressão inicial (85).

De acordo com Medvedovski e Sarkar, 2004 (25), Carvalho, 2020 (37), Hu *et al.* e Askeland, 2023 (86), fizeram uso da dureza HV e HRA para compósitos cerâmicos. Hu *et al.* não informou qual o compósito, a base de SiC, usado para a realização da medição. A Tabela 2 cita os valores obtidos na literarura, sendo os aditivos em torno de 1,5 a 40% em SiC.

Referência	Compósito	Dureza (HV)	Dureza (HRA)
Carvalho (37)	SiC-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃ -LAS	20,7 23,2 (HV 0,2)	64,8 85,6
Medvedovski e Sarkar (25)	$SiC-Al_2O_3$	=	65 78
Medvedovski e Sarkar (25)	SiC-SiO ₂ -Al ₂ O ₃	-	50 60
Hu $et al.(87)$	Não informado	-	93
Askeland (86)	SiC	20 - 30	Não informado
Fortini (88)	SiC	$23,\!51$	84,08

Tabela 2 – Valores de dureza Vickers e Rockwell A dos compósitos à base de SiC. Fonte: Adaptado de Carvalho, (37), Medvedovski e Sarkar (25), Hu et al. (87), Askland (86), Fortini (88)

2.2.2 TENACIDADE À FRATURA

Garcia e colaboradores, 2000 (79), o ensaio de tencacidade à fratura é instrumental para a compreensão do comportamente de materiais que apresentam trincas ou outros defeitos internos de pequenas dimensões, permitindo analisar a máxima tensão que um material pode suportar na presença desses defeitos. Diversas técnicas são empregadas para determinar a tenacidade à fratura (K_{Ic}), como SENB (*Single Edge Notched Beam*). Entretanto, tais métodos demandam procedimentos experimentais complexos, incluindo retificação, obtenção de planaridade e pré entalhe. Nesse contexto, opta-se pelo método IF (*Indentation Fracture* - Fratura por indentação), também conhecido como DCM (*Direct Crack Measurement* - Medida Direta de Trinca), por sua abordagem mais simplificada (89).

Conforme citado por Rao et al., 2019 (90), a determinação da tenacidade à fratura (K_{Ic}) é predominantemente fundamentada nas fissuras geradas na extremidade da indentação Vickers. Na Figura 12, são demonstradas os sistemas de trincas típicos observados durante o teste de fratura por indentação Vickers. As trincas que se formam conectadas às arestas da indentação são denominadas trincas radiais medianas Figura 12a, enquanto aquelas que se destacam do canto da indentação são identificadas como trincas Palmqvist Figura 12b.


Figura 12 – Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers: (a) trinca radial mediana e (b) trinca de Palmqvist. Fonte: Song *et al.*, 2016 (91).

As indentações realizadas para as medições de dureza HV foram empregas também para a avaliação da tenacidade à fratura. Essas medições foram conduzidas imediatamente após a indentação, com o intuito de minimizar as forças residuais que poderiam influenciar na abertura das trincas.

Para cada tipo de trinca, uma equação específica é empregadas para o cálculo da tenacidade à fratura. O método adotado para calcular a tenacidade à fratura (K_{Ic}) foi baseado na equação desenvolvida por Niihara, 1983 (92), a qual analisa a propagação de trincas originadas pela indentação de dureza Vickers em materiais. A Equação 2.4, é usada para trincas tipo radial mediana, enquanto a Equação 2.5, é usada para trincas Palmqvist. Nessas equações E é o modulo de elasticidade, P é a carga aplicada, H dureza vickers. Nesse contexto, **a** representa metade da diagonal da indentação, enquanto **c** e **l** representam os comprimentos das fissuras iniciadas, respectivamente, no centro e na ponta da indentação. Portanto, a indentação dos tipos de trincas presentes na extremidade da indentação é o primeiro passo crucial nesse processo (90, 91).

$$K_{\rm Ic} = 0,0154 \cdot \left(\frac{E}{H_{\rm v}}\right)^{\frac{1}{2}} \cdot P_{\rm c}^{\frac{3}{4}}$$
(2.4)

$$K_{\rm Ic} = 0,0089 \cdot \left(\frac{E}{H_{\rm v}}\right)^{\frac{2}{5}} \cdot P_{\rm a} \cdot l^{\frac{1}{2}}$$
(2.5)

A carga aplicada, da indentação, é um fator que influencia no perfil das trincas, assim como as propriedades do material ensaiado, como citado por Liang, Orange e Fantozzi, 1990 (93), desenvolveram uma fórmula universal, Equação 2.6, que não depende da carga aplicada e do tipo de trinca que é gerada no material analisado.

$$K_{\rm IC} = \left(\frac{0.517}{\alpha}\right) H a^{0.5} \left(\frac{E}{H}\right)^{0.4} \left(\frac{c}{a}\right)^{\left(\frac{c}{18a}-1.51\right)} \tag{2.6}$$

onde α é dado por:

$$\alpha = 14 \left[1 - 8 \left(\frac{4\nu - 0, 5}{1 + \nu} \right)^4 \right]$$
(2.7)

A Tabela 3 mostra um panorama geral de valores encontrados na literatura para a tenacidade à fratura do SiC com seus respectivos aditivos utilizados.

Referência	Compósito	Tenacidade à fratura (MPa.m $^{\frac{1}{2}}$)
Lima (1)	SiC-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	8,18
Lee (94)	SiC-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	8,3
Padture (95)	SiC-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	8,0
Fortini (88)	SiC comercial	6,3
Fortini (88)	SiC/Si	7,2

Tabela 3 – Valores de tenacidade à fratura obtidos na literatura. Fonte: Adaptado de Lima, 2006 (1), Fortini, 2023 (88), Lee,1994 (94), Padture, 1994 (95)

2.2.3 ENSAIO DE FLEXÃO

A empregabilidade do ensaio de flexão é amplamente difundido na indústria cerâmica devido à sua capacidade de fornecimento de dados quantitativo sobre a deformação dos materiais quando submetidos a cargas de flexão. No entanto, é importante ressaltar que esse método impõe sobre a seção transversal da amostra níveis simultâneos de tensões tratativas, compressivas e cisalhantes, em contraste com os ensaios de tração, compressão e torção, que aplicam exclusivamente tensões normais ao corpo de prova (79).

Para a realização do ensaio de flexão é baseado na aplicação progressiva de carga em um ponto específico de um corpo de prova padronizado, o qual deve ser preparado de acordo com o tipo de ensaio a ser conduzido e direcionado (79). Os tipos de ensaio de flexão comumente utilizados incluem: ensaio em vigas engastadas, ensaio em três pontos, ensaio em quatro pontos e flexão biaxial (*ball on three ball - B3B*).

No ensaio de flexão em três pontos, na Figura 13a, o corpo de prova em forma de barra é suportado nas extremidades e uma força é aplicada no centro da amostra. No ensaio B3B, Figura 13b, três esferas sustentam a amostra, enquanto a quarta esfera é posicionada sobre o corpo de prova. A carga é aplicada na esfera central e transmitida para o corpo de prova através de uma pequena área de contato (96). A Figura 13c, diz respeito ao ensaio em vigas engastadas. Uma das extremidades do corpo de prova é fixada, enquanto a carga é aplicada na outra extremidade. Por último, no ensaio de flexão em quatro pontos (Figura 13d), o corpo de prova em forma de barra é apoiado nas extremidade e a carga é aplicada em dois pontos na região central, separados por uma distância padronizada (79).



Figura 13 – Esquema do ensaios de flexão (a) em três pontos, (b) B3B, (c) vigas engastadas e (d) em quatro pontos
Fonte: Adaptado de Wendler *et al.*, 2017 (96) e Garcia, Spin e Santos, 2000 (79).

No método B3B, o uso do contato de quatro pontos promove uma transferêcia uniforme de carga, o que permite tolerar pequenas deformações e variações na planicidade da superfície das amostras, alcançando até 16%. A interferência causada pelo atrito é significativamente minimizada em comparação com suportes fixos, uma vez que as três esferas de carga giram conforme a amostra é submetida à flexão (96). Para o cálculo de resistência à flexão (σ), com unidade em megapascal (MPa), utilizado o método B3B, é empregada a Equação 2.8, com o auxílio das Equação 2.9 e Equação 2.10.

$$\sigma = -0,2387P(X-Y)/b^2 \tag{2.8}$$

Onde : σ é dado em MPa;

P é a carga total que causa a fratura, medida em Newton (N);

b é a espessura do corpo de prova, medido em milímetros (mm).

$$X = (1+\nu)\ln(r_2/r_3)^2 + [(1+\nu)/2](r_2/r_3)^2$$
(2.9)

$$Y = (1+\nu)\ln(r_1/r_3)^2 + [(1+\nu)/2](r_2/r_3)^2$$
(2.10)

Na Tabela 4 diversos autores ponderam os valores obtidos por alguns ensaios, como por exemplo o ensaio de flexão do SiC e da Al_2O_3 , na literatura, à uma temperatura que

Referência	Compósito	Resistência à flexão	Ensaio
Yun (97)	SiC-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃ -SiO ₂	71,2	quatro pontos
Xing $et al.(98)$	SiC-mulita	66,02	três pontos
Fortini (88)	SiC comercial	260	B3B
Fortini (88)	SiC-Si	227,74	B3B

se encontra variante de 1850 °C a 2200 °C, com um percentual em peso de aditivos na faixa de 5 a 15, como estabelecido por eles.

Tabela 4 – Valores de resistência à flexão obtidos na literarura.

Fonte: Adaptado de Yun, 2021 (97), Xing, 2020 (98) e Fortini, 2023 (88)

2.3 PROPRIEDADES, ENSAIO E PROTEÇÃO BALÍSTICA

Com o contínuo avanço dos projéteis, é geralmente observado que os materiais não possuem todas as propriedades necessárias para resistir eficientemente a eventos balísticos (23). Em resposta a essa questão, a blindagem multicamada ou mista emergiu como uma solução viável. O conceito de blindagem mista envolve a combinação de dois ou mais materiais que possuem propriedades distintas e complementares, com o propósito de impedir a penetração do projétil. Essa estrutura de blindagem mista é frequentemente composta por duas camadas distintas: a primeira camada, comumente constituída por materiais cerâmicos, visa fragmentar a ponta ou o projétil em sua totalidade, dissipando considerável parte de sua energia cinética. Por outro lado, a segunda camada, frequentemente composta por materiais dúcteis como polímeros e metais, tem como função absorver a energia cinética remanescente do projétil, assim como dos fragmentos resultantes do impacto balístico da primeira camada (20, 23).

Embora a principal finalidade da blindagem seja prevenir que o projétil atinja o corpo humano, é importante salientar que, devido à diversidade de critérios de design dos sistemas de proteção, não existe um material universalmente ideal para todas as aplicações. Diversos parâmetros devem ser considerados na seleção dos materiais para o sistema de blindagem, tais como o peso, o nível de proteção almejado e o custo envolvido (23, 99).

A maioria das proteções balísticas individuais consiste em uma única camada confeccionada com aramida; no entanto, este material é eficaz apenas contra projéteis de baixa energia cinética. Para enfrentar projéteis de alta velocidade ou alta energia, é imprescindivel empregar um sistema multicamadas, sendo que a primeira barreira contra o impacto geralmente é constituída por materiais cerâmicos (99).

Inicialmente, o projétil impactará a superfície cerâmica. Devido à dureza dessa camada, ocorrerá a absorção da energia cinética mediante a formação de trincas na placa. Posteriormente, o projétil se fragmentará, e as camadas mais internas absorverão a energia residual (100).

Apesar de serem leves e possuírem resistência mecânica, a fragilidade dos materiais cerâmicos pode comprometer a capacidade da placa de resistir a múltiplos impactos. No entanto, os materiais multicamadas demonstram uma maior capacidade de suportar tiros sucessivos, além de apresentarem uma área de danos reduzida (99).

A camada cerâmica representa a principal linha de defesa contra o projétil, enquanto as camadas subsequentes são responsáveis pela absorção residual do impacto (100). Entre os materiais cerâmicos empregados na proteção balística, o Al_2O_3 destaca-se pelo menor custo de produção, seguido pelo SiC e B_4C . No entanto, as propriedades do Al_2O_3 são inferiores às dos materiais mencionados, limitando sua aplicação à proteção contra calibres leves (23, 20). O B4C apresenta excelentes propriedades mecânicas, entretanto, seu custo de fabricação é elevado e exibe baixa resistência a múltiplos impactos (23). Por sua vez, o SiC destaca-se por possuir propriedades mecânicas superiores ao Al_2O_3 e custo inferior ao B4C, tornando-o uma opção viável que combina desempenho satisfatório com custo mais acessível. Consequentemente, o SiC tornou-se um dos materiais mais investigados para aplicações em sistemas de blindagem (23), (20).

Segundo o Regulamento de Produtos Controlados do Brasil, de 30 de setembro de 2019, sob o Decreto n°10.030, os materiais balísticos de proteção individual são classificados como Produtos Controlados pelo Exército (PCE).

Em relação a Portaria n°18 - DLog, de 19 de dezembro de 2006, aprova as Normas Reguladoras da avaliação técnica, fabricação, aquisição e importação e destruição de materiais balísticos. No Art. 8°, desta Portaria, a determinação é que os coletes balísticos desenvolvidos no Brasil são avaliados no Centro de Avaliações do Exército (CAEx), sendo assim baseado na norma (*National Institute of Justice*) NIJ 0101.04. No Art. 12°, é estabelecido que as placas balísticas, destinadas a promover o nível de proteção balística desejado, poderão ser testadas e comercializadas, se cumprirem as dimensões mínimas previstas na NIJ 0101.04, aplicado ao material estudado nessa dissertação.

A NIJ 0101.04, separa em níveis de uso, em relação ao calibre, sendo assim permitido ou sendo considerados restritos (RTO). No Brasil, os níveis de proteção adotados seguem o descrito na norma. Os níveis I ao III-A podem ser comercializados para uso geral, enquanto os outros dois níveis, III e IV, só podem ser comercializados para Forças Armadas e demais Órgãos de Segurança Pública, sendo esses, devidamente autorizados pelo Exército Brasileiro (EB).

Para garantia contra ameaças balísticas que variam dos níveis de proteção I ao III-A, não se evidencia a obrigatoriedade da incorporação de placas balísticas, visto que os painéis balísticos dimensionados adequadamente conferem proteção balística ao indivíduo. Por outro lado, para assegurar a defesa contra ameaças provenientes dos calibres dos níveis III e IV, a inclusão de placas balísticas se torna imperativa, seja de forma isolada ou em combinação com os referidos painéis balísticos. A Tabela 5 mostra os níveis citados,

Nível	Munição	Velocidade (m/s)	Energia (J)	Restrição
Ι	.22 caliber LR	329	140,71	PERMITIDO
Ι	.380 ACP FMJ	322	$321,\!42$	PERMITIDO
II-A	$9 \mathrm{mm} \mathrm{FMJ} \mathrm{RN}$	341	465,12	PERMITIDO
II-A	40 S&W FMJ	322	606,55	PERMITIDO
II	$9 \mathrm{mm} \mathrm{FMJ} \mathrm{RN}$	367	538,76	PERMITIDO
II	.357 Magnum	436	969, 49	PERMITIDO
III-A	9mm FMJ RN	436	779,39	PERMITIDO
III-A	.44 Magnum SWC Chumbo	436	1.482,75	PERMITIDO
III	7,62x51 mm - NATO FMJ	847	3.443,56	RESTRITO
IV	.30 Caliber M2 AP	878	4.162,77	RESTRITO

juntamente com as munições, velocidades, grau de restrição.

Tabela 5 – Descrição dos níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.04 Fonte: Adaptado de NIJ 0101.04 (2000) (101).

A avaliação dos níveis de proteção balística, conforme estabelecido pela norma NIJ 0101.04 (101), implica no impacto do material balístico a ser testado com munição correspondente ao nível almejado, carregada com uma quantidade de pólvora que atenda à velocidade especificada na mencionada norma. A massa do projétil varia de 2,6 g a 11 g, aproximadamente, a unidade comumente empregada em balanças de recarga, sendo os projéteis geralmente medidos em incrementos de 1 gr e as cargas de pólvora em incrementos de 0,1 gr (*grains*). Essa unidade é usualmente utilizada nas balanças de recarga.

As munições utilizadas nos testes não são encontradas no mercado em sua configuração padrão, pois são selecionadas pontas específicas (projéteis), adequadas ao calibre requerido, com o carregamento manual ou automatizado do estojo com a quantidade de pólvora necessária para alcançar a velocidade prescrita no teste.

É imprescindível a calibração precisa da quantidade de pólvora antes de iniciar o teste balístico, garantindo que impactos cuja velocidade esteja fora da tolerância especificada sejam desconsiderados. A velocidade é monitorada por meio de dois sensores ópticos instalados ao longo da trajetória, separados por uma distância C, como observado na Figura 14.



Figura 14 – Esquema do teste balístico conforme a norma. Fonte: Adaptado de NIJ 0101.04 (2000) (101)

O componente do colete a ser submetido a teste é posicionado verticalmente e fixado por meio de fitas elásticas sobre o Material de Apoio (BMF - Backing Material Fixture), que apresenta densidade semelhante à do corpo humano, com o intuito de simular o impacto que o corpo humano experimentaria caso fosse alvejado nas condições de teste.

O Material de Apoio prescrito pela norma NIJ 0101.04 é uma substância composta por argila moldável, conhecida como plastilina. A NIJ especifica o uso da Plastilina marca Roma ®nº 1 (RP1), cuja densidade é meticulosamente verificada antes, durante e após os testes.

Após o disparo da munição através da ação do provete e o subsequente impacto do projétil no colete, o colete balístico é examinado e classificado como perfuração total (*complete*), quando o projétil penetra completamente no material testado, podendo-se observar a presença de fragmentos da munição no material de apoio, ou como perfuração parcial (*partial*), quando o projétil apenas deforma o material testado sem atravessá-lo.

Para os resultados classificados como perfuração parcial, a deformação causada pelo impacto balístico é medida por meio da indentação na plastilina (trauma). A norma NIJ 0101.04 estipula um limite máximo de 44 mm de trauma no material para que este seja aprovado. A Figura 15 ilustra o procedimento de avaliação da indentação no material de apoio.



Figura 15 – Análise do desempenho balístico através da medida do trauma em um material de apoio - plastilina Fontes Adante de MIL 0101 04 (2000) (101)

Fonte: Adaptado de NIJ 0101.04 (2000) (101).

Embora a NIJ 0101.04 ainda esteja vigiente, alguns países usam a versão mais recente da norma (NIJ 0101.06), em vigor desde junho de 2008. A diferença entre a 0101.04 e a 0101.06 é quanto aos níveis de proteção, na NIJ 0101.06, foi descartado o nível de proteção I, os demais permanecem com os mesmos calibres, havendo alteração da velocidade de teste para alguns deles, visando a maior segurança para o usuário, como demonstrado na Tabela 6 (102).

Nível	Munição	Velocidade (m/s)	Energia (J)	Restrição
II-A	9mm FMJ RN	355	465,12	PERMITIDO
II-A	40 S&W FMJ	325	606,55	PERMITIDO
II	$9 \mathrm{mm} \mathrm{FMJ} \mathrm{RN}$	379	538,76	PERMITIDO
II	.357 Magnum	408	969, 49	PERMITIDO
III-A	$9 \mathrm{mm} ~\mathrm{FMJ} ~\mathrm{RN}$	448	779,39	PERMITIDO
III-A	.44 Magnum SWC Chumbo	408	1.482,75	PERMITIDO
III	7,62x51 mm - NATO FMJ	847	3.443,56	RESTRITO
IV	.30 Caliber M2 AP	878	4.162,77	RESTRITO

Tabela 6 – Descrição dos níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.06. Fonte: Adaptado de NIJ 0101.06 (2008) (102).

Para a realização dos testes balístico, na NIJ 0101.06 o espaço amostral é bem

maior do que a NIJ 0101.04, além disso, a aplicabilidade da nova norma no CAEx não é reproduzida devido a falta de equipamento. Para o uso da NIJ 0101.04 são necessários 04 amostras, ao contraponto de 14 amostras (101, 102).

O valor relacionado a deformação ou trauma, na NIJ 0101.06 é no valor aceitável de 44 mm, para teste na plastilina. Esse trauma é tratado como *Backface Signature* (BFS) (102).

O Sistema de Blindagem Multicamada (SBM), segundo de Assis *et al.*, 2017 é composto por uma placa de alumínio, fibras naturais e a parte cerâmica Figura 16 (103). O SBM, conhecido atualmente como blindagens multicamadas, consiste na sobreposição de placas compostas por materiais distintos com o objetivo de explorar as diferenças em suas propriedades, visando assegurar o melhor desempenho. A combinação desses materiais, que possuem propriedades diversas e complementares, tem como finalidade evitar a penetração do projétil e reduzir o trauma decorrente do impacto. A Figura 17 apresenta uma ilustração de um Sistema de Blindagem Multicamadas (SBM) submetido a impacto balístico.



Figura 16 – Esquema de um Sistema de Blindagem Multicamada (SBM) Fonte: Adaptado de de Assis *et al.*, 2017 (103)

O uso de materiais cerâmicos no SBM serve para resistência aos esforços provenientes dos eventos iniciais, servindo como uma primeira camada, onde ocorre o impacto com o projétil. Tendo a função de desgastar a ponta e dissipação de parte da energia cinética através da fragmentação da sua massa, ajudando a melhorar a distribuição da pressão do impacto sobre a camada posterior.

Na configuração de um sistema multicamadas de blindagem, a segunda camada é composta por materiais dúcteis, sejam eles metálicos ou poliméricos, e sua finalidade consiste em absorver a energia cinética residual do projétil, bem como dos estilhaços provenientes da munição e da própria cerâmica, por meio de sua deformação plástica. Os materiais comumente empregados para esse propósito incluem a aramida, o polietileno de ultra alto peso molecular e compostos de fibras naturais em matriz polimérica.

Em alguns sistemas, é possível a aplicação de uma terceira camada, composta por um metal dúctil, frequentemente uma liga de alumínio, com o intuito de absorver a energia residual através de sua deformação plástica (23).

A eficácia das cerâmicas em sistemas de blindagem conjugada é notável, pois o impacto do projétil com a face cerâmica desencadeia ondas de choque compressivas, associadas a pressões elevadas, que atravessam tanto o projétil quanto o material cerâmico à velocidade das ondas respectivas. A interação dessas ondas, após reflexão, ocorre no interior do projétil, resultando em sua fragmentação. Além disso, quando a ponta do projétil alcança o alvo, uma área reduzida é submetida a uma alta compressão, ocasionando a formação de um cone de fraturas (104, 105).

A erosão do projétil ao atravessar o material cerâmico, induzida pela ação das partículas fragmentadas, é responsável em grande parte pela dissipação da energia cinética do projétil. Portanto, é crucial que a face cerâmica apresente uma dureza elevada (105, 104).



Figura 17 – Esquema de impacto em diferentes estágios de impacto entre projétil e material de blindagem

Fonte: Adaptado de Andraskar, 2022 (106)

O excesso de porosidade no material cerâmico prejudica o desempenho da blindagem, devido à redução da dureza e da densificação. No entanto, uma porosidade residual pode favorecer a proteção balística, uma vez que os poros funcionam como pontos de aquecimento localizados (107), convertendo parte da energia cinética do projétil em energia térmica. Assim, a relação entre absorção de energia e dureza é crucial para determinar o desempenho balístico.

Segundo Kaufmann e colaboradores, 2003 (108) avaliaram o desempenho de blin-

dagens de SiC, B_4C e Al_2O_3 por meio da profundidade de penetração em impactos de munição .50 perfurante. O SiC demonstrou o melhor desempenho, enquanto o Al_2O_3 apresentou o pior. Em muitos casos, o comportamento do SiC foi similar ao do B_4C .

A principal desvantagem das blindagens cerâmicas reside no favorecimento da produção de microtrincas ao serem impactadas, as quais podem se propagar até a região de impacto (109), resultando na fragmentação do material e na vulnerabilidade do mesmo a novos impactos. A Figura 16 apresenta as sequências de fragmentação de uma cerâmica e de avaria do projétil (106) ao longo das diferentes etapas do impacto.

A resposta balística de um material cerâmico está associada a diversos fatores, como microestrutura, composição química, constituição de fases, propriedades físicas (densidade, dureza, módulo de Young, resistência mecânica, resistência à fratura e velocidade sônica), além da eficiência em dissipar a energia do impacto balístico. Uma única propriedade não define o comportamento do material, uma vez que o mecanismo de fratura durante o impacto do projétil é complexo, sendo as fraturas criadas por gradientes de tensão que ocorrem em um período relativamente curto. Portanto, apenas a combinação de diferentes propriedades pode resultar em um material cerâmico balístico eficiente (99).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente capítulo são descritos os materiais usados nesta pesquisa, os procedimentos e métodos para a preparação dos corpos hexagonais cerâmicos, sendo eles verde e sinterizados. Os pós do Al_2O_3 e do compósito cerâmico SiC+ Al_2O_3 , foram analisados por difração de raios X (DRX) com refinamento de Rietveld, Microscopia Eletrônica de Varredura com Fonte de Emissão de Campo (MEV-FEG) e Distribuição de Tamanho de Partícula (DTP). Em relação à sinterização, o estudo foi feito nas placas sinterizadas de cada compósito. Para a análise das propriedades físicas e mecânicas foram utilizados os corpos hexagonais cerâmicos sinterizados; além disso, foi realizado o ensaio de dureza Vickers e Rockwell e o ensaio de densidade pela técnica de Archimedes. As amostras produzidas foram nomeadas de acordo com: percentual em peso de Al_2O_3 e SiC, espessura e reforço de fio de *nylon* Tabela 15.0 ZPEC (110) e o Al_2O_3 com pureza de 99,5%, são cerâmicas pré-comerciais disponibilizados para testes e usados em estudos preliminares e comparativos, abordados e demonstrados durante o densenvolvimento da redação do presente trabalho.

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Os materiais utilizados estão descritos na Tabela 7. A amostra S84 é fornecida pela empresa FIVEN®, nacionalidade norueguesa, com cede na cidade de Barbacena - MG, Brasil, aditivado industrialmente e com descrição de seus componentes na Tabela 8. Os demais materiais utilizados fornecidos pela empresa Cerâmica Técnica e Architetural (CETARCH), de nacionalidade brasileira, com sede na cidade de Criciúma - SC, Brasil. A nomenclatura usada dos materiais de partida do estudo, em percentual, estão descritos na Tabela 15.

Nomenclatura	SiC (%)	$Al_2O_3(\%)$
A99	-	99.5
A96	-	96
A95	-	95
S99	99.5	-
S40	40	60
S60	60	40
S84	84	-

Tabela 7 – Nomenclaturas e composição dos pós recebidos da empresa.

Fonte: Adaptado de CETARCH, 2023 (111).

A Tabela 9 apresenta de forma detalhada a densidade e a distribuição do tamanho de partículas (DTP) dos materiais estudados. A composição percentual dos aditivos nas

Elemento	% (massa)	
S84	84.00	
Aglutinante orgânico	6,00	
Al_2O_3	5,50	
Y_2O_3	3,50	
Umidade	1,00	

Tabela 8 – Composição dos elementos em porcentagem de massa da amostra (FIVEN®) Fonte: Autor

amostras, que são informações proprietárias da empresa CETARCH, foram consideradas neste estudo colaborativo com o objetivo de aprimorar as propriedades da cerâmica em questão.

Componente	Densidade (g/cm^3)	DTP (d ₅₀ - <i>µm</i>)
A96	3,97	2,5 - 5,0
S99	3,21	0,005 - 0,1
S84	3,21	100

Tabela 9 – Propriedades das amostras como recebidos pelas empresas.

Fonte: CETARCH, 2023 (111), FIVEN® (112)

3.2 MISTURA, PRENSAGEM E SINTERIZAÇÃO

A confecção dos corpos verdes foi realizada em prensagem uniaxial à frio, com matriz hexagonal, com tamanho aproximado de 7 cm de diagonal. A prensa utilizada é de modelo CETARCH - PART NUMBER PRENSA: PH50CT, Figura 18a. A prensagem dos corpos verdes foi realizada em um único estágio com carga de 2 toneladas. As amostras A96 foram confeccionadas em diferentes espessuras, variando-as de 4 mm a 7 mm, e os demais compósitos de 6 mm a 8 mm, conforme Figura 18b. A sinterização dos corpos verdes foi realizada a temperaturas acima de 1800°C, utilizando fornos desenvolvidos pela própria empresa. Durante o processo, foi empregada uma atmosfera oxidante para assegurar a qualidade e uniformidade das amostras sinterizadas.

3.3 ENSAIOS FÍSICOS

Foram realizadas as seguintes caracterizações dos pós, como: tamanho de partícula, difração de raios X, MEV e densidade e porosidade.

3.3.1 TAMANHO DE PARTÍCULA

A análise do tamanho de partícula foi realizada na quantidade de um *eppendorf* pela técnica de espalhamento de luz, na qual as partículas recebem a incidência de um



Figura 18 – Imagem (a) prensa hidráulica CETARCH, (b) corpos verdes Fonte: Adaptado de CETARCH, 2023 (111)

feixe de *laser*. O estudo foi realizado no Laboratório do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), localizado na Universidade Federal do Rio de Janeiro, na cidade do Rio de Janeiro - RJ, em um analisador de partículas da marca Master Sizer 2000, modelo Hydro 2000MU para pós micrométricos e a dispersão realizada em álcool isopropílico.

3.3.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A análise por difração de raios X (DRX) das amostras foi realizada em um difratômetro de modelo Malvern Pananalytical Empyrean (PANalytical), no laboratório de DRX do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), localizado no Rio de Janeiro -RJ, empregando radiação CuK α ($\lambda = 1,540598$ A). O ângulo de difração (2 θ) variou de 10° a 90°, com *step size* de 0,03° e *time per step* de 250 s. A tensão de aceleração admitida no tubo de raios X foi de 40 kV e a corrente, de 45 mA.

Os resultados obtidos foram analisados e indexados com o programa *HighScore Plus*, da (*PANalytical*). O refinamento pelo método de Rietvield, que é a análise quantitativa das fases, foi realizado no programa TOPAS. Esse método foi originalmente concebido para o refinamento das estruturas cristalinas, usando dados da difração de raios X ou de nêutrons para as amostras. Foram realizados alguns ajustes, como os parâmetros da estrutura cristalina e fatores que definem o perfil dos picos e o ruído de fundo (*background*), para que o difratograma calculado com base na estrutura cristalina se aproxime do difratograma observado, que deve ser obtido em um processo de varredura. A realização do passo a passo promovendo 2θ pequeno e constante, para um melhor perfil dos picos de difração. A soma das diferenças quadráticas entre as contagens medidas e calculadas para cada ângulo de medida deve ser verificada a cada ponto relacionado ao ajuste (113, 114).

3.3.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras, em pó e sinterizadas, foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura com feixe produzido por um canhão de emissão de campo (FEG-SEM – *"Field Emission Gun – Scanning Electron Microscopy"*). O modelo usado foi o Microscópio Eletrônico de Varredura Quanta FEG-250, localizado no Instituto Militar de Engenharia (IME), no Rio de Janeiro – RJ, com uma tensão de aceleração que variou de 10-30 kV e magnificação de 50x à 20.000x. A observação das amostras sinterizadas ocorreu na superfície de fratura sem qualquer tipo de preparação superficial (115). A realização da análise da topografia da superfície da amostra por meio de imagens formadas por elétrons secundários (SE), utilizando um detetor do tipo Everhart-Thronley (ET) (115, 116). Outro tipo de imagem gerada através do sinal coletado de elétrons retroespelhados (BSE - *Backscattered Electron*), sendo observados os elementos do número atômico maior surgem mais claros na imagem (115).

3.3.4 DENSIDADE E POROSIDADE

O cálculo para obtenção da densidade e porosidade dos corpos cerâmicos foram baseados na norma NBR 16661:2017, da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), baseada no princípio de Arquimedes. Os CP foram pesados após secagem, a balança utilizada foi a Gehaka modelo BK 300, do Instituto Militar de Engenharia (IME).

Para a realização do ensaio as amostras foram fervidas, em água destilada, por 1 hora e resfriadas até a temperatura ambiente. Com isso foi medida a massa imersa (mi), com a amostra mergulhada em 200 mL de água destilada. Após a medição, as amostras são retiradas com o auxílio de uma pinça e envolvidas em um pano úmido para retirar o excesso de água de sua superfície, medindo-se, em seguida, a massa saturada (ms). Os CP usados para medição foram os hexagonais. Antes da medição da massa imersa, os CP foram secos em estufa a mais ou menos $100^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$, por 24 horas para a medida de massa seca (ms).

Para o cálculo da densidade de massa aparente (dma), que é expressa em g/cm³, sendo definida pela norma como o quociente da massa seca pelo volume aparente (va), que é o volume do material sólido mais o volume dos poros abertos e fechados, em cm³, sendo assim demonstrada abaixo, onde me é a massa específica da água com o valor de $1g/cm^3$, de acordo com a norma.

$$v_a = \frac{m_u - m_i}{m} \tag{3.1}$$

$$d_{\rm ma} = \frac{m_s}{v} \tag{3.2}$$

A densificação foi calculada relacionando dma pela densidade da mistura (ρ_m), considerando a composição antes da sinterização, calculada pela regra das misturas dos pós de base para a mistura do compósito e pela densidade teórica (ρ_t), sendo consideradas para o cálculo da densindade e após o refinamento de fases por Rietvield.

Sendo a porosidade aparente calculada pelo quociente do volume dos poros abertos pelo volume aparente, como Equação 3.3.

$$p_a = \frac{m_u - m_s}{m_e \cdot v_a} \times 100 \tag{3.3}$$

3.4 ENSAIOS MECÂNICOS

Os ensaios mecânicos são técnicas empregadas para adquirir informações preciosas sobre materiais. Amplamente utilizados no comércio de ferramentas e em diversas indústrias, esses métodos oferecem uma abordagem eficaz para avaliar a integridade e as propriedades dos materiais, garantindo sua qualidade e segurança. As seguintes análises foram levantadas nos CP sinterizados, como dureza, tenacidade à fratura e ensaio de flexão.

3.4.1 ENSAIO DE DUREZA

Os parâmetros dos ensaios de dureza foram aplicados conforme norma. Os ensaios ocorreram no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, acreditado pelo INMETRO (Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia).

Para o ensaio de dureza Vickers o aparato experimental é o microdurômetro Shimadzu HMV-G. A carga utilizada foi de 1000 gf com tempo de 15 segundos. A medição das duas diagonais se dá ao microscópio acoplado à máquina de teste, tendo uma exatidão de medição de 1×10^{-3} mm, e a média usada para a determinação da dureza HV, está demonstrada na Equação 2.4, sendo P (peso) é a carga, medida em Newton (N) e d (distância) sendo o comprimento da diagonal da impressão (mm).

Como o ensaio de dureza, a dureza HRA foi medida no Laboratório de Ensaios Mecânicos, no Instituto Militar de Engenharia (IME), com aplicação de 60 kg de carga de indentação. Segundo alguns autores, o uso da dureza HRA para análise em materiais cerâmicos tem sido difundido devido a sua alta complexidade de análise e por não precisar de um preparo prévio na superfície do teste (88). No estudo abordado no presente trabalho ocorreu uma tentativa de adaptação do indentador, para a realização da dureza HV, em um equipamento Rockwell, para a possibilidade de criar ou padronizar, internamente, a análise da dureza em materiais cerâmicos, porém o experimento ocorreu sem sucesso devido ao entrave do diâmetro do indentador em relação ao aparato experimental utilizado. Embora não existam normas específicas para a medição de dureza Rockwell (HRA) em materiais cerâmicos, a literatura mostra que alguns autores utilizam essa técnica. A dureza Rockwell A apresenta vantagens e desvantagens. Uma vantagem é a preparação superficial simples, que não requer polimento especular. Como desvantagem, os danos superficiais extensos causados pela indentação podem reduzir o valor medido. (25, 117, 118). Para o uso da referida escala HRA, foi utilizada a norma ASTM E18-22.

3.4.2 TENACIDADE À FRATURA

A tenacidade à fratura é determinada com base nas medidas de indentação Vickers, referidas como IF (*Indentaion Fracture* - fratura por indentação) ou DCM (*direct crack measurement* - medida direta de trinca). Esta metodologia requer apenas uma pequena área polida, a partir de qual é possível obter rapidamente numerosos pontos de dados. Além disso, ela utiliza amostras de dimensões reduzidas e procedimentos experimentais de fácil execução (119).

O método IF envolve a medição do tamanho das trincas radiais formadas durante a indentação sob cargas superiores a um valor crítico, necessário para iniciar as trincas em torno do indentador. A configuração geométrica das trincas permite sua classificação em dois sistemas: o sistema mediano ou radial mediano, composto pelas trincas medianas e radiais e o sistema Palmqvist, composto exclusivamente pelas trincas radiais, como observado na Figura 12 (119).

3.4.3 ENSAIO DE FLEXÃO

A resistência do material foi determinada conforme a norma ABNT NBR ISO 6872:2016, utilizando o ensaio do disco apoiado em três esferas (B3B). O ensaio ocorreu no Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM), no Instituto Militar de Engenharia (IME), no Rio de Janeiro, na máquina de Ensaios Universais DL-1000 EMIC. Dez amostras foram testadas para cada condição, seguindo os requisitos da norma, que especifica um diâmetro de 14 \pm 2 mm e uma espessura de 1,5 \pm 0,5 mm para as amostras. As amostras foram posicionadas sobre três esferas metálicas, com diâmetro de 2,5 mm, espaçadas a 120° em um círculo de 10 mm de diâmetro, e submetidas a uma taxa de carga de 0,5 mm/min no centro das amostras através de um pistão perpendicular até a fratura. A resistência à flexão biaxial foi calculada conforme a Equação 2.8.

O valor do coeficiente de Poisson, considerando a sinterização em fase líquida, é de 0,22 para o Al_2O_3 e 0,16 para o SiC, com base na literatura Wachtman (1989) (120), Evans (1976) (121) e Fortini (2023) (88), porém no presente trabalhado será adotado o valor de 0,22 para todos os materiais estudados, devido ao uso das amostras S2 e S3.

3.5 SISTEMA DE BLINDAGEM MULTICAMADA E ENSAIO BA-LÍSTICO

A confecção do Sistema de Blindagem Multicamada (SBM), constituiu na fixação das placas cerâmicas a placas de aço inox 306L com auxílio de cola à base de poliuretano (PU). A placa de aço inox 306L, dimensão de 100 x 100 mm, pesando 385,3 g (Figura 19).



Figura 19 – Placa de aço inox 306L, com dimensões de 100 x 100 mm. Fonte: Autor

Para a fixação dos corpos cerâmicos hexagonais dos compósitos confeccionados, foi utilizada cola de poliuretano (PU), conforme ilustrado na Figura 20a. Os corpos cerâmicos foram fixados no centro de uma placa de aço inoxidável, totalizando 6 corpos de prova (CP) para cada compósito. Um dos CPs teve um fio inserido ao redor do corpo cerâmico hexagonal sinterizado (Figura 20b) para a realização do ensaio balístico.

Cada placa foi medida para garantir a fixação exata do inserto cerâmico em seu centro. Para assegurar a colagem do inserto, foi utilizada fita adesiva de polipropileno (*silver tape*), com dimensões de 45 x 25 mm, da marca 3M, envolvendo todo o conjunto, conforme Figura 21.

Os ensaios balísticos foram executados no Centro de Avaliações do Exército (CAEx), localizado na Restinga da Marambaia, Rio de Janeiro - RJ, Brasil, em dezembro de 2023, conforme normas do Instituto de Justiça Norte Americano, NIJ 0101.04 e NIJ 0101.06. Como abordado no capítulo anterior, a NIJ 0101.06 não está em vigor nos testes realizados no CAEx, com isso, o estudo em questão adota NIJ 0101.04. A realização de estudo



Figura 20 – Sistema de Blindagem Multicamada (a) inserto cerâmico fixado com cola de poliuretano e (b) inserto cerâmico fixado com cola de poliuretano com o fio aderido ao redor.



Fonte: Autor

Figura 21 – Corpos de prova confeccionados envoltos em fita $silver\ tape.$ Fonte: Autor

preliminares nas amostras S84 e A99 aos realizados nos materiais da pesquisa serão abordados no capítulo de Resultados e Discussão. Os procedimentos seguiram as diretrizes descritas no anteriormente. O calibre do projétil é o 7,62 x 51 mm com distância do alvo de 15 metros (Figura 22a), tendo ocorrido um disparo para cada CP. A Tabela 15 descreve a produção dos CP preparados para os ensaios balísticos, juntamente com a imagem do esquema para o teste com o posicionamento do CP (Figura 22b).



Figura 22 – Descrição do aparato experimental (a) provete a 15 m do CP, (b) posicionamento do CP para ensaio

Os testes de velocidade residual foram conduzidos para avaliar a resistência balística dos insertos cerâmicos, permitindo estimar as propriedades balísticas dos compósitos produzidos. A velocidade residual é válida quando o projétil ultrapassa a barreira, no caso do estudo apresentado, o SBM confeccionado, e por consequência, a possibilidade de estimar a energia absorvida (Eabs) e a velocidade limite (VL) de cada amostra, com perfuração total. Essa velocidade é definida como velocidade de impacto (Vi), e a velocidade mínima atingida após o impacto é conhecida como velocidade residual (Vr).

Através de um radar Doppler (Figura 23a) é possível aferir as velocidades do projétil antes e após o impacto. Dessa forma, mede-se a energia absorvida pelo CP pela variação de energia cinética do projétil, por meio da Equação 3.4, pode-se ainda, medir a velocidade limite (V_L), por meio da Equação 3.5, considerando a massa do projétil do calibre 7,62 x 51 mm de 9,3 g. O primeiro ensaio realizado a ser realizado de velocidade residual devem ser nas amostras de aço inox sem inserto cerâmico para calibragem do radar Figura 23b e Figura 23c.

$$E_{\rm ABS} = \frac{m(v_i^2 - v_r^2)}{2}$$
(3.4)

$$v_l = \sqrt{\frac{2E_{\text{ABS}}}{m}} \tag{3.5}$$

Os CP ensaiados foram fixados a um suporte, conforme a Figura 22b. Os alvos estavam à distância de 15 m do provete, e foram impactados por projéteis calibre 7,62 mm X 51 mm CBC (FMJ NATO Ball), segundo a NBR 15000 (ABNT NBR 15000, 10/2020) (122). A fim de verificar se as velocidades foram condizentes com aquelas especificadas nesta norma, utilizou-se a barreira óptica HPI modelo B471.

Para os disparos de todos os ensaios realizados, adotou-se o mesmo valor para



Figura 23 – Descrição dos elementos (a) radar Doppler, (b) CP aço inox antes do ensaio para calibração, (c) CP após ensaio de calibração

a massa do projétil - ponta da munição, que é o objeto lançado para fora da arma no ato do tiro - 9,33 g, dado fornecido pelo fabricante. Já a velocidade do disparo é um parâmetro que varia de tiro para tiro, pois algumas condições, tais como o estado da arma e características da carga presente no estojo de cada munição produzida fazem variar de forma significativa o valor da velocidade de saída na boca da arma e, consequentemente, o valor da velocidade de impacto. Com isso surge a necessidade de se medir essa grandeza para cada tiro em particular, o que foi feito com o uso do radar Doppler do CAEx, o qual gerou diversos relatórios numéricos e gráficos pelo seu programa, os quais possibilitaram a coleta das informações necessárias aos cálculos desse estudo demonstrados a frente.

Os testes preliminares utilizando amostras A99 e S84 foram fixados em blocos de plastilina. A deformação plástica na plastilina, provocada pelo impacto balístico do projétil, permite a aferição da profundidade de sua deformação, utilizada como parâmetro para a avaliação de coletes à prova de balas do nível III conforme NIJ 0101.04. As penetrações na plastilina foram aferidas por um sensor ótico modelo Q4X da marca Banner e realizado um impacto a cada CP. Como descrito no capítulo de Revisão de Literatura, o valor máximo aceitável para o ensaio em plastilina é de 44 mm de penetração, dados que serão analisados posteriormente acerca do referido estudo.

Uma abordagem específica para medir a profundidade de penetração sem o uso de plastilina foi desenvolvida, no estudo em questão, para melhorar a análise de traumas causados pelo impacto balístico em placas de aço inoxidável. Amostras que não tiveram uma perfuração completa precisam de este procedimento. Esta nova métrica, chamada de penetrabilidade (P), oferece uma alternativa confiável para o cálculo da velocidade residual e permite uma avaliação precisa do trauma causado pelo impacto do projétil. Esta técnica inventiva melhora nossa compreensão da eficácia dos materiais testados. Além disso, contribui significativamente para a criação de padrões mais rígidos e aplicáveis na área de proteção balística.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

No presente capítulo serão demonstrados os resultados obtidos nessa pesquisa. Apresentadas as análises dos pós de partida, os corpos verdes e sinterizados e por fim, os ensaios balísticos.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS

4.1.1 Tamanho de partícula

A análise de distribuição do tamanho de partícula (DTP) foi realizada na quantidade de um *eppendorf* nos pós fornecidos pela empresa CETARCH, conforme mostrado na Tabela 9. Os resultados da análise de tamanho de partícula indicam que os valores experimentais obtidos no ensaio estão dentro dos parâmetros fornecidos pela empresa para o A96. No entanto, os valores encontrados para o S99 apresentaram divergências. Embora os tamanhos observados para o S99 sejam diferentes dos relatados pelo fabricante, eles se encontram em uma média comumente aplicada na sinterização do SiC (88, 123).

Amostra	DTP encontrado (μm)	DTP CETARCH (μm)
A96 S99	$3,376 \\ 5,960$	2,5 - 5,0 0,005 - 0,1

DTP - Distribuição do Tamanho de Partícula encontrado;

DTP CETARCH - Distribuição do Tamanho de Partícula fornecido pela empresa CETARCH

Tabela 10 – Distribuição do tamanho de partícula das amostras recebidas

Fonte: Autor

4.1.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

De acordo com a relização do refinamento de Rietvield foi possível quantificar as fases presentes em todas as amostras. Na Figura 45, vemos um percentual de 98,9% de corundum, que corresponde α -Al₂O₃, sendo essa a fase mais estável do Al₂O₃. O 1,10% refere-se a calcita (carbonato de cálcio - CaCO₃), tal composição pode estar presente devido ao ligante usado pela empresa para a realização da sinterização do corpo verde e assim, auxiliando na diminuição da temperatura de sinterização e melhor condensação e diminuição dos poros. Ao observar a Figura 41, Figura 42, Figura 43, Figura 44 no Apêndice B, que corresponde ao S99, S40 e S60 foram obtidas cinco fases, sendo elas demonstradas na Tabela 11 abaixo.

Como apresentado na Tabela 11 as amostras que contém SiC apresentaram predominantemente o politipo 6H. A utilização de uma atmosfera oxidante durante a sinterização

Amostra	3H (%)	4H (%)	6H (%)	15R (%)	Al_2O_3 (%)	$CaCO_3$ (%)
A96	-	-	-	-	98,89	1,10
S99	38,40	$0,\!60$	34,86	12,77	13,37	-
S40	16,02	0,50	11,07	6,88	65,57	-
S60	24,39	0.34	19.52	5.09	50.65	-
S40-4	8,67	0,20	15,35	1,70	74,08	-
S60-6	16,39	0,21	11,28	0,90	71,21	-

Tabela 11 – Percentual em peso de fases encontradas pelo método de Rietvield.

pode favorecer a formação do politipo, que é o mais comum entre as possíveis variantes (1, 124). Pode-se notar que o valor de SiC em relação ao volume estabelecido do compósito mostra um aumento após a sinterização dos compósitos em relação as fases do Al_2O_3 (50,65%) para, aproximadamente de 71,21% de Al_2O_3 e aproximadamente 28,8% de SiC, sendo considerados seus politipos. Observa-se também que devido a presença de Al no SiC, nesse caso com a Al_2O_3 , pode favorecer o politipo 4H, que pode estar diretamente relacionado a formação do 6H (1, 120, 125). O uso de um ambiente oxidante durante a sinterização pode incentivar a produção do politipo, que é o mais estável entre os tipos potenciais (1, 124, 34). É possível que a temperatura de sinterização tenha ocorrido em níveis elevados devido à transformação de fases (120, 125). Contudo, permanecem picos não identificados pelo refinamento, sugerindo a presença de uma ou duas fases cristalinas adicionais. Estas fases são possivelmente de estrutura hexagonal ou romboédrica, indicando complexidade na composição cristalográfica que merece uma investigação mais aprofundada para uma caracterização completa dos materiais (124). No entanto, devido às regras de confidencialidade da indústria, essa observação não pode ser confirmada como verdadeira.

4.1.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A amostra S99 foi submetida a microscopia eletrônica de varredura que permitiu observar partículas equiaxiais com arestas pontiagudas que variavam em tamanho (1, 124). Esse comportamento das partículas que passaram por processo de cominuição é amplamente reportado (1, 37). Todavida, como apresentado na Tabela 10, outros autores também observaram partículas que podem ser esferioidizadas por métodos de beneficiamento no tratamento dos pós que não foram aplicados nos materiais de partida do presente estudo (37, 88, 126). As Figura 24a e Figura 24b evidenciaram partículas que variaram entre 10 μm a 50 μm , no aumento ente 1.500x 6.000x, resultados que corroboram com valores fornecidos pela CETARCH e o experimento de DTP.

A Figura 25 apresenta a análise da composição fornecida pela CETARCH por EDS dos pós S99 e A96, conforme Tabela 9. A presença de carbono (C), alumínio (Al), oxigênio (O) e silício (Si), confirma os elementos base da amostra S99. A Tabela 11 confirma, através da análise quantitativa pelo método de Rietveld, o aparecimento de Al₂O₃.



Figura 24 – Micrografia obtida por MEV da amostra S99 no aumento (a) 1.500x, (b) $6.000 \mathrm{x}.$



Observa-se nas micrografias exibidas na Figura 26a, amostra A99, produto comercial da empresa CETARCH, apresenta maior concentração de grãos equiaxiais. Em comparação com a amostra A96 Figura 26b, que exibe uma dispersão maior. Ambos os resultados estão dentro dos valores descritos anteriormente.

O aparecimento do CaCO₃, observado anteriormente em DRX, é ratificado pelo EDS da Figura 27 referente às amostras A99 (Figura 27a) e A96 (Figura 27b). A visualização do magnésio (Mg), não observado anteriomente, pode estar atrelado aos ligantes e outros aditivos com estequiometria confidencial utilizados pela CETARCH. A presença do Mg



Figura 26 – Micrografia obtida por MEV das amostras A99 e A96 no aumento 3.000x e 5.000x respectivamente.

pode estar atrelada às evidências da função do MgO como auxiliador no processo de sinterização (52, 127, 62).



Figura 27 – EDS das amostras (a) A99, (b) A96

As micrografias da S40 observa-se pós não esferiodizados sem aglomeração sendo possível notar uma homogeinidade, sendo as partículas de SiC apresentando com mais arestas do que as do Al_2O_3 . A Figura 28 mostra um parâmetro similar a da amostra S99 analisado anteriormente. Nas micrografias da amostra S40, observa-se partículas não esferoidizadas, com tamanhos micrométricos, descritos na seçÃo 4.1.1, sem aglomeração e apresentando homogeneidade. As partículas de SiC exibem mais arestas em comparação com as de Al2O3. A Figura 29 mostra um parâmetro similar ao da amostra S99 analisada anteriormente.

As micrografias dispostas na Figura 29 apresentam morfologia compatível com a sinterização de amostras predominantemente compostas por Al_2O_3 . Segundo Lóh, 2016 (128), as temperaturas altas e a sinterização em dois estágios promove aparência morfológica



Figura 28 – Micrografia obtida por MEV da amostra S40 no aumento de 10000x. Fonte: Autor

no aumento da densificação e crescimento de grãos, após o segundo patamar entre 4 e 8 h, a temperaturas em torno de 1450° C.



Figura 29 – Micrografia da fratura da A99-3 e A96-4 (a) no aumento de 1000x e (b) no aumento de 2000x, (c) no aument de 10.000x

Na amostra S60-6, as sinterizações preliminares não sucederam de forma uniforme e plana no formato hexagnal como o desejado para aplicação no SBM. Como resultado, surgiram poros abertos na sinterização, impedindo a densificação adequada do compósito, como demonstrado na Figura 30a.

A Figura 30, é relacionada a amostra S60-6, na Figura 30a nota-se o aparecimento de poros na parte superior da amostra, porém a densificação do SiC ocorreu de forma a não revelar poros, sendo possível analisar o caminho das fraturas. Ao analisar a morfologia



Figura 30 – Micrografia obtido por MEV da sinterização da amostra S60-6 no aumento (a) 1.500x (b) 600 x, (c) 5.000 x

da micrografia em questão (Figura 30b), é possível considerar a ocorrência da sinterização em fase líquida (23, 37, 54, 56), devido aos dados fornecidos em relação a temperatura de sinterização (1800°C), valor abaixo da temperatura comumente utilizada para sinterização em estado sólido (37, 58, 59), estimando-se a composição a cerca do descrito com base na Figura 31 a confirmação a cerca dos elementos presentes na composição.



4.1.4 DENSIDADE E POROSIDADE

Os resultados adquiridos de densidade aparente, porosidade total, densificação em relação à densidade da mistura inicial (ρ_m) e densidade teórica, determinada pelo ajuste das fases através do refinamento de Rietvield, foram analisados para as amostras prensadas a frio e sinterizadas. A Tabela 12, mostra os resultados obtidos com as amostras,

Nomenclatura	dma (g/cm^3)	Porosidade	dma/ρ_m	dma/ρ_t	Densificação $\%$
A96-6 A95-5 A96-4	3,73 3,70 3,55	$0,3 \\ 0,7 \\ 3,7$	$0,94 \\ 0,93 \\ 0,89$	$0,94 \\ 0,93 \\ 0,89$	99,7 99,3 96,3
S40-6 S60-7	$3,14 \\ 3,56$	14,4 19,8	$0,66 \\ 0,96$	$0,68 \\ 0,97$	

notando-se a melhor densificação na A
96-6 e A
96-5, com os valores de 99,7% e 99,3%, respectivamente.

d
ma - densidade de massa aparente; d
ma/ ρ_m - densidade de massa aparente por densidade da m
istura; dma/ ρ_t - densidade de massa aparente pela densidade te
órica.

Tabela 12 – Dados de densidade e porosidade das amostras

A Tabela 13 apresenta a densificação de compostos à base de SiC obtidos na literatura, demonstrando que os dados do estudo em questão estão alinhados com os de Lima, 2006 (1), Santos, 2011, (126) e Saleiro, 2017 (127), sendo considerados satisfatórios por esses autores. Segundo os pesquisadores, a esferoidização no beneficiamento auxilia no desenvolvimento da compactação do material, resultando em um aumento da resistência e uma melhoria na sinterização em fase líquida (58, 88, 126).

Autores	Composição	Temperatura ($^{\circ}C$)	Densificação(%)
(Fortini, 2023)(88)	15% vol Si, 9% (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	1800	68
(Gonçalves, 2017) (129)	$5\% (Al_2O_3 e Y_2O_3)$	1950	89,68
(Saleiro, 2017)(127)	$5\% (Al_2O_3 e Y_2O_3)$	1950	91,93
(Santos, 2011) (126)	5%vol (Al ₂ O ₃ e Y_2O_3)	1780	99,00
(Lima, 2006)(1)	$5\% (Al_2O_3 e Y_2O_3)$	1800	95,75

Tabela 13 – Valores encontrados de densificação a base de SiC na literatura.

Fonte: Adaptado de Fortini, 2023 (88), Gonçalves, 2017 (129), Saleiro, 2011 (127), Santos, 2011 (126), Lima, 2006 (1)

No entanto, ao observar a amostra S40-6, nota-se uma densificação inferior à descrita na literatura (77, 126, 31, 10), devido à adição de aditivos para auxiliar no processo de sinterização. Em relação ao ZPEC, a densidade teórica, fornecida pela empresa, é de 3,7 g/cm³, e obteve-se valores de densidade aparente de 3,59 g/cm³ demonstrando parâmetros condizentes com os dados fornecidos pela CETARCH.

De acordo com estudos de Fortini, 2023 (88) o melhor resultado de densificação ocorreu na amostra com 15% de Si e 9% de aditivos obtendo 68% de densificação, não sendo um valor correlacionado aos demais citados na Tabela 13. Essa variação pode ser atribuída ao aumento na proporção de adições de Si em SiC ou a necessidade de uma nova sinterização para densificação efetiva do material, sendo observado a possibilidade de uma nova sinterização para a amostra S40-6 com densidade de 3,14 g/cm³ ao relacionado com dados fornecidos pela CETARCH de 3,7 g/cm³.

4.2 ENSAIOS MECÂNICOS

4.2.1 DUREZA

A dureza Vickers da amostra A96-4 foi avaliada utilizando uma carga de 1000 gf, resultando em um valor aproximado de 10 GPa. No entanto, o teste apresentou grande dificuldade na medição (Figura 32), devido à condição inadequada da superfície de ensaio, que não estava especular e possuía rugosidade aparente devido ao lixamento em diferentes pressões, comprometendo a qualidade da indentação e a visualização precisa dos resultados. Além disso, é possível que a amostra não tenha alcançado o estágio final de sinterização, o que poderia ter influenciado negativamente a precisão dos valores obtidos. Segundo Fortini, 2023 (88) e Lima, 2006 (1) os resultados encontrados para HV 0,5 na amostra de SiC aditivados, obtiveram os valor em torno de 24 GPa (88) e 20 e 27 GPa, respectivamente, sendo 15 GPa valor indicado para materiais cerâmicos para aplicação balística, conforme relatado por Nastic, 2015 (130). Valores obtidos no presente estudo estão relativamente abaixo dos encontrados na literatura mencionada.



Figura 32 – Indentação HV 1,0 na amostra S40-4.

A seção 3.4.1 discute a aplicação da dureza HRA para materiais cerâmicos, tendo em vista sua praticidade e simplicidade na realização do ensaio. Embora não exista uma norma específica estabelecendo um procedimento padronizado para este teste, a metodologia empregada tem sido frequentemente utilizada por pesquisadores em estudos voltados para aplicações balísticas. Exemplos incluem os trabalhos de Ullner et al., 2001 (117), Kim, 2002 (118), e Medvedovski, 2004 (25).

As amostras foram submetidas a uma carga total de 62,5 kgf, composta por uma précarga de 2,5 kgf e uma carga principal de 60 kgf. Conforme a Figura 33, não foram colhidas medidas de trincas radiais e de tenacidade à fratura devido aos motivos apresentados, como fissuração do material, dano à ponteira, o que invalidou os valores. Uma possibilidade da fratura na amostra é devido a sua densificação estar abaixo do encontrado na literatura podendo assim necessitar uma nova sinterização no material (88, 124).



Figura 33 – Amostra S40-4 fissurada após ensaio de dureza Rockwell A. Fonte: Autor

A Figura 34 apresenta valores obtidos para as amostras analisadas. Segundo Medvedovski, 2004 (25) possíveis fatores para valores discrepantes incluem a influência de poros na superfície das amostras analisadas. Os resultados do ensaio de dureza Rockwell (HRA) estão apresentados na Figura 34. A amostra S40 apresentou um valor de dureza aproximado de 42 MPa. No entanto, o corpo sinterizado não suportou a força aplicada de 60 kgf, resultando em fissuração, conforme ilustrado na Figura 33, tendo assim valor inferior aos demais.

4.2.2 FLEXÃO

Na Figura 36 constam os resultados do teste de resistência à flexão. A amostra A99 apresentou melhor resultado, comparado ao ZPEC e A95, um dos possíveis fatores para a melhoria dos valores de tensão máxima de flexão deve-se ao fato da realização de duas etapas de sinterização, segundo dados fornecidos com as amostras analisadas.



Figura 34 – Resultado de HRA das amostras testadas



Figura 35 – Micrografia do ensaio de dureza HRA (a) amostra S40-4 e (b) amostra S60-6.

4.3 ENSAIO BALÍSTICO

A Figura 37a demonstra os CP aderidos a plastilina para os ensaios relacionados a *backface signature*, de acordo com a norma. A amostra A99 foi a primeira composição estudada e submetida a testes balísticos. Nota-se que a amostra A99-3 não foi ensaiada devido a dissipação excessiva de energia por causa do impacto do projétil ocorrida na A99-2 (Figura 37b). Observou-se que as amostras A99 podem não ter alcançado um desempenho satisfatório devido à sinterização não ter sido concluída de forma adequada (88). Esse aspecto do processo de sinterização pode ter comprometido a qualidade e a eficácia das amostras, influenciando negativamente os resultados obtidos nos testes balísticos. Com base nos resultados preliminares obtidos, foram desenvolvidas as amostras subsequentes, possibilitando a execução dos ensaios adicionais.



Figura 36 – Resultado de tensão máxima de flexão das amostras

A perfuração parcial (Figura 37a) do S84-6 (18,3 mm) (Figura 37b) e S84-6 (32,8 mm) obtidos, estão em conformidade com a NIJ 0101.04, sendo valor de deformação máxima 44 mm, com velocidade inicial de impacto aproximadamente de 840 m/s e energia absorvida de 1,15 kJ, dados estes descritos e citados por Ribeiro *et al.*, 2023 (131). Essas amostras, em razão, do resultado do teste, não foram submetidas a outros tipos de ensaios e estão sendo utilizados aqui apenas como resultados comparativos em relação as futuras amostras abordadas no presente estudo.



Figura 37 – Ensaio balístico Fonte: Autor

A (Figura 39a), denota a possibilidade de medição da profundidade dos danos (deformação). Essa abordagem permite a avaliação comparativa dos danos entre as amostras analisadas. Observou-se penetração total do projétil balístico na amostra A96-4, tendo

assim velocidade residual. A Figura 39b ilustra a placa de aço inox após o impacto balístico total, onde se nota que o projétil atravessou não apenas a camada cerâmica, mas também o suporte de aço inox, tendo como informação importante que a onda de choque gerada pelo disparo ocasionou a fragmentação dos insertos cerâmicos por completo, não sendo possível a obtenção dos mesmo para possíveis análises de fratura, por meio de microscopia eletrônica de varredura.



Figura 38 – Impacto balístico S84-6 (a) não perfurou, (b) medição do trauma

Fonte: Autor

Amostra	Perfuração	P (mm)	Vi (m/s)	Vr (m/s)	VL (m/s)	Eabs $(\%)$	Eabs (kJ)
A96-4	•	-	839	401	737	38,56	2,63
A96-5	0	$13,75 \pm$	-	-	-	-	-
A96-6	0	13,11	-	-	-	-	-
A99-2	0	_	842	-	-	-	-
A99-3	0	-	-	-	-	-	-
A99-3	0	-	839	401	737	38,56	2,63
S84-6	•	18,3	839	401	737	38,56	$2,\!63$
S84-6	•	32,8	839	401	737	38,56	2,63
S84-3	0	_	863	-	-	_	_
S40-4	•	-	841	484	688	33,48	2,30
S40-6,6	0	11,29	-	-	-	_	_
S40-7*	•	_	-	-	-	-	-
S60-7	•	-	$837 \pm 5,21$	$423 \pm 20,54$	$719,81 \pm 16,32$	$37,18 \pm 1,36$	$2,51 \pm 0,11$
S60-8,0	0	$17,\!67$	-	-	-	-	-
ZPEC-5	0	$15,92 \pm 1,25$	-	-	-	-	-
A96-4F	0	$20,57 \pm 0,47$	-	-	-	-	-
A96-5F	0	15,15	-	-	-	-	-
S40-5F	0	19,20	-	-	-	-	-
S60-5F	•	-	840	472	694	34,18	2,34
ZPEC-5F	0	$15,\!83$	-	-	-	-	-

P - Penetrabilidade;

• - Perfuração Total; • - Não perfurou;

S40-7* - Projétil não identificado após o alvo.

Tabela 14 – Resultados balísticos das amostras ensaiadas

Fonte: Autor

Na Tabela 14, são apresentados os dados referentes aos ensaios balísticos realizados nos sistemas confeccionados neste estudo, utilizando munição de calibre 7,62x51 mm. Para a amostra S60-7, as espessuras (6.4, 7.2, 7.8) obtiveram resultados similares e com isso satisfatórios não apresentando perfuração total. Ao observar a Tabela 14, é possível notar,

com exceção da amostra S60-5F não obteve resultado satisfatório. Todos os demais CP contendo o fio de *nylon* obtiveram melhor resultado referente ao sem fio, ao analisar a A96-4 e A96-4F, a não perfuração da amostra A96-4F mostra que existe a possibilidade de melhoria do estudo para uma possível aplicabilidade de um fio inserido e/ou aderido ao inserto cerâmico. Os ZPEC-5 e ZPEC-5F, tiveram desempenho demasiadamente satisfatório comparado aos demais compósitos testados nesse estudo.



Figura 39 – Placa de aço inox com (a) não perfurou, (b) perfuração total Fonte: Autor

A medição é comumente conhecida como BFS ou BFD (*Backface Signature* ou *Backface Deformation*), ambos relacionados ao ensaio utilizando a plastilina, que simula o corpo humano, permitindo a medição de BFS (102), (101), com um máximo de 44 mm de profundidade. A denominação no estudo como Penetrabilidade (P), não está prevista na norma utilizada (NIJ 0101.04), logo a realizada no presente estudo foi criada para uso comparativo entre as amostras testadas a fim de demonstrar e relacionar os resultados entre si. Com base nos estudos de Fortini, 2023 (88) os valores obtidos com as espessuras dos insertos cerâmicos entre 8 e 6,5 mm se mostraram satisfatórios relacionados a BFS, com e sem aditivação em matriz de SiC, analisando o estudo em questao, os valores obtidos ficam de acordo com a literatura.

Apesar de não utilizar plastilina para a realização do teste, os insertos cerâmicos de A96-4, S40-4, S60-7 e ZPEC mostraram-se eficazes para uma possível implementação em proteção balística individual quando comparados entre si, considerando a normatização para Penetrabilidade no presente estudo, contudo deve-se ressaltar a necessidade de realização de testes com a plastilina.

As amostras envoltas com o fio de *nylon* são amostras isoladas, sendo esse um estudo preliminar de cintamento. Conforme citado por Fortini, 2023 (132) as proteções são

formadas por diversas placas unidas, logo, essencialmente o teste preliminar citado nesse perágrafo faz uma alusão ao simular a presença de outras placas ao redor, explorando a possibilidade de criar um mosaico com a técnica de cintamento.

A Figura 40 mostra o resultado experimental para a amostra A96-4, obtido a partir do espectro de radar Doppler, observa-se uma queda acentuada na velocidade do projétil de 839 m/s para 401 m/s, indicando o momento do impacto no alvo. Gráficos semelhantes foram gerados para as demais amostras analisadas constadas no Apêndice C.



Figura 40 – Curva de pontos experimental referente a amostra A96-4 Fonte: Autor

A análise da Tabela 14 mostrou que os valores estão próximos entre si, apesar dos diferentes compósitos testados. Esses valores podem estar relacionado a alguns fatores que podem ser relevantes como por exemplo a prensagem ser realizada por uma única pessoa, a sinterização das amostras ter ocorrido em uma mesma fornada, a porosidade estar com valores aproximados (133). Ao analisar a Tabela 14, nota-se que a amostra A96-4 teve o maior E_{abs} em relação ao compósito S40-4 com 2,30kJ (33,48%) versus 2,51kJ (36,83%) da S60-7, de média, ao serem analisados entre si. Outro parâmetro que deve ser levado em conta são as espessuras com valores aproximados da amostra S60-6, S60-7 e S60-8 devido a seu desvio padrão ser alto e com as mesmas condições de resultado, logo, pode-se considerar, no estudo, a mesma espessura e amostra sem variabilidade.

As amostras que não foram perfuradas durante os ensaios balísticos demonstraram uma notável resistência, exibindo apenas a característica de Penetrabilidade. Esta Penetrabilidade indica a capacidade do material em absorver e distribuir a energia do impacto sem permitir a perfuração completa pelo projétil. A análise dessas amostras revela a eficácia dos materiais testados em retardar ou impedir a penetração, o que é fundamental para aplicações em proteção balística. As medições realizadas permitiram avaliar a profundidade da deformação, fornecendo dados importantes sobre o desempenho relativo das diferentes composições testadas. Este parâmetro, ainda que não normatizado na literatura convencional, oferece uma perspectiva adicional sobre a resistência dos materiais ao impacto balístico.

Por outro lado, as amostras que sofreram penetração total apresentaram uma velocidade residual, que é a velocidade do projétil após atravessar o material. Este dado é crucial para entender o grau de proteção oferecido pelos compósitos e cerâmicas desenvolvidos. A velocidade residual proporciona uma medida direta da eficácia do material em desacelerar o projétil, sendo um indicador chave na comparação de diferentes composições. A obtenção de velocidades residuais nas amostras perfuradas sublinha a importância de otimizar as propriedades mecânicas e estruturais dos materiais balísticos para maximizar sua capacidade de dissipação de energia e minimizar a ameaça representada pelo impacto de projéteis de alta velocidade.
5 CONCLUSÃO

Nesse trabalho foram avaliadas as condicões mecânicas de diferentes compósitos de carbeto de silício (S99, S84, S40, S60) e alumina (A99, A96, A95). Foram produzidos SBM com inovacões no que diz respeito ao SBM tradicional com o emprego de camada de aço inox e cola de poliuretano.

No estudo foram produzidas e sinterizadas placas cerâmicas em temperatura de $1800^{\rm o}{\rm C}$ com atmosfera oxidante.

A rota de produção das amostras mostrou-se satisfatória, visto que as propriedades físicas, como densificação, apresentaram corpos em padrões descritos na literatura, abordados durante o estudo. A amostra que obteve o melhor desempenho, correlacionada ao ensaio de Arquimedes, foi a amostra de alumina (A96-5) obteve melhor desempenho nos três ensaios executados, com densificação de 99% e densidade de $3,70 \text{ g/cm}^3$.

A observação das micrografias obtidas por MEV dos pós revelou partículas equiaxiais, irregulares e não aglomeradas, com tamanho fidedigno ao obtido na análise de distribuição do tamanho de partícula (DTP), em torno de 0,005 μm . As micrografias do material sinterizado denotaram o aparecimento de poros nas amostras S60-7 e, na seção de fratura, a observação da densificação do SiC de forma homogênea com partes de Al₂O₃ aderidas.

A caracterização das propriedades mecânicas mostrou que a dureza Rockwell A para as amostras A96-4 e S60-7 foi de aproximadamente 62 GPa, enquanto para a S40-4 foi de 49,15 GPa devido à quebra do indentador. Apesar do valor de HRA inferior, a S40-4 apresentou o melhor desempenho balístico. O compósito ZPEC demonstrou potencial para melhorar a dureza (HRA = 86,22 GPa) e a eficiência de fragmentação do projétil, sugerindo sua viabilidade em proteção balística individual.

A avaliação das propriedades das placas balísticas, submetidas ao ensaio balístico, demonstrou que todas as composições testadas foram satisfatórias em impedir a penetração do projétil. Entretanto, os compósitos apresentaram comportamento superior nas amostras S40-4 e S60-7 (S2, S3) em comparação a alumina (A96-4) ao avaliarmos os valores de Penetrabilidade obtidos.

Em uma comparação proporcional dos compósitos, foi possível observar o destaque da amostra S40-4, devido à presença de maior quantidade de Al_2O_3 após a sinterização, aproximadamente 74%, em comparação ao valor encontrado na forma de pó, de 65%. Este aumento percentual deve-se possivelmente aos aditivos de sinterização presentes na amostra. Os ensaios balísticos em sistema multicamada indicaram que a espessura do material pode se tornar um fator crucial para a fragmentação do projétil e a não perfuração do compósito. As amostras S60-7 e alumina (A96-5) mostraram melhor desempenho, destacando a importância da espessura na eficácia balística. A amostra S40-4, apesar da dureza inicial inferior, impediu a perfuração a 7 mm de espessura, reforçando a relevância dessa característica.

Em face do exposto os materias compósitos desenvolvidos e estudados nesta pesquisa apresentaram propriedades e desempenho balístico satisfatórios para pronto emprego em escala industrial e comercial.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar a viabilidade do uso de outras proporções para o compósito $SiC + Al_2O_3$, aplicando diferentes espessuras, sendo essas mais finas para um estudo comparativo com ênfase em diminuir o peso do colete balístico.

Ensaiar placas balísticas em mosaico, de forma a estudar o comportamento do produto e não somente de uma placa isolada, aprimorando o que foi feito nessa pesquisa. Usar a técnica de cintamento juntamente com as placas dispostas em mosaico para averiguar sua efetividade de forma mais adequada.

Prosseguir a pesquisa de forma a determinar a melhor composição afim de realizar estudo de produção de cerâmicas em formas curvas para seu uso futuro em capacetes e placas *standalone*.

REFERÊNCIAS

1 LIMA, E. Sinterização do sic com adição do compósito al2o3-yag. *Rio de Janeiro: IME*, 2006.

2 SILVA, R. P. Estudo do processamento e microestrutura do carbeto de silício ligado por reação. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

3 LIMA, E. Sinterização do sic com adição do compósito al2o3-yag. *Rio de Janeiro: IME*, 2006.

4 SILVEIRA, P.; SILVA, T.; RIBEIRO, M.; JESUS, P. Rodrigues de; CREDMANN, P.; GOMES, A. A brief review of alumina, silicon carbide and boron carbide ceramic materials for ballistic applications. *Acad. Lett*, v. 3742, p. 1–11, 2021.

5 FILHOS, J. W. . (Ed.). Fundamentos da tecnologia de carboneto de silício: crescimento, caracterização, dispositivos e aplicações. [S.l.: s.n.].

6 GERHARDT, R. Properties and applications of silicon carbide. [S.l.]: BoD–Books on Demand, 2011.

7 A influência de diodos e transistores feitos de silício e carboneto de silício nas características não isotérmicas de conversores boost. v. 42.

8 KAUFMANN, I. R. Diodos schottky de sic para uso como detectores de energia de partículas carregadas. 2017.

9 FILHOS, J. W. . (Ed.). Carbeto de Silício, Volume 1: Crescimento, Defeitos e Novas Aplicações. [S.l.: s.n.].

10 MATERIAIS e dispositivos eletrônicos de carboneto de silício. v. 22.

11 CARBETO de silício. Estrutura, propriedades e processamento. v. 46.

12 MDPI (Ed.). Carbeto de Silício: Dos Fundamentos às Aplicações.

13 Benefícios e vantagens do carboneto de silício para circuitos e sistemas de eletrônica de potência. v. 90.

14 KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Introduction to ceramics. [S.l.]: John wiley & sons, 1976. v. 17.

15 PRESS, C. (Ed.). Uma introdução à cerâmica e refratários. [S.l.: s.n.].

16 Cerâmica de alumina: aplicações em engenharia e potencial do mercado nacional. v. 54.

17 RUYS, A. J. *Alumina ceramics: biomedical and clinical applications*. [S.I.]: Woodhead Publishing, 2018.

18 DÖRRE, E.; HÜBNER, H. Alumina: processing, properties, and applications. (No *Title*), 1984.

19 ZHITNYUK, S.; MAKAROV, N.; GUSEVA, T. New silicon carbide based ceramic armor materials. *Glass and ceramics*, Springer, v. 71, n. 1, p. 6–9, 2014.

20 DESEMPENHO balístico de carboneto de silício sinterizado em fase líquida. v. 39.

21 CERâMICA balística e análise de suas propriedades mecânicas para aplicações em blindagem: uma revisão. v. 47.

22 RAHBEK, D. B.; JOHNSEN, B. B. Dynamic behaviour of ceramic armour systems. 2015.

23 SILVA, M. D.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 60, p. 323–331, 2014.

24 SILVA, C. E. Processamento de carbeto de silício ligado por reação. *COPPE/UFRJ*, D. Sc., Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2008.

25 TESTE de indentação de cerâmica de armadura. In: 28^a Conferência Internacional sobre Cerâmica Avançada e Compósitos A: Engenharia Cerâmica e Procedimentos Científicos. [S.l.: s.n.]. v. 25.

26 Microestrutura e propriedades de compósitos al/sip para aplicações de gerenciamento térmico. v. 26.

27 NIIHARA, K. New design concept of structural ceramics ceramic nanocomposites. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, The Ceramic Society of Japan, v. 99, n. 1154, p. 974–982, 1991.

28 ZHAO, J.; STEARNS, L. C.; HARMER, M. P.; CHAN, H. M.; MILLER, G. A.; COOK, R. F. Mechanical behavior of alumina-silicon carbide "nanocomposites". *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 76, n. 2, p. 503–510, 1993.

29 MANIVANNAN, I.; RANGANATHAN, S.; GOPALAKANNAN, S.; SURESH, S.; NA-GAKARTHIGAN, K.; JUBENDRADASS, R. Tribological and surface behavior of silicon carbide reinforced aluminum matrix nanocomposite. *Surfaces and Interfaces*, Elsevier, v. 8, p. 127–136, 2017.

30 ARIF, S.; ALAM, T.; ANSARI, A. H.; SHAIKH, M. B. N. Morphological characterization, statistical modelling and tribological behaviour of aluminum hybrid nanocomposites reinforced with micro-nano-silicon carbide. *Journal of Asian Ceramic Societies*, Taylor & Francis, v. 7, n. 4, p. 434–448, 2019.

31 WESCH, W. Silicon carbide: synthesis and processing. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam interactions with materials and atoms*, Elsevier, v. 116, n. 1-4, p. 305–321, 1996.

32 SIMBA, B.; SANTOS, C.; BONDIOLI, M.; STRECKER, K.; LIMA, E.; Prado da Silva, M. Strength improvement of lps-sic ceramics by oxidation treatment. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 28, n. 4, p. 484–488, 2010. ISSN 0263-4368. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S026343680900122X>.

33 SALEIRO, G. T.; GONÇALVES, D. C.; NETO, C. A. d. C.; CAMPOS, J. B. d.; LIMA, E. d. S. Comportamento mecânico do sic aditivado com al 2 o3 e y2 o3 produzidos pela síntese por combustão autossustentável à alta temperatura. *Tecnologia em Metalurgia*, *Materiais e Mineração*, ABM-Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 15, n. 2, p. 96–102, 2018.

34 IZHEVSKYI, V.; GENOVA, L.; BRESSIANI, J.; BRESSIANI, A. Review article: silicon carbide. *Structure, properties and processing. Cerâmica*, v. 46, n. 297, p. 4–14, 2000.

35 ROSA, A. T. d. Caracterização por microscopia eletrônica de transmissão e microanálise com raios-x de filmes dielétricos crescidos termicamente sobre carbeto de silício. 2008.

36 SOLTYS, L.; MIRONYUK, I.; MYKYTYN, I.; HNYLYTSIA, I.; TUROVSKA, L. Synthesis and properties of silicon carbide. *Physics and Chemistry of Solid State*, v. 24, n. 1, p. 5–16, 2023.

37 CARVALHO, M. T. Sinterização de carbeto de silício com vitrocerâmica do sistema LAS. Dissertação (Dissertação de Mestrado) — Instituto Militar de Engenharia, 2020.

38 SOARES, G. V.; BAUMVOL, I. J. R.; CORRÊA, S. A.; RADTKE, C.; STEDILE, F. C. Water vapor interaction with silicon oxide films thermally grown on 6h-sic and on si. *Applied Physics Letters*, AIP Publishing, v. 95, n. 19, 2009.

39 CASADY, J. B.; JOHNSON, R. W. Status of silicon carbide (sic) as a wide-bandgap semiconductor for high-temperature applications: A review. *Solid-State Electronics*, Elsevier, v. 39, n. 10, p. 1409–1422, 1996.

40 ORTIZ, A. L.; SÁNCHEZ-BAJO, F.; CUMBRERA, F. L.; GUIBERTEAU, F. The prolific polytypism of silicon carbide. *Journal of Applied Crystallography*, v. 46, n. 1, p. 242–247, Feb 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1107/S0021889812049151>.

41 LIS, J. Shs in poland. In: *Concise Encyclopedia of Self-Propagating High-Temperature Synthesis.* [S.l.]: Elsevier, 2017. p. 306–308.

42 MUKASYAN, A. S. Combustion synthesis of silicon carbide. *Properties and applications of silicon carbide*, Vienna, Austria: INTECH, p. 389–409, 2011.

43 WEIMER, A. W.; NILSEN, K. J.; COCHRAN, G. A.; ROACH, R. P. Kinetics of carbothermal reduction synthesis of beta silicon carbide. *AIChE Journal*, Wiley Online Library, v. 39, n. 3, p. 493–503, 1993.

44 SILVA, R. P. Estudo do processamento e microestrutura do carbeto de silício ligado por reação. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

45 COLOMBO, P.; MODESTI, M. Silicon oxycarbide ceramic foams from a preceramic polymer. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 82, n. 3, p. 573–578, 1999.

46 SUYAMA, S.; KAMEDA, T.; ITOH, Y. Development of high-strength reaction-sintered silicon carbide. *Diamond and related materials*, Elsevier, v. 12, n. 3-7, p. 1201–1204, 2003.

47 GREIL, P. Active-filler-controlled pyrolysis of preceramic polymers. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 78, n. 4, p. 835–848, 1995.

48 LEE, J.-S.; YANO, T. Fabrication of short-fiber-reinforced sic composites by polycarbosilane infiltration. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 24, n. 1, p. 25–31, 2004.

49 INFLUêNCIA da temperatura, tempo de maturação e calcinação na morfologia e cristalinidade de nanopartículas de hidroxiapatita. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 23.

50 COLOMBO, P.; PERINI, K.; BERNARDO, E.; CAPELLETTI, T.; MACCAGNAN, G. Ceramic microtubes from preceramic polymers. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 86, n. 6, p. 1025–1027, 2003.

51 FLORIAN, M.; CARVALHO, L.; IHA, K.; GRAÇA, M.; CAIRO, C. Compósitos sicf/sic utilizados em sistemas de proteção térmica. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 51, p. 280–284, 2005.

52 CADIOLI, L. P.; BAITELO, L. G. Materiais cerâmicos: um estudo sobre vitrocerâmico. *Revista de ciências Exatas e Tecnologia*, v. 4, n. 4, p. 147–161, 2009.

53 SILVA, A. G. P. d.; JúNIOR, C. A. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 44, p. 171–176, 1998.

54 KANG, H.; CHOI, S.; YANG, W.; CHO, B. Influence of oxygen supply in an iron ore sintering process. *ISIJ international*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 51, n. 7, p. 1065–1071, 2011.

55 CALLISTER, W. Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução . [S.1.]: Grupo Gen-LTC, 2000.

56 CALLISTER, J.; WILLIAM, D.; RETHWISCH, D. G. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. -[reimpr.]. *Rio de Janeiro: LTC*, 2018.

57 SILVA, A. G. P. d.; JúNIOR, C. A. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. *Cerâmica*, Associação Brasileira de Cerâmica, v. 44, n. 289, p. 171–176, Sep 1998. ISSN 0366-6913. Disponível em: https://doi.org/10.1590/S0366-69131998000500004>.

58 GERMAN, R. M.; SURI, P.; PARK, S. J. Liquid phase sintering. *Journal of materials science*, Springer, v. 44, p. 1–39, 2009.

59 KAYSSER, W.; PETZOW, G. Present state of liquid phase sintering. *Powder metallurgy*, Taylor Francis, v. 28, n. 3, p. 145–150, 1985.

60 BRITO, F. I. G. de; MEDEIROS, K. F.; LOURENçO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. *Holos*, v. 3, p. 204–211, 2007.

61 OMORI, M.; TAKEI, H. Pressureless sintering of sic. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 65, n. 6, p. c92–c92, 1982.

62 LEE, S.-H. Low temperature pressureless sintering of sic using an aluminum borocarbide additive. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 94, n. 9, p. 2746–2748, 2011. 63 IBRAM. *Informações sobre a economia mineral brasileira 2020*. 1. ed. Brasil: Instituto Brasileiro de Mineração, 2020. Acesso em: 16 jun 2023.

64 CARVALHO, P. S. L. d.; MESQUITA, P. P. D.; MELO, L. P. d. *Mineração*. [S.l.]: Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social, 2016.

Brasileira do Alumínio. Anuário daABAL 65 Associação mostra 0 2023. desempenho daindústria brasileira doalumínio 2023.emAc-Disponível <https://revistaaluminio.com.br/ cessed: 2024-07-17.em: anuario-da-abal-mostra-o-desempenho-da-industria-brasileira-do-aluminio-em-2023/#: $\sim: text = De\%20 a cordo\%20 com\%200\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 rela \tilde{A} g \tilde{A} \check{c} o\%20 a\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 relat \tilde{A} g \tilde{A} \check{c} o\%20 a\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 relat \tilde{A} g \tilde{A} \check{c} o\%20 a\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 relat \tilde{A} g \tilde{A} \check{c} o\%20 a\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 em\%20 em\%20 relat \tilde{A} srio, 8\%25\%20 em\%20 em\%20$ 202022.>

66 Fundação Amazônia de Amparo a Estudos e Pesquisas (FAPESPA). *Boletim da Mineração 2023.* 2023. Accessed: 2024-07-17. Disponível em: https://www.fapespa.pa.gov.br/sites/default/files/Boletim%20da%20MineraÃğÃčo%202023% 20(versÃčo%2017.04.2023)%20EXPEDIENTE.PUBLICAÃĞÃČO.pdf>.

67 JESUS, P. R. R. D.; GRADIENTE, À.; BALÍSTICAS, A. Ministério da defesa exército brasileiro departamento de ciência e tecnologia instituto militar de engenharia programa de pós-graduação em ciência dos materiais. 2021.

68 UEHARA, J. L. H. S. Estudo de materiais com gradiente funcional (MGF) a base de alumina (Al2O3) e carbeto de nióbio (NbC) obtidos por diferentes técnicas de sinterização. 2015.

69 CHAGAS, C. d. M. *Minimização do efeito de aresta em blindagem cerâmica à base de alumina*. Tese (Doutorado) — Tese de doutorado–IME. Rio de Janeiro, 2014.

70 HAZELL, P. J. Armour: materials, theory, and design. [S.I.]: CRC press, 2022.

71 LOPES, C. C. O efeito da adição de LiF e MgO na sinterização da Al2O3. Dissertação (Dissertação de Mestrado) — Instituto Militar de Engenharia, 2017.

72 LARA, C. H. Um resumo sobre o Processo Bayer. [s.n.], 2020. Disponível em: <https://www.linkedin.com/pulse/um-resumo-sobre-o-processo-bayer-carlos-henrique-lara/?trackingId=HM5hLiI%2FTe60EwbBtTn9nA%3D%3D>.

73 DAVIS, K. Material review: Alumina (al 2 o 3). School of Doctoral Studies European Union Journal, n. 2, 2010.

74 HART, L. History of alumina chemicals. *Alumina Chemicals—Science and Technology Handbook, The American Ceramic Society, Inc*, p. 3–6, 1990.

75 FORTUNA, J.; BIASI, L. H. de; MARQUES, J. A.; MARTINS, J. C.; DOMINGUINI, L. Processo bayer de obtenção de alumina como ferramenta para o ensino de conceitos de estequiometria. XVI ENEQ/X EDUQUI, 2012.

76 CONSTANTINO, V. R. L.; ARAKI, K.; SILVA, D. d. O.; OLIVEIRA, W. d. Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. *Química Nova*, SciELO Brasil, v. 25, p. 490–498, 2002. 77 KLOSTER, M. J. et al. SÍntese de pÓs de alumina dopados com mgo obtidos pelo método de emulsificaÇÃo com Ácido olÉico. UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA, 2012.

78 PEELEN, J. G. J. Alumina: sintering and optical properties. 1977.

79 GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. dos. *Ensaios dos materiais*. [S.1.]: Livros Técnicos e científicos, 2000.

80 SCHÖN, C. G. Mecânica dos materiais. Fundamentos e Tecnologia do, 2013.

81 GARCIA JAIME ALVARES SPIM, C. A. d. S. A. Ensaio dos materiais. In: _____. *Ensaio dos materiais*. Rio de Janeiro: Grupo gen, 2012. p. 115 – 157.

82 QUITETE, E. B.; NAVARRO, F. C.; FRASCÁ, M. H. B. de O. Microdureza e desgaste abrasivo de rochas silicáticas de revestimento. *Brazilian Journal of Development*, v. 6, n. 7, p. 51516–51527, 2020.

83 QUITETE, E. B.; KAHN, H. Dureza knoop em rochas para revestimento: correlação com desgaste abrasivo. In: . [S.l.]: CETEM/MCT, 2002.

84 INTERNACIONAL, A. (Ed.). Método de teste padrão para dureza de indentação Vickers de cerâmica avançada. [S.l.: s.n.].

85 INTERNACIONAL, A. (Ed.). Métodos de teste padrão para dureza Rockwell de materiais metálicos. [S.l.: s.n.].

86 ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. *Ciência e engenharia dos materiais*. [S.1.]: Cengage Learning, 2023.

87 INVESTIGAÇÃO sobre o comportamento balístico de sistemas de blindagem composta de mosaico SiC/UHMWPE. v. 43.

88 FORTINI, J. I. N.; SILVEIRA, P. H. P. M. da; BERTO, F. C. D.; PEREIRA, A. S.; LIMA, E. de S. Propriedades mecânicas de cerâmica balística de carbeto de silício aditivada com silício. *São Paulo: ABM Week*, 2023.

89 LIMA, T. C. F. Estudo da utilização de briquetes de matéria prima na produção de carbureto de silício. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. Rede Temática em ..., 2011.

90 CARACTERIZAÇÃO da dureza, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura da cerâmica RB-SiC em temperatura elevada pelo teste Vickers. v. 744.

91 SONG, K.; XU, Y.; ZHAO, N.; ZHONG, L.; SHANG, Z.; SHEN, L.; WANG, J. Evaluation of fracture toughness of tantalum carbide ceramic layer: a vickers indentation method. *Journal of materials engineering and performance*, Springer, v. 25, p. 3057–3064, 2016.

92 NIIHARA, K.; MORENA, R.; HASSELMAN, D. Evaluation of k ic of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *Journal of materials science letters*, Springer, v. 1, p. 13–16, 1982.

93 AVALIAÇÃO por indentação da tenacidade à fratura de materiais cerâmicos. *Jornal de ciência dos materiais*, v. 25.

94 LEE, S. K.; KIM, Y. C.; KIM, C. H. Microstructural development and mechanical properties of pressureless-sintered sic with plate-like grains using al 2 o 3-y 2 o 3 additives. *Journal of materials science*, Springer, v. 29, p. 5321–5326, 1994.

95 PADTURE, N. P.; LAWN, B. R. Toughness properties of a silicon carbide with an in situ induced heterogeneous grain structure. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 77, n. 10, p. 2518–2522, 1994.

96 WENDLER, M.; BELLI, R.; PETSCHELT, A.; MEVEC, D.; HARRER, W.; LUBE, T.; DANZER, R.; LOHBAUER, U. Chairside cad/cam materials. part 2: Flexural strength testing. *Dental Materials*, Elsevier, v. 33, n. 1, p. 99–109, 2017.

97 YUN, S. I.; YOUM, M. R.; NAHM, S.; PARK, S. W. Fabrication and properties of macro-porous sic using al2o3–y2o3–sio2 as bonding additives. *Ceramics International*, Elsevier, v. 47, n. 9, p. 11979–11988, 2021.

98 XING, Z.; HU, Y.; XIANG, D.; MA, Y. Porous sic-mullite ceramics with high flexural strength and gas permeability prepared from photovoltaic silicon waste. *Ceramics International*, Elsevier, v. 46, n. 1, p. 1236–1242, 2020.

99 DRESCH, A. B.; VENTURINI, J.; ARCARO, S.; MONTEDO, O. R.; BERGMANN, C. P. Ballistic ceramics and analysis of their mechanical properties for armour applications: A review. *Ceramics International*, Elsevier, v. 47, n. 7, p. 8743–8761, 2021.

100 PROJETO de engenharia de armadura de proteção. [S.l.: s.n.].

101 MERKLE, A. C.; WARD, E. E.; O'CONNOR, J. V.; ROBERTS, J. C. Assessing behind armor blunt trauma (babt) under nij standard-0101.04 conditions using human torso models. *Journal of Trauma and Acute Care Surgery*, LWW, v. 64, n. 6, p. 1555–1561, 2008.

102 RESISTêNCIA balística da armadura corporal. Padrão NIJ-0101.06.

103 ASSIS, F. S. de; MONTEIRO, S. N.; PEREIRA, A. C.; JÚNIOR, É. P. L. Compósitos de matriz poliéster reforçada com fibras de juta aplicados em blindagem multicamada.

104 Princípios de processamento cerâmico.

105 GOMES, A. V. Comportamento balístico de alumina com adição de nióbia e variação da geometria do alvo. *Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia*, 2004.

106 RESPOSTA ao impacto de estruturas cerâmicas - uma revisão. v. 48.

107 MEYERS, M. A. Dynamic behavior of materials. [S.l.]: John wiley & sons, 1994.

108 KAUFMANN, C.; CRONIN, D.; WORSWICK, M.; PAGEAU, G.; BETH, A. Influence of material properties on the ballistic performance of ceramics for personal body armour. *Shock and Vibration*, IOS Press, v. 10, n. 1, p. 51–58, 2003.

109 EFEITO do confinamento na resposta de indentação estática e dinâmica de modelos de materiais cerâmicos e cermet. v. 110.

110 CAMPOS, H. G. Propriedades mecânicas de compósitos à base de alumina e zircônia com adição de céria. 2016.

111 CETARCH, C. T. e. A. L. *Nossos Produtos.* 2023. 02 de junho de 2023. Disponível em: http://www.cetarch.com.br/produtos>.

112 TECH, S. *SIKA TECH: Pós finos de cerâmica de SiC.* 2023. 02 de junho de 2023. Disponível em: ">https://www.fiven.com/pt/produtos/sikar-technical/.

113 ELEMENTOS de difração de raios X por BD Cullity.

114 ELEMENTOS de Difração de Raios X.

115 SPRINGER (Ed.). Microscopia eletrônica de transmissão: difração, imagem e espectrometria.

116 DUARTE, L. d. C.; JUCHEM, P. L.; PULZ, G. M.; BRUM, T. M. M. d.; CHODUR, N. L.; LICCARDO, A.; FISCHER, A. C.; ACAUAN, R. B. Aplicações de microcospia eletrônica de varredura (mev) e sistema de energia dispersiva (eds) no estudo de gemas exemplos brasileiros. *Pesquisas em Geociências. Porto Alegre, RS. Vol. 30, n. 2 (2003), p. 3-15.*, 2003.

117 TESTES de dureza em cerâmica técnica avançada.

118 MEDIçãO de dureza em cerâmica tradicional. v. 22.

119 QUINN, G. D.; BRADT, R. C. On the vickers indentation fracture toughness test. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 90, n. 3, p. 673–680, 2007.

120 JR, J. B. W. Structural ceramics. San Diego, CA (US); Academic Press, Inc., 1989.

121 EVANS, A. G.; CHARLES, E. A. Fracture toughness determinations by indentation. *Journal of the American Ceramic society*, Wiley, v. 59, n. 7-8, p. 371–372, 1976.

122 CUNHA, D. F. da; BASSI, A. A.; CARDOSO, R. F. de A.; BRANDÃO, L. P. M.; GOMES, A. V. Estudo do comportamento dinâmico de blindagem ondulada em proteção balística. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, ABM-Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 16, n. Especial, p. 0–0, 2020.

123 GODOY, A.; BRESSIANI, J.; BRESSIANI, A. Cerâmicas à base de sic: Al2o3: Y2o3 com adição de polímeros precursores. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 54, p. 110–119, 2008.

124 GONÇALVES, D. A. C. Estudo do processamento e comportamento balístico do SiC nanométrico com adição de Al_2O_3 e Y_2O_3 . 117 p. Dissertação (M.S. thesis) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, Brazil, 2017. Orientado por Eduardo de Sousa Lima; Francisco C. L. de Melo.

125 FILHOS, J. W. . (Ed.). Mecânica da fratura elástica linear.

126 SANTOS, S. A. S. Sinterização do sic aditivado com pós nanométricos de al2o3-y2o3. *Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia*, 2011.

127 SALEIRO, G. T.; GONÇALVES, D. C.; NETO, C. A. d. C.; CAMPOS, J. B. d.; LIMA, E. d. S. Comportamento mecânico do sic aditivado com al 2 o3 e y2 o3 produzidos pela síntese por combustão autossustentável à alta temperatura. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, ABM-Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 15, n. 2, p. 96–102, 2018.

128 LÓH, N. J. Efeito da microestrutura nas propriedades mecânicas de alumina obtida por sinterização em duas etapas. 2016.

129 FILHO, E. L. G. Modelagem e Simulação de Calcinadores de Hidróxido de Alumínio em Leito Fluidizado. Tese (Doutorado) — UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO, 2012.

130 INDENTAÇÃO instrumentada e Vickers para a caracterização de rigidez, dureza e tenacidade de armadura de Al2O3 e SiC temperada com zircônia. *Journal of Materials Science & Technology*, v. 31.

131 RIBEIRO, S. da S.; FORTINIR, J. I. N.; FREDEL, M. C.; CABRAL, A. B.; CAMPOS, J. B. de; PEREIRA, A. S.; LIMA, E. de S. Avaliação de backface signature no compósito de matriz cerâmica de sic.

132 DESENVOLVIMENTO de protocolos de condicionamento de armadura leve para o padrão NIJ-0101.06: Resultados analíticos.

133 SANTOS, J. L. dos; MARÇAL, R. L. S. B.; MONTEIRO, S. N.; ROCHA, D. N. da; GOMES, A. V.; JR, É. P. L.; LOURO, L. H. L. Comportamento balístico do composto cerâmico.

APÊNDICE A - NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS

Nomenclatura	E (mm)	Fio	SiC (%p)	Al_2O_3 (%p)	QA
A96-4	4	0	-	96	5
A96-5	5	0	-	96	5
A96-6	6	0	-	96	5
A99-2	2,82	0	-	99	5
A99-3	3,3	0	-	99	2
S84-6	6,71	0	84	-	2
S84-3	3,40	0	84	-	1
S40-4	4,4	0	40	60	1
S40-6	6,6	0	40	60	1
S40-7	7,7	0	40	60	1
S60-7	7,2	0	60	40	3
S60-8	8,0	0	60	40	1
ZPEC-5	5	0	-	-	1
A96-4F	4	•	-	96	1
A96-5F	5	•	-	96	1
S40-5F	5	•	40	60	1
S40-5F	5,5	•	40	60	1
ZPEC-5F	5	٠	-	-	1

 \bullet - amostra com fio; \circ - amostra sem fio; ZPEC - formulação industrial sigilosa

Tabela 15 – Nomenclatura das amostras

APÊNDICE B – DIFRATOGRAMAS REFINADOS PELO MÉTODO DE RIETVIELD



Figura 41 – Difratograma do pó de SiC (verde) refinado pelo método de Rietvield



Figura 42 – Difratograma do pó de SiC (preto) refinado pelo método de Rietvield



Figura 43 – Difratograma do pó de SiC + Al_2O_3 (60/40) refinado pelo método de Rietvield.



Figura 44 – Difratograma do pó de SiC + Al_2O_3 (40/60) refinado pelo método de Rietvield.



Figura 45 – Difratograma do pó da $\rm Al_2O_3$ refinado pelo método de Rietvield.



Figura 46 – Difratograma do compósito sinterizado de SiC + Al_2O_3 (40/60) refinado pelo método de Rietvield.



Figura 47 – Difratograma do compósito sinterizado de SiC + Al_2O_3 (60/40) refinado pelo método de Rietvield.

APÊNDICE C – GRÁFICOS DO ENSAIO DE VELOCIDADE RESIDUAL



Figura 48 – Gráfico de velocidade residual da amostra S2, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.



Figura 49 – Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura de 6,4 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.



Figura 50 – Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura de 6,4 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.



Figura 51 – Gráfico de velocidade residual da amostra $SiC + Al_2O_3$, com espessura de 7,8 mm, com valores de velocidade de impacto e velocidade residual.