INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

COMPORTAMENTO BALÍSTICO DE ALUMINA COM ADIÇÕES DE NIÓBIA, SÍLICA E MAGNÉSIA

POR

CAP QEM ALAELSON VIEIRA GOMES

TESE SUBMETIDA

COMO REQUISITO PARCIAL

PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE

MESTRE EM CIÊNCIA

DOS MATERIAIS

LUIS HENRIQUE LEME LOURO - ORIENTADOR

Rio de Janeiro - RJ

Dezembro 1999

A Deus em primeiro lugar,

a meus pais, minha esposa e

minha filha.

AGRADECIMENTOS

A Deus, origem de toda Vida, Ciência e Sabedoria, por ter me garantido toda a força, saúde e discernimento necessários à realização deste trabalho.

Ao Instituto Militar de Engenharia (IME) por proporcionar o apoio técnico e financeiro que tornou possível a realização desta pesquisa.

Ao professor Dr. Luis Henrique Leme Louro pela orientação, amizade e acompanhamento atencioso. Sempre pronto, nos momentos mais difíceis, a apoiar-me, o que foi de vital importância para a realização deste trabalho.

Aos membros da banca examinadora, pela leitura deste trabalho e valiosas sugestões.

À Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN) por ter permitido a participação na Banca Examinadora deste trabalho do Dr. Wilson Acchar

Ao Engenheiro Carlos Roberto Correia da Costa, pelo apoio prestado em todas as atividades experimentais no transcurso deste trabalho.

Ao Cap R1 Antônio Veltri e a funcionária Heloísa pelo apoio concedido quando da necessidade de utilização dos recursos do Departamento de Engenharia Mecânica e de Materiais (DE/4).

Aos funcionários da DE/4, em especial, Leonardo, Dagmilson e Carlos Gomes, sem os quais parte da elaboração física desta tese não seria possível.

A todos os amigos de Pós-Graduação, pela amizade, companherismo e excelente convívio durante o curso.

Aos professores, engenheiros, técnicos e demais funcionários da DE/4 que não foram citados nominalmente, mas que direta ou indiretamente, colaboraram para a execução deste trabalho.

Aos companheiros do Campo de Provas da Marambaia (CPrM), em especial da Linha 4 de ensaios, pelo apoio na realização dos ensaios balisticos.

Aos companheiros do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento (IPD), em especial, aos integrantes do Grupo de Materiais (GM) do IPD, pelo apoio nas questões surgidas ao longo do trabalho, demonstrando além de elevado valor técnico, grande amizade e espírito de cooperação.

A meus pais, Alaelson Gomes e Maria Amélia Vieira Gomes, pela conciliação de carinho, amor, compreensão e principalmente pelo grande sacrifício realizado no intuito de proporcionar-me a melhor educação, sem a qual não seria possível a realização deste trabalho.

A minha esposa Josy Aguiar Gomes e minha filha Thais Aguiar Gomes, pela enorme compreensão, carinho, dedicação e incentivo, abrindo mão de inúmeros momentos de lazer em prol deste trabalho de tese.

RESUMO

Amostras de alumina nacional APC-2011 SG com adições de nióbia, sílica e magnésia foram sinterizadas a 1400 °C / 3h, a fim de serem avaliadas quanto ao comportamento balístico. Para fins de comparação, esta alumina também foi sinterizada sem adições, nas condições convencionais de 1600 °C / 1h. Foi adicionada nióbia em concentração na faixa de 2 a 8% em peso, e sílica no teor de 0,8% em peso, quando presente. A magnésia quando adicionada, apareceu em pequena quantidade, de 0,15% em peso, exceto em uma das composições, onde foi usado 1,15% em peso. As amostras sinterizadas foram caracterizadas quanto a dureza, densificação, porosidade e velocidade das ondas elásticas.

Os ensaios balísticos foram efetuados colando as amostras cerâmicas em chapas de aço, e o conjunto foi submetido a impacto por projetil 7,62 mm anti-pessoal com uma distância de tiro de 5m. A energia absorvida pela fragmentação do material cerâmico do alvo foi estimada a fim de avaliar seu comportamento balístico. As superfícies de fratura das amostras ensaiadas dinamicamente foram observadas por Microscopia Eletrônica de Varredura. Os resultados confirmaram trabalhos anteriores com a alumina A-16, de que a presença de nióbia contribui para redução da temperatura de sinterização, também, da alumina APC-2011 SG. O desempenho balístico das amostras com nióbia foi satisfatório, e a presença de sílica também favoreceu este desempenho. As amostras com melhor desempenho balístico apresentaram maior tendência de fratura intergranular associada a maior absorção de energia do impacto.

ABSTRACT

Samples of alumina, produced in Brazil by ALCOA (APC 2011-SG), with niobia, silica, and magnesia additions were sintered into disk shape, at 1400 °C/3h, in order to evaluate their ballistic properties. For comparison purposes the same alumina was also subjected to sintering without additions by using conventional 1600 °C/1h heat treatment. The niobia additions were set to vary from 2 to 8 wt.%, and 0.8 wt% e 0.15 wt% of silica and magnesia, respectively, when used. Only one composition was prepared with 1.15 wt% of magnesia. The sintered samples were characterized by measuring the hardness, the density, the porosity, and the elastic wave velocities.

The dynamic ballistic tests were carried out by gluing the ceramic disks onto steel plates and then submitting this target to impact by using a 7.62 mm projectile fired from a rifle 5 meters apart from the target. The energy absorbed by the ceramic disk was estimated in order to evaluate its ballistic behavior. The fracture surface of the dynamically tested samples were observed by scanning electron microscopy. The obtained results by others works with alumina A-16 indicated that the presence of niobia contributed to reduce the sintering temperature of alumina, also, of the alumina APC-2011 SG. For the alumina compositions containing silica in addition to niobia it was observed good energy absorption during fragmentation, showing that the presence of silica favoured the dynamic fracture toughness. It was seen for samples exhibiting better ballistic behavior that the fracture occurred preferentially at grain boundaries. This was attributed to greater crack propagation and absorption of energy happening during the compressive pulse passage prior to the tensile pulse travelling in the ceramic submitted to shock wave.

SUMÁRIO

ABSTRACT

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

1 – INTRODUÇÃO

| 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 5 |
|--|----|
| 2.1 – Processamento Cerâmico | 5 |
| 2.1.1 – Sinterização de Materiais Cerâmicos | 5 |
| 2.1.1.2 - Estágios de Sinterização | 5 |
| 2.1.1.3 – Tipos de Sinterização | 7 |
| 2.1.2 - Influência das Adições de Nb_2O_5 , SiO ₂ e MgO à Alumina | 8 |
| 2.1.3 – Transformação da Sílica em Cristobalita | 11 |
| 2.1.4 - Influência da Sílica sobre a Sinterização da Alumina | 12 |
| 2.1.5 – Adição de Ligantes | 12 |
| 2.1.6 – Aditivos de Processamento | 13 |

iv

v

| | 2.1.7 – Aditivos Umidificantes | 13 |
|---------------|--|----|
| | 2.1.8 – Aditivos Plastificantes | 13 |
| | 2.1.9 – Poros como Nucleadores de Trincas | 14 |
| 2.2 - 0 | Comportamento Balístico de Placas | 14 |
| | 2.2.1 - Mecanismos de Penetração | 15 |
| | | |
| | 2.2.2 - Considerações sobre o Comportamento Mecânico de Placas | |
| Cerâmicas en | n Impactos Balísticos | 18 |
| | 2.2.3 – Adição de SiO ₂ em Aluminas Comerciais para Blindagem | |
| Francesa | | 19 |
| | 2.2.4 - Espessura Necessária para Alumina Absorver Ondas de Choque | |
| com Eficiênci | ia | 19 |
| | 2.2.5 – Velocidades das Ondas Elásticas em Meio Isotrópicos | 20 |
| | 2.2.6 – Energia Dissipada por Onda de Choque | 20 |
| | 2.2.7 – Modelo de Fragmentação Dinâmica de Materiais Cerâmicos | 21 |
| | 2.2.8 – Máxima Velocidade das Trincas | 23 |
| | 2.2.9 – Ondas de Tensões Produzidas por Fraturas | 23 |
| | 2.2.10 – Verificação de Relação entre Resistência Mecânica e | |
| Desempenho | Balístico | 24 |
| | 2.2.11 – Ondas de Tensão em Processos de Penetração | 24 |
| | 2.2.12 – Características dos Adesivos | 26 |
| | 2.2.13 – Avaliações da Alumina em Blindagens Compostas | |
| 26 | | |
| | 2.2.14 – Ação dos Cerâmicos sobre as Pontas das Trincas | 27 |

| | 2.2.15 – Fratura em Cerâmicos | 28 |
|-------------|---|----|
| | 2.2.16 – Nucleação de Defeitos por Ondas Compressivas em Material | |
| Cerâmico | | 28 |
| | 2.2.17– Relação entre Modos de Fraturas e Presença de Adições | 29 |
| | 2.2.18 – Origem das fraturas em cerâmicas avançadas | 29 |
| | 2.2.19 – Características de alguns materiais cerâmicos para blindagem | 30 |
| | | |
| 3 – MATH | ERIAIS E MÉTODOS | 33 |
| 3.1 | – Obtenção de Cristobalita | 33 |
| | 3.1.1 – Difratograma da Cristobalita | 33 |
| 3.2 | – Especificações Técnicas da Alumina APC – 2011 SG | |
| 34 | | |
| 3.3 | – Características da Alumina A-16 | 36 |
| 3.4 | – Obtenção das Composições | 36 |
| 3.5 | - Características do Adesivo Utilizado | 40 |
| 3.6 | - Medida de Densidade e Porosidade | 40 |
| 3.7 | - Determinação do Módulo de Elasticidade de Alumina Porosa | |
| 41 | | |
| 3.8 | - Avaliação do Tamanho Médio de Grão | |
| 42 | | |
| | 3.8.1 – Avaliação do Tamanho de Grão Qualitativamente por | |
| Fratografia | a no MEV | 43 |
| 3.9 | – Medida de Dureza | 43 |
| 3.1 | 0 – Determinação da Velocidade das Ondas Elásticas e Velocidade | |

| das Trincas no Material Cerâmico | 44 |
|---|----|
| 3.11 – Preparação dos alvos | 44 |
| 3.12 - Realização dos Ensaios Balísticos | 47 |
| | |
| 4– RESULTADOS | 51 |
| 4.1 – Medidas de Microdureza Vickers | 51 |
| 4.2 – Medida da Densidade a Verde dos Corpos de Prova | 52 |
| 4.3 – Determinação de Densidade, Porosidade e Densificação das | |
| Amostras Sinterizadas | 53 |
| 4.4 - Determinação dos Valores de Módulo de Elasticidade das Amostras | |
| 56 | |
| 4.5 – Determinação da Velocidade das Ondas Elásticas e Velocidade | |
| das Trincas no Material Cerâmico | 58 |
| 4.6 - Mapeamento de Nióbio da Amostra #3. | 60 |
| 4.7 – Velocidade e Energia Cinética dos Projetis | 61 |
| 4.7.1 – Medida da Massa do Projetil | 61 |
| 4.7.2 – Velocidade Sem Atravessar Qualquer Corpo Sólido | 62 |
| 4.7.3 – Velocidade Após Atravessar uma Chapa de Aço 1020 | |
| com 1mm de Espessura. | 63 |
| 4.7.4 – Velocidade após Atravessar 03 (Três) Chapas de Aço 1020 | |
| com 1mm de Espessura cada. | 63 |
| 4.7.5 – Energia Cinética Dissipada do Projetil ao Atravessar | |
| a Placa Suporte de Aço da Blindagem | 64 |
| 4.7.6 – Velocidade e Energia Cinética dos Projetis após Impacto | |

| com as Amostras e Energia Absorvida pelo Material Cerâmico | 66 |
|---|----|
| 4.8 – Resumo dos Resultados Obtidos | 70 |
| | |
| 5 – DISCUSSÃO DOS RESULTADOS | 71 |
| 5.1 – Comparação entre as Amostras de Alumina sem Adições com | |
| Temperaturas de Sinterização Diferentes | 71 |
| 5.2 – Comparação entre Amostras com Nióbia e Sílica com Amostras | |
| com Somente Nióbia com Teor Variando de 6% a 8% | 75 |
| 5.3 – Comparação entre Amostras com mesmo Teor de Nióbia e | |
| Sílica e Diferentes Teores de Magnésia. | 79 |
| 5.4 – Comparação entre Amostras com mesmos Teores de Magnésia e Sílica, | |
| e Teores Diferentes de Nióbia. | 82 |
| | |
| 5.5 – Comparação de Amostra com 4% de Nióbia e Outra com 4% de | |
| Nióbia e 0,8% de Sílica. | 86 |
| | |
| 6– CONCLUSÕES | 90 |
| | |
| 7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 92 |
| | |
| 8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 93 |

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| FIGURA 1.1 : Fotografia do carro de combate A | MX - 32, francês, com blindagem |
|---|---------------------------------|
| conjugada utilizando camada de material cerâm | ico |

1

| FIGURA 1.2 : Exemplo de blindagem conjugada em que foi inserido material cerâmico | o 2 |
|---|-----|
| FIGURA 2.1: Estágios de sinterização | 5 |
| FIGURA 2.2 : Mecanismos de penetração de projetis em materiais homogêneos | 16 |
| FIGURA 2.3 : Imagem do mecanismo de penetração por estilhaçamento em | |
| material metálico | 16 |
| FIGURA 2.4 : Mecanismo de penetração em um blindagem conjugada com material | |
| cerâmico na parte anterior e material dúctil na parte posterior | 18 |
| FIGURA 2.5: Fragmentação de material cerâmico | 22 |
| FIGURA 3.1: Difratograma da cristobalita obtida por tratamento térmico da sílica | 34 |
| FIGURA 3.2: Forno de sinterização NETZSCH | 37 |
| FIGURA 3.3 : Alvo com 3 placas de aço e a placa cerâmica | 45 |
| FIGURA 3.4: Chapa de aço com placa de alumina colada com cola Sikaflex | 46 |
| FIGURA 3.5: Tentativa de confinamento dos fragmentos utilizando tecido de aramida | 46 |
| FIGURA 3.6: Montagem do alvo na Linha de Tiro de armas leves do CPrM | 48 |
| FIGURA 3.7: Alvo fixado no cavalete após o impacto do projetil | 48 |
| FIGURA 3.8: Impacto na chapa de aço para determinação da velocidade do projetil | |
| após atravessá-la | 49 |
| FIGURA 3.9: Chapas de aço à frente (foto à direita) e à retaguarda(foto à esquerda) | |
| | |

da placa cerâmica

| FIGURA 4.1: Gráfico de microdureza Vickers para as composições avaliadas | 52 |
|---|----------|
| FIGURA 4.2: Gráfico de densificação para as composições avaliadas | 56 |
| FIGURA 4.3: Gráfico das velocidades longitudinais e superficiais para as | |
| composições investigadas | 59 |
| FIGURA 4.4: Mapeamento de Nb na amostra com adição isolada de nióbia | 60 |
| FIGURA 4.5: Gráfico da distribuição de massa dos projetis empregados no | |
| Impacto balístico | 61 |
| FIGURA 4.6: Variação linear de energia cinética do projetil ao atravessar | |
| chapas de aço | 65 |
| FIGURA 4.7: Gráfico de absorção de energia pelo material cerâmico (%) | 69 |
| FIGURA 5.1: Superfície de fratura dinâmica da amostra #1 | |
| 71 | |
| FIGURA 5.2: Superfície de fratura estática da amostra #1 | 72 |
| FIGURA 5.3: Superfície de fratura dinâmica da amostra #2 | |
| 72 | |
| FIGURA 5.4: Superfície de fratura estática da amostra #2 | 73 |
| FIGURA 5.5: Gráficos comparativos das amostras sem adições sinterizadas a 1600° C e |) |
| 1400° C | 75 |
| FIGURA 5.6: Superfície de fratura dinâmica da amostra #10 | 77 |
| FIGURA 5.7: Superfície de fratura dinâmica da amostra #11 | 77 |
| FIGURA 5.8: Superfície de fratura dinâmica da amostra #12 | 78 |
| FIGURA 5.9: Superfície de fratura dinâmica da amostra #13 | 78 |
| FIGURA 5.10: Gráficos comparativos das amostras com 6 e 8% de nióbia e | |
| 0 e 0,8% de sílica | 79 |

| FIGURA 5.11: Superfície de fratura dinâmica da amostra #5 | 80 |
|---|----|
| FIGURA 5.12: Superfície de fratura dinâmica da amostra #6 | 80 |
| FIGURA 5.13: Superfície de fratura estática da amostra #6 | 81 |
| FIGURA 5.14: Gráficos comparativos de amostras com 4% de nióbia, 0,8% de | |
| Sílica e 0,15 e 1,15% de magnésia | 82 |
| FIGURA 5.15: Superfície de fratura dinâmica da amostra #7 | 84 |
| FIGURA 5.16: Superfície de fratura dinâmica da amostra #8 | 84 |
| FIGURA 5.17: Superfície de fratura dinâmica da amostra #9 | 85 |
| FIGURA 5.18: Superfície de fratura estática da amostra #9 | 85 |
| FIGURA 5.19: Gráficos comparativos das amostras com 2 a 8% de nióbia, 0,8% de | |
| sílica e 0,15% de magnésia | 86 |
| FIGURA 5.20: Superfície de fratura dinâmica da amostra #3 | 87 |
| FIGURA 5.21: Superfície de fratura dinâmica da amostra #4 | 88 |
| FIGURA 5.22: Gráficos comparativos das amostras com 4% de nióbia e 0 e 0,8% | |
| de sílica | 89 |

LISTA DE TABELAS

| TABELA 2.1: Amostras estudadas por Chaves e Buarque | 27 |
|---|--------|
| TABELA 2.2: Propriedades de algumas cerâmicas empregadas em blindagem | 30 |
| TABELA 2.3:Resultado de limite balístico para materiais cerâmicos tendo placa de al | umínio |
| 6061 – T6, de 6,3 mm de espessura como apoio | 31 |
| TABELA 3.1: Análise química (%) da alumina calcinada APC – 2011 SG | |
| 35 | |
| TABELA 3.2: Análise física da alumina calcinada APC – 2011 SG | 35 |
| TABELA 3.3: Granulometria (%) da alumina calcinada APC – 2011 SG | 35 |
| TABELA 3.4: Tamanho das partículas da alumina calcinada APC – 2011 SG | 35 |
| TABELA 3.5: Composições investigadas | 38 |
| TABELA 4.1 : Durezas das composições | 51 |
| TABELA 4.2 : Medidas de massa das amostras nas condições para atender a norma | |
| NBR 6220 com respectivo desvio-padrão para cada grupo de 3(três) medidas por | |
| composição investigada | 54 |
| TABELA 4.3 : Densidade, densificação e porosidade com respectivo desvio-padrão | |
| para cada grupo de 3(três) medidas por composição investigada | 55 |
| TABELA 4.4 : Módulo de elasticidade das composições cerâmicas | 57 |
| TABELA 4.5: Densidade, módulo de elasticidade, constantes de Lamé e velocidades | |
| das ondas longitudinais e superficiais para as composições investigadas | 58 |
| TABELA 4.6: Massa dos projetis | 61 |
| TABELA 4.7: Velocidade do projetil antes de atravessar o alvo | 62 |
| TABELA 4.8: Velocidade do projetil após atravessar um alvo constituído por | |

| TABELA 4.9: Velocidade do projetil após atravessar um alvo constituído por | |
|--|---------|
| 3 (três) chapas quadradas de aço com 10 cm de lado e espessura de 1mm | 64 |
| TABELA 4.10: Dissipação de energia do projetil no impacto com chapas de aço | |
| usadas no alvo | 65 |
| TABELA 4.11: Resultado do impacto balístico sobre os alvos | 67 |
| TABELA 4.12: Velocidade, energia cinética e absorção média de energia do projet | il após |
| 3(três) impactos balísticos em cada uma das composições investigadas | 68 |
| TABELA 4.13: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades | |
| das placas cerâmicas | 70 |
| TABELA 5.1: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das | |
| amostras #1 e #2 | 74 |
| TABELA 5.2: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das | |
| amostras #10 a #13 | 79 |
| TABELA 5.3: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das | |
| amostras #5 e #6 | 81 |
| TABELA 5.4: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das | |
| amostras #6 a #9 | 86 |
| TABELA 5.5: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das | |
| amostras #3 e #4 | 88 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

- E Módulo de elasticidade (G Pa)
- v Coeficiente de Poisson (adimensional)
- ρ Massa específica (g / cm³)
- λ Constante de Lamé (G Pa)
- μ Módulo de rigidez ou de cisalhamento (G Pa)
- V_{long} Velocidade das ondas elásticas longitudinais (m/s)
- Vcis Velocidade das ondas elásticas cisalhantes (m/s)
- V_{sup} Velocidade das ondas superficiais de Rayleigh (m/s)
- hp Prensado à quente ("hot pressed")

1-INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos¹ como a *alumina* (Al₂O₃), *nitreto de silício* (Si₃N₄), *carbeto de silício* (SiC) e *carbeto de boro* (B₄C) são pesquisados há várias décadas com o objetivo de obtenção de materiais resistentes a altas temperaturas e outras aplicações, tais como blindagem de viaturas militares.

Como exemplo de aplicação de cerâmicos em proteção balística, pode-se citar placas de alumina coladas em materiais dúcteis, como alumínio, para blindagem de helicópteros contra armas de calibre 0,50 polegadas, que foram empregadas pelos Estados Unidos na guerra do Vietnã em 1962¹. A associação da alumina, dura e leve, com material dúctil, em substituição a blindagens unicamente metálicas, tornou as aeronaves mais leves e dotadas de maior capacidade de transporte.

Desta forma, os materiais cerâmicos são de grande importância na solução do dilema entre mobilidade e proteção balística. A Figura 1.1 ilustra um carro de combate dotado de blindagem com material cerâmico.



FIGURA 1.1 : Fotografia do carro de combate AMX - 32, francês, com blindagem conjugada utilizando camada de material cerâmico.



FIGURA 1.2 : Exemplo de blindagem conjugada em que foi inserido material cerâmico.

Atualmente desenvolvem-se projetos de blindagens combinando a utilização de diversos materiais, dispostos normalmente em camadas, a fim de se otimizar a proteção balística com uma mínima densidade superficial da blindagem. A Figura 1.2 apresenta de forma esquemática um exemplo de blindagem conjugada contendo placa cerâmica. Observase que o material cerâmico posiciona-se na parte frontal do alvo e recebe o impacto do projetil. Atrás desta placa dura e frágil, encontra-se uma placa metálica dúctil, cuja função é absorver plasticamente parte da energia de impacto do projetil.

Outras configurações de blindagem tem sido desenvolvidas envolvendo combinação de materiais. Uma delas é mostrada a seguir:

- <u>Alumina</u>;

- Favo ;

- Estrutura da viatura (aço);

- Placas compósitas de resina e fibras de aramida .

Em trabalho anterior executado por Acchar ², verificou-se que a alumina contendo 4% Nb₂O₅, 0,8% SiO₂ e 1,15% MgO sinterizada a 1400 $^{\circ}$ C / 3 h apresentou um valor de resistência

mecânica da mesma ordem de grandeza de uma alumina padrão com 0,15% MgO sinterizado a 1600 °C / 1 h e aproximadamente o dobro do valor obtido por este padrão a 1400 °C / 3h.

Tais resultados indicam a viabilidade de estudos da adição de nióbia, sílica e magnésia à alumina para emprego em blindagem, uma vez que o aumento da resistência mecânica normalmente está relacionado com o aumento da dureza e densificação sob consolidação de materiais cerâmicos em baixas temperaturas de sinterização, permitindo um baixo custo de equipamentos para sua produção.

O Brasil possui as maiores reservas mundiais de Nióbio. Portanto, o conhecimento da influência da adição de Nb₂O₅ para melhoria do desempenho balístico da alumina é de grande importância estratégica para o desenvolvimento de materiais de emprego militar.

O impacto de um projetil de alta velocidade¹ com a face cerâmica cria ondas de choque compressivas com altíssimas pressões (da ordem de 30 GPa a 900 m/s). A onda atravessa o projetil e o material cerâmico nas suas respectivas velocidades sônicas. No caso do aço e da alumina estas velocidades são respectivamente da ordem de 5900 m/s e 11500 m/s. A grande diferença entre elas promove uma interação no interior do projetil, ocasionando normalmente sua fragmentação.

A presença de nióbia na alumina sinterizada aumenta o tamanho de grão e gera uma 2ª fase nos contornos de grãos, aumentando sua densificação. Esta microestrutura revela tendência de destruição da ponta do projetil, dificultando sua penetração. Este efeito consome parte considerável de energia cinética do projetil dando maior proteção ao elemento de interesse. Tal resultado não é usual para blindagem metálica.

Outro efeito esperado da adição de nióbia na alumina é que ocorra uma efetiva usinagem do projetil pelos fragmentos gerados no impacto com a placa cerâmica, provocando grande absorção de sua energia cinética, pelo aumento da densificação e dureza da cerâmica convenientemente .

A sílica tem a propriedade de produzir fase vítrea nos contornos de grãos da alumina, preenchendo defeitos e aumentando a densificação da alumina.

A magnésia é um tradicional aditivo da alumina como inibidor do crescimento de grão, e foi utilizada anteriormente por Acchar² para que reagisse com a nióbia presente, formando uma 2^a fase nos contornos de grãos e aumentando a resistência mecânica do material cerâmico sinterizado em baixas temperaturas.

O presente trabalho tem por objetivo a fabricação e caracterização de corpos de prova de alumina com adições de Nb_2O_5 e outros aditivos, tais como sílica e magnésia, em pequenas quantidades, visando avaliar seu comportamento balístico a fim de viabilizar o emprego deste cerâmico como componente de blindagem, utilizando um modelo de fragmentação dinâmica de material cerâmico.

O desempenho balístico foi avaliado através de ensaios de impacto balístico. Os resultados foram correlacionadas com propriedades do material, tais como: energia absorvida no impacto, microestrutura sob fratura estática e dinâmica, densificação, dureza e velocidade das ondas elásticas no material. A caracterização microestrutural foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS).

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – PROCESSAMENTO CERÂMICO

2.1.1 – Sinterização de Materiais Cerâmicos^{3,4}

A sinterização pode ser definida como sendo a remoção de poros entre partículas, acompanhado por contração do componente, combinada com o crescimento de grão e formação de ligações fortes entre partículas adjacentes.

A força motriz para sinterização é a redução da área de superfície obtida pela substituição das altas energias das interfaces sólido-vapor pelas energias menores das interfaces sólido-sólido.

2.1.1.2 - Estágios de Sinterização³



FIGURA 2.1: Estágios de sinterização

A sinterização é dividida em 3 (três) estágios, mostrados na Figura 2.1.: I - Estágio inicial II – Estágio intermediário

1) Estágio inicial

III – Estágio final

Neste estágio ocorre o rearranjo de partículas do pó e formação de "pescoço" nos pontos de contato entre partículas. A densificação do compacto aumenta de 50 a 60%, devido principalmente ao melhor empacotamento das partículas. Materiais com fraca sinterização podem atingir este estágio, como ocorre em aluminas sem adições em baixas temperaturas de sinterização.

2) Estágio intermediário

Caracterizado pelo crescimento do tamanho dos pescoços. A quantidade de poros é consideravelmente reduzida, havendo uma aproximação entre os centros das partículas (contração). Formam-se os contornos de grãos , que então se movimentam fazendo com que grãos maiores cresçam às custas de grãos menores.

Este estágio perdura enquanto os canais de poros estiverem conectados, e é considerado encerrado quando os poros se tornam isolados. A densidade relativa pode chegar a atingir 90% da densidade teórica.

3) Estágio final

Os poros tornam-se fechados (sem canais) e são lentamente eliminados por difusão de

vacâncias (lacunas) dos poros situados nos contornos de grãos, havendo assim uma pequena densificação do componente.

Os contornos de grãos são regiões de estrutura cristalina mais aberta do que a estrutura do interior dos grãos e cheios de defeitos. Com isso, o processo de difusão é mais rápido ao longo dos contornos de grãos.

Neste estágio ocorre um aumento considerável do tamanho dos grãos. O crescimento dos grãos, quando não controlado, costuma deixar poros isolados dentro destes grãos, que são difíceis de serem removidos, já que a difusão pela rede é mais lenta que pelos contornos de grãos.

Os poros atrelados aos contornos de grãos são mais facilmente removidos pela rápida difusão pelos contornos de grãos e inibem o crescimento de grão pelo travamento destes contornos. Esta inibição também ocorre pela presença de inclusões de 2ª fase nestes contornos, como é de se esperar que ocorra na alumina com adições de nióbia, sílica e magnésia, por exemplo.

2.1.1.3 – Tipos de Sinterização:

1) Sinterização em estado sólido

Envolve sólidos e poros. É o caso da alumina sem adições.

2) Sinterização em Presença de Fase Líquida

Envolve três componentes (sólido, líquido e poros). Na temperatura de sinterização mais de 80% de material está no estado sólido. Como exemplo tem-se a alumina com adições

de nióbia e sílica. Neste caso é de se esperar que as adições concentrem-se nos contornos de grãos da alumina, tendendo a tornar as superfícies dos grãos arredondadas pelo preenchimento dos defeitos superficiais dos grãos pelas 2^{as} fases formadas a partir das adições.

3) Sinterização de Vidro Viscoso

Envolve um volume de fase líquida na temperatura de sinterização superior a 20%, e o restante de fase sólida e poros. Este tipo de sinterização é relevante na fabricação de louças brancas, como a porcelana.

4) Sinterização de compósito viscoso

2.1.2 - Influência das Adições de Nb₂O₅, SiO₂ e MgO à Alumina

O metal Nb pode ser empregado em temperaturas elevadas, pois apresenta ponto de fusão igual a 2438 °C. Porém sua utilização efetiva é restrita devido a sua elevada reatividade com o oxigênio e outros gases em temperaturas elevadas. O principal produto da oxidação do Nb em temperaturas acima de 500°C é a nióbia (Nb₂O₅).

A nióbia é um aditivo promotor de crescimento de grão da alumina conforme estudos realizados por Smothers e Reynolds^{2,5}.

Kennedy⁶ na pesquisa sobre a influência da adição de Nb₂O₅ na alumina encontrou um crescimento de grão exagerado e também uma baixa densidade quando esse material é sinterizado na temperatura de 1500 °C.

Kofstad e Espevik^{2,7} ao estudarem a oxidação do Nióbio entre 1200 °C e 1700 °C, observaram uma mudança de comportamento à 1400 °C, que foi associada à transição sólido - líquido do Nb₂O₅. Em temperaturas acima de 1500 °C, a evaporação do óxido torna-se importante e é evidenciada pela perda de peso.

Acima de 1550 °C ocorre uma apreciável evaporação do Nb_2O_5 , e em 1600 °C há uma perda significativa de massa da nióbia adicionada.

A partir dos estudos de Kofstad e Espevik^{2,7}, é de se esperar que na temperatura de 1400 °C ocorra a fusão parcial da Nb₂O₅ sem ter tido início sua volatilização, tornando-a adequada para ser empregada como aditivo da alumina. Ela contribui com os mecanismos de sinterização, pois na forma fundida ocupa os poros intergranulares, reduzindo a energia de ativação para substituição de interfaces sólido-vapor por sólido-sólido, liberando desta forma, força motriz para a atuação de outro mecanismo de sinterização concorrente, que é o crescimento de grão.

Em seu trabalho, Acchar² investigou, sobre a alumina A-16, adições de nióbia de até 6% em peso, e estudando a cinética da sinterização, as propriedades mecânicas e as microestruturas da alumina final com estas composições. Foi verificado que a alumina com 4% Nb₂O₅, 0,8% SiO₂ e 1,15% MgO prensada a 50 M Pa e sinterizada a 1400 °C / 3h apresentou uma resistência mecânica da mesma ordem de grandeza de um material tomado como padrão, de alumina com 0,15% MgO sinterizado a 1600 °C por 1 hora. Análises² por difração de raios-X, procedidas por Acchar em amostras de Al₂O₃ com 4% de nióbia, comprovaram a presença de uma 2ª fase (AlNbO₄) entre os contornos de grãos da alumina. Acchar² concluiu que esta 2ª fase intensificava o caminho de difusão do agente difusor, o alumínio intersticial, por um mecanismo de abaixamento da barreira de energia para a difusão intergranular, promovendo desta forma a densificação do material, uma vez que o AlNbO₄, distribuído entre os grãos, diminui a energia de ativação para a difusão intergranular do íon Al^{+3} , e que a concentração mínima para formação de quantidade efetiva de $AlNbO_4$ era da ordem de 4% em peso de Nb_2O_5 .

Não foi identificada por Acchar nenhuma outra 2^{a} fase no sistema $Al_2O_3 - Nb_2O_5$, pela dificuldade de formação de outras fases na região rica em nióbio, em consequência da instabilidade estequiométrica provocada pela perda de oxigênio durante o aquecimento e sinterização.

O aumento da mobilidade dos contornos de grãos da alumina pela nióbia foi confirmado por Acchar para teores de 0,5% a 6% de Nb₂O₅, com valores elevados de contração em $1400 \ ^{\circ}C / 3h$.

Na presença de SiO₂ e MgO, a nióbia reagia com a magnésia formando a magnocolumbita (MgNb₂O₆), que eleva a resistência mecânica da composição Al₂O₃ - 4% Nb₂O₅ - 0,8% SiO₂ - 1,15% MgO.

Havendo falta de sílica, não há o efetivo fechamento dos defeitos superficiais pela fase vítrea, não se verificando, neste caso, variação da resistência mecânica com o aumento do teor de MgO. A ausência de sílica faz com que não se forme a mulita ($3Al_2O_3$. $2SiO_2$), que tem efeito inibidor de crescimento de grão. Desta forma, é de se esperar maior tamanho de grão para amostras sem SiO₂.

A alumina utilizada por Acchar² foi a A-16 da ALCOA (α - Al₂O₃). Neste trabalho usou-se a APC-2011 SG com 99,4% de pureza, também da ALCOA, uma vez que sendo um produto nacional, pode ser facilmente obtida para atender as necessidades do Exército Brasileiro.

Acchar² verificou que um aumento do teor de Nb_2O_5 de 4% para 6% não alterava a quantidade de MgNb₂O₆, alterando somente a de AlNbO₄.

Verificou-se também que a sinterização de material contendo nióbia deveria ser realizada abaixo de 1500 °C, pois em temperaturas superiores ocorria volatilização e consequente perda de nióbia, degradando as amostras durante a saída dos gases.

Adicionando-se nióbia sem outros aditivos na alumina, Acchar² verificou a presença de defeitos na microestrutura. Além disso, para concentração inferior a 1,15% de MgO não se formava quantidade suficiente de magnocolumbita para uma eficiente inibição do crescimento de grão. Acchar² verificou também que a presença de 0,8% de SiO₂ suficiente para o fechamento de trincas superficiais e defeitos oriundos de compactação.

A pressão de compactação optimizada por Acchar² foi de 50 M Pa, e a boa resistência mecânica da composição optimizada foi atribuída à presença de uma $2^{\underline{a}}$ fase (MgNb₂O₅), que inibe o crescimento de grão da alumina e também a um fechamento parcial de defeitos superficiais, obtido através do escoamento da fase vítrea formada².

A grande vantagem do material produzido por Acchar² foi poder ser sinterizado a 1400 °C, temperatura inferior à tradicional, que é da ordem de 1600 °C, o que representa a possibilidade de utilização de fornos de menores custos.

2.1.3 – Transformação da Sílica em Cristobalita⁸

A sílica obtida a partir de um ácido silícico (SiO₂ . H₂O), requer um tratamento térmico para fixar a fase cristobalita. Isto é feito através do aquecimento do ácido silícico a 1550 °C por 2h a uma taxa de aquecimento de 300 °C / hora a fim de manter a homogeneidade de temperatura durante o aquecimento, e um resfriamento de 600 °C / hora a fim de manter em equilíbrio metaestável à temperatura de 25 °C a fase cristobalita da temperatura elevada.

Este tratamento térmico evita as alterações volumétricas decorrentes de mudança de fase da sílica de quartzo para cristobalita durante a sinterização, bem como permite a evaporação de água estrutural, para que não provoque defeitos no material por evaporação durante a sinterização.

2.1.4 - Influência da Sílica sobre a Sinterização da Alumina⁸:

Louro ⁸ estudou a produção de alumina sinterizada utilizando baixos teores de sílica como aditivo de sinterização, procurando investigar a influência do SiO_2 sobre as propriedades mecânicas e microestrutura do produto final. Dentre suas conclusões, verificou que:

1 - A máxima resistência mecânica⁸ alcançada foi obtida utilizando-se uma concentração de 0,8% em peso de SiO₂, que foi consequência do fechamento efetivo dos defeitos de superfície pela fase vítrea presente.

2 – A adição de sílica acima de 0,8% (de 0,9% a 2,0%) provocou aumento da porosidade, neutralizando parcialmente o fechamento dos defeitos superficiais em virtude do consumo da fase vítrea também pelos poros. Para tempos maiores de sinterização, Louro⁸ verificou que a resistência mecânica parecia ser controlada pela microestrutura em face do exagerado crescimento de grão.

2.1.5 – Adição de Ligantes⁸

Esta adição tem duplo objetivo. Em primeiro lugar visa a conferir ao material compactado uma resistência a verde que possibilite o manuseio das amostras. A outra função

é de promover a aglomeração das partículas na forma de grânulos esféricos, que melhoram a densificação do pó na matriz de compactação.

2.1.6 – Aditivos de Processamento⁹

Conforme apresentado por Reed⁹, aditivos de processamento são materiais que podem ser adicionados na mistura a úmido para atender requisitos de processamento. O teor de aditivos na mistura é relativamente baixo e alguns devem ser eliminados durante o processamento, não constituindo o produto final.

2.1.7 – Aditivos Umidificantes⁹

São usados em processamento cerâmico para molhar as partículas cerâmicas e promover um meio viscoso entre elas. O principal umidificante é a água, pelo baixo custo e eficácia.

2.1.8 – Aditivos Plastificantes⁹

São usados para modificar as propriedades viscoelásticas das superfícies das partículas. Como plastificante, costuma-se usar o álcool polivinílico dissolvido em água, que apresenta baixo módulo de elasticidade e resistência mecânica, bem como grande deformação até a ruptura, permitindo manuseio dos corpos verdes, bem como evitando defeitos na compactação.

Outro material comumente utilizado é o etilenoglicol, que assim como o álcool

polivinílico, melhora a compactação e resistência a verde.

2.1.9 - Poros como Nucleadores de Trincas¹⁰

O processamento cerâmico produz um material com presença de poros intergranulares. Nestas regiões existem pontos tríplices (encontro de 3 grãos) constituindo-se de uma interface sólido-vapor concentradora de tensões. Nestas regiões estão localizados átomos submetidos à maior sobrecarga, devido a tensões localizadas. A força atuando nos pontos tríplices pode chegar a milhares de vezes a força externa aplicada.

2.2 - COMPORTAMENTO BALÍSTICO DE PLACAS

Alguns termos usados em blindagem para impacto balístico¹¹

a) Blindagem: Material de cobertura para proteção balística de projetil e fragmentos quando a proteção do material a ser blindado é inadequada.

 b) Sistema de blindagem: Combinação de vários materiais de blindagem com propriedades e geometria escolhidas para defender de uma ou mais penetrações de projetis específicos.

c) Impacto balístico: Impacto sobre um alvo de projetis, fragmentos ou outro mecanismo aerodinâmico de atravessamento de um material.

d) V_{50} : Velocidade do projetil em que penetrações completa e incompleta são igualmente prováveis de ocorrerem.

e) V_{100} : Mínima velocidade do projetil para que só se realizem penetrações completas.

f) Resistência balística: Medida da capacidade de um material ou componente parar o reduzir a velocidade ou massa de um projetil ou fragmento que o impacta.

 g) Blindagem Cerâmica: Qualquer material cerâmico que é empregado como um componente de blindagem para proteção contra projetis. Neste sentido, inclui vidros bem como materiais policristalinos.

 h) Percentagem cerâmica: Fração de cerâmica presente em um sistema de blindagem, obtida pela divisão da densidade superficial do componente cerâmico pela densidade superficial total do sistema.

 Blindagem conjugada: Sistema de blindagem consistindo de duas ou mais camadas de materiais diferentes coladas para formar a unidade de proteção.

 j) Penetração completa: É a que ocorre quando um projetil ou fragmento penetra em uma blindagem suficientemente para permitir a passagem de luz através do furo ou trinca desenvolvidos na blindagem.

 k) Blindagem espaçada: Sistema de blindagem tendo espaçamento entre os elementos da blindagem.

2.2.1 - Mecanismos de Penetração

A penetração de um projetil em um material homogêneo é influenciada por inúmeras variáveis, como a forma e a dimensão do projetil, a velocidade de impacto e as propriedades do material de blindagem¹. A ocorrência da penetração se processa por um ou mais dos seguintes mecanismos, conforme mostrado na Figura 2.2:

- Penetração dúctil;

- Fragmentação;

- Arrancamento de batoque;
- Em pétala;
- Por estilhaçamento.

No caso de material cerâmico, a penetração se dá normalmente por estilhaçamento, uma vez que sua fragilidade não disponibiliza formas dúcteis de absorção de energia do impacto do projetil.



FIGURA 2.2 : Mecanismos de penetração de projetis em materiais homogêneos¹.

A Figura 2.3 apresenta o efeito de estilhaçamento ("spalling") observado durante impacto dinâmico.



FIGURA 2.3 : Imagem do mecanismo de penetração por estilhaçamento em material metálico¹².

Um dos tipos existentes de blindagem conjugada é constituída na parte frontal por um material cerâmico especial firmemente ligado à parte traseira constituída de materiais metálicos (aço ou alumínio), fibra de vidro ou de aramida com resina. Este arranjo procura maximizar o desempenho balístico de uma blindagem para resistir à penetração, com mínima densidade superficial.

Examinando-se em detalhes o fenômeno de impacto e os mecanismos de destruição de uma blindagem conjugada, identificamos as seguintes etapas¹ :

a) O impacto do projetil com a face cerâmica cria ondas de choque compressivas com altíssimas pressões (da ordem de 30 GPa a 900 m/s). A onda atravessa o projetil e o material cerâmico nas suas respectivas velocidades sônicas. No caso do aço e da alumina estas velocidades são respectivamente da ordem de 5900 m/s e 11500 m/s. A grande diferença entre elas promove uma interação no interior do projetil, ocasionando normalmente sua fragmentação.

b) Quando a ponta do projetil atinge o alvo, uma região muito pequena é submetida a alta compressão, o que provoca o aparecimento de um cone de fraturas que vai transmitir esta
compressão ao material dúctil, fazendo com que a pressão inicial seja agora distribuída por uma área resistente maior. Nesta etapa a ponta do projetil é destruída e 20% de sua velocidade é perdida;

c) Quando a pressão atinge o material de apoio, isto é, a chapa posterior do alvo, ocorre deformação plástica que provoca um abaulamento do material metálico. Isto promove uma flexão do material cerâmico, o qual fratura a partir da interface com o material de apoio, onde a tração é máxima. As pequenas partículas oriundas da fratura irão usinar o projetil como se fossem ferramentas de corte, com dissipação de cerca de 40% de sua energia cinética. *A eficiência desta dissipação depende de quão rigidamente possa o cerâmico estar fixo na chapa posterior mesmo após sua fratura*.



FIGURA 2.4 : Mecanismo de penetração em um blindagem conjugada com material cerâmico na parte anterior e material dúctil na parte posterior¹.

d) Para que não ocorra perfuração completa do conjugado, a energia restante deve ser absorvida pelo material dúctil.

A Figura 2.4 mostra esquematicamente o processo de fragmentação da blindagem e do

projetil por ocasião do impacto. A perda de energia mais importante ocorre nas três primeiras etapas, e são funções das características do material cerâmico e da possibilidade de se manter a integridade do conjugado.

Como a resistência balística é um fenômeno estatístico, é definida uma velocidade do projetil para a qual a probabilidade de penetração total seja de 50 %, chamada de **V50**.

2.2.2 - Considerações sobre o Comportamento Mecânico de Placas Cerâmicas em ImpactosBalísticos

Um fator que influencia a perda de energia cinética do projetil ao atravessar um material cerâmico é a usinagem da ponta do projetil pelas partículas produzidas pela fragmentação do material cerâmico, melhorando a eficiência da blindagem. Por conseguinte, é preciso que a face cerâmica tenha uma elevada dureza.

2.2.3 – Adição de SiO₂ em Aluminas Comerciais para Blindagem Francesa

Xavier¹ comparou o desempenho balístico de uma alumina desenvolvida no IME com 99,5% de pureza e de outra alumina de origem francesa, contendo cerca de 14% de SiO₂. Ele concluiu que a sílica presente formava uma 2ª fase vítrea envolvendo os grãos de alumina com a finalidade de redução da porosidade e aumento da resistência mecânica.

Além disso, Xavier¹ verificou que esta fase também tornava a fratura intergranular, contribuindo para melhor absorver as ondas de choque provenientes do impacto do projetil. Xavier¹ verificou um desempenho praticamente igual entre a alumina produzida no IME com alta pureza e a alumina francesa com alto teor de sílica. 2.2.4 - Espessura Necessária para Alumina Absorver Ondas de Choque com Eficiência

Xavier¹ analisou a velocidade residual do projetil ao atravessar material composto por, na parte frontal, alumina sinterizada com espessura de 5,0 mm e 10,0 mm, verificando que para alumina tanto pura como com adições de SiO₂, a energia absorvida pela placa de 10 mm de espessura era da ordem de 10 vezes a absorvida pela placa de 5 mm. De acordo com Xavier¹, este efeito foi atribuído à absorção de ondas de choque com fragmentação parcial do projetil quando utilizada espessura superior para placa cerâmica.

Além disso, Wilkins¹³ verificou que uma única placa cerâmica teria efeito superior de absorção da energia do projetil que 2 placas somando a mesma espessura da placa única.

Desta forma, no presente trabalho a espessura dos corpos de prova foram fixadas em 10mm em uma placa única, uma vez que esta espessura da placa cerâmica favorece a fragmentação parcial do projetil.

2.2.5 - Velocidades das Ondas Elásticas em Meio Isotrópicos

Kolsky¹⁴ mostrou que as velocidades das ondas elásticas longitudinais, cisalhantes e de superfície em um meio isotrópico, podem ser obtidas pelas relações que se seguem, cujos símbolos utilizados encontram-se na Lista de Abreviaturas e Símbolos:

$$\lambda = (\nu E)/((1+\nu).(1-2\nu))$$
 (G Pa) (1)

$$\mu = E / (2(1+\nu))$$
 (G Pa) (2)

$$V_{\text{long}} = ((\lambda + 2\mu)/\rho)^{1/2} \times 10^3$$
 (m/s) (3)

$$V_{cis} = (\mu / \rho)^{1/2} x \, 10^3 \tag{(m/s)}$$

$$V_{sup} = ((0,862 + 1,14 v) / (1+v)) \times 10^3$$
 (m/s) (5)

2.2.6 – Energia Dissipada por Onda de Choque

Em estudos realizados por Meyers¹⁵, foi verificado que a energia necessária para propagação de uma onda de choque em um material poroso é superior à em um material denso, isto porque a porosidade do material vai fazer com que ocorra aquecimento localizado no impacto, consumindo energia da onda de choque.

$$EN = \frac{1}{2} P (V_{00} - V)$$
 (6)

Onde EN é a energia consumida pela onda de choque compressiva aplicando uma pressão P durante sua passagem pelo material, causando uma redução do volume do material poroso de V_{00} para V.

Isso explicaria um bom desempenho balístico de um material homogeneamente poroso, o qual tende a fraturar dinamicamente a partir de trincas nucleadas em vazios durante a passagem da onda de choque compressiva, desde que a quantidade de poros não seja tão elevada que comprometa a seção resistente do material cerâmico.

2.2.7 – Modelo de Fragmentação Dinâmica de Materiais Cerâmicos¹⁶

Louro e Meyers^{16, 17, 18} desenvolveram um modelo que quantitativamente prevê o tamanho dos fragmentos quando uma cerâmica é submetida a uma onda de tensão uniaxial. Este modelo considera que a fragmentação dinâmica acontece devido à nucleação, crescimento e coalescimento de microtrincas no material frágil.

Inicialmente uma onda compressiva de choque é gerada no ponto de impacto com

uma frente esférica, gerando tensões tangenciais trativas. Isso cria trincas radiais a partir do ponto de impacto. Quando esta onda alcança a superfície livre ela reflete como trativa provocando trincas adicionais.

A nucleação de microtrincas na passagem da onda compressiva ocorre preferencialmente nos defeitos pré-existentes no cerâmico, criando condições para ocorrência de estados trativos localizados nestas regiões.

No caso de poros esféricos, as microtrincas nucleiam paralelas à carga aplicada. Para poros elípticos, as microtrincas são geradas nas superfícies de menor raio de curvatura, por concentrarem tensões.

A anisotropia elástica nos contornos de grãos da alumina policristalina faz com que os contornos de grãos sejam regiões preferenciais para nucleação de microtrincas.

Louro e Meyers^{16, 17, 18}, por experimento de impacto com placas voadoras, verificaram que o pulso compressivo promove iniciação de microtrincas. Desta forma a onda trativa gerada por reflexão na superfície livre provoca mais danos que um pulso trativo atravessando um material virgem, isto é, um material que não tenha sido atravessado por um pulso compressivo.

Neste modelo considera-se que o material possui defeitos pré-existentes. Estes defeitos, ativados por um pulso compresssivo, tornam-se maiores. Sob tensão, microtrincas geradas nos defeitos começam a crescer a uma velocidade dada pela fratura dinâmica, cujo valor máximo é o das ondas de superfície de Rayleigh.

À medida que as trincas crescem, ocorrem interseções entre elas que geram fragmentos devido ao coalescimento das trincas que se propagam, como mostra a Figura 2.5.

22



FIGURA 2.5: Fragmentação de material cerâmico¹⁶

2.2.8 - Máxima Velocidade das Trincas

Griffith¹⁹ verificou que a tensão na frente da trinca aumenta com a raiz quadrada do tamanho da trinca. Com isso, para estado plano de tensões, é de se esperar que a velocidade de trincamento aumente continuamente. Porém há um limite, pois esta não pode ser maior que a velocidade de propagação das ondas elásticas longitudinais no material, uma vez que o estado de tensões em uma porção do material não se altera enquanto não for alcançado pela frente de ondas longitudinais, logo também não pode sofrer trincamento antes deste evento¹⁹.

Como o processo de aumento da tensão envolve componente cisalhante e volumétrica, a velocidade não pode exceder a das ondas cisalhantes.

Freund²⁰ mostrou que a velocidade das ondas de superfície de Rayleigh é o limite superior para a velocidade das trincas no material.

Desta forma, é de se esperar que um material onde as impurezas estão

homogeneamente dispersas, o coalescimento de trincas após a passsagem da frente de ondas compressivas se dê antes da passagem da frente de ondas trativas geradas na reflexão das ondas compressivas na superfície livre na região posterior da blindagem. Assim, o material tende a pulverizar em pequenas partículas, com grande formação de superfícies livres que absorvem a energia do impacto do projetil, bem como vão usiná-lo reduzindo sua massa, com isso reduzindo sua energia cinética.

2.2.9 – Ondas de Tensões Produzidas por Fraturas

Miklowitz²¹ verificou que não apenas ondas de tensão produzem fraturas, mas a formação da fratura também emite ondas de tensão, na forma de emissão acústica, que podem produzir fraturas secundárias no material. Isso significa o trincamento múltiplo através dos contornos de grãos já na passagem da onda de choque compressiva, a partir do ponto de impacto.

2.2.10 - Verificação de Relação entre Resistência Mecânica e Desempenho Balístico

Tracy²² e colaboradores verificaram que a medida da resistência à tração a partir de ensaio de flexão não está correlacionada com impacto balístico. Como exemplo Tracy²² cita que o SiC – hp tem resistência mecânica à flexão duas vezes maior que o TiB₂-hp, porém desempenho balístico 20% inferior. Com isso, considera que esta propriedade não é relevante para avaliação indireta do desempenho balístico.

Por conseguinte, a resistência à tração não foi considerada como parâmetro de avaliação do material para blindagem neste trabalho. Os parâmetros de avaliação foram dureza, densificação e microestrutura, os quais foram relacionados com a absorção de energia no impacto.

2.2.11 – Ondas de Tensão em Processos de Penetração²³

O processo de penetração de um projetil em uma blindagem depende das propriedades dos materiais do projetil e da blindagem.

A perda de energia cinética do projetil resulta em deformação elástica e plástica do alvo, e para alvos frágeis como é o caso dos cerâmicos, parte da energia é dissipada em produção de superfícies de fratura.

O fenômeno de lascamento ("spalling") ocorre quando um projetil de alta velocidade bate em uma placa frágil, como um material cerâmico. Neste caso o núcleo do dano não ocorre na superfície do impacto, porém em um plano onde se encontram as ondas trativas refletidas no projetil e na face oposta ao impacto do componente cerâmico.

Hopkinson²³ concluiu para este fenômeno que o choque do projetil forma na região do impacto alta compressão gerando uma onda compressiva no ponto de impacto que viaja a partir deste ponto.

Sólidos mais frágeis são mais resistentes a compressão. Desta forma, esta onda compressiva deve causar menor dano ao alvo que uma onda trativa. Contudo, quando esta onda compressiva alcança uma superfície livre ou uma região de baixa impedância de choque (ρ .c), onde ρ é a massa específica e c a velocidade do som no material, esta é refletida como uma onda trativa. Como a resistência à tração de materiais frágeis, como a alumina, é inferior à resistência à compressão, a placa cerâmica começa a fraturar a partir da superfície livre. Esta frente de onda trativa viaja anulando os estados de compressão, até que todo o material

está sob tração fraturando. Isso explica a observação de Xavier¹ de que a eficiência do material cerâmico com 10 mm de espessura é maior que com 5 mm, uma vez que com 5mm de espessura a onda compressiva que viaja pelo material cerâmico ao atingir a superfície livre reflete como trativa alcançando o ponto de impacto e viajando pelo projetil até alcançar a frente de onda compressiva que ainda não chegou à extremidade livre do projetil. Já para cerâmica com 10 mm de espessura há tempo suficiente para que o encontro de frentes de ondas no projetil seja entre ondas trativas, fragmentando o projetil.

2.2.12 - Características dos Adesivos

Um material adesivo²⁴ deve oferecer uma superfície elástica em compressão e prover atrito ao deslocamento lateral dos pedaços de cerâmica no impacto do projetil.

Alesi e Barron²⁴ verificaram que adesivos de poliuretano e polisulfeto atendem estes requisitos. Foi recomendado uma camada muito fina (127 μ m) a ser aplicado em uma única etapa.

2.2.13 - Avaliações da Alumina em Blindagens Conjugadas

Ajdelsztajn²⁵ avaliou placas de alumina pura com 87% de densificação colada a uma placa de 3,8 mm de resina com 20 camadas de tecidos de fibra de vidro ensaiada a 5 m obtendo penetração total com projetil 7,62mm não perfurante. Ele observou que para a alumina pura, dureza e abrasividade elevadas aumentavam a eficiência da cerâmica, cuja função era de fragmentar o projetil, absorver a energia do impacto convertendo energia cinética do projetil em energia de fratura, bem como dissipar o impacto por uma área maior

(cone de fraturas). Seu material foi adquirido no mercado e não foi avaliada presença de fase vítrea, uma vez que a alumina com fase vítrea pode ter dureza inferior e melhor desempenho balístico por absorção de energia das ondas de choque por fratura intergranular.

A norma²⁶ na qual foi baseada sua avaliação balística, a qual também é a adotada neste trabalho, estabelece a distância de 15 m como padrão para avaliação da V_{50} , velocidade do projetil em que a probabilidade de penetração total é de 50%. Como em seu trabalho²⁵ visava-se calcular a perda de energia cinética do projetil para atravessar a blindagem, que é o caso do presente trabalho, definiu-se a distância de 5m a fim de garantir penetração total em todas as amostras.

Chaves e Buarque²⁷ avaliaram dois tipos de cerâmicas: I – alumina com 96,6% de pureza; e II – alumina comercial com quantidade elevada porém não definida de SiO₂. Como placa suporte colocada na parte posterior da blindagem usaram 48 camadas de fibra de vidro com resina epoxi constituindo-se em uma placa de 12 mm de espessura. As blindagens com as aluminas I e II foram ensaiadas a 5 m por projetil 7,62 mm.

Chaves e Buarque²⁷ obtiveram os resultados da Tabela 2.1.

| TABELA 2.1: Amostras estudadas p | oor Chaves e Buarque ²⁷ |
|----------------------------------|------------------------------------|
|----------------------------------|------------------------------------|

| Material | Presença de | $ ho_{m\acute{e}dio} (g / cm^3)$ | Densificação | Dureza (HV) |
|----------|-------------|-------------------------------------|--------------|-------------|
| | aditivos | | | |
| Ι | Não | 3,85 | 96,6 % | 2071,32 |
| | | | | |
| Π | Sim | 3,46 | 86,78 % | 850,52 |
| | | | | |

Chaves e Buarque²⁷ verificaram que o desempenho balístico da amostra II foi compatível com a I, apesar da II apresentar menor dureza e densificação que a I.

Desta forma pode-se observar que a presença de fase vítrea aumentou a absorção de

ondas de choque, melhorando o desempenho do material.

2.2.14 - Ação dos Cerâmicos sobre as Pontas das Trincas

Wilkins²⁸ analisou por cálculos computacionais e experimentos balísticos, o impacto de um projetil com ponta de aço sobre a face frontal de alumina colada em uma placa de alumínio. Ele verificou que:

1) A trinca inicia na superfície do impacto;

 A fratura nas vizinhanças da ponta da trinca é governada pela velocidade da trinca, e que estas fraturas relaxam as tensões do material a zero;

3) A ponta do projetil é destruída nos primeiros 10 µs, provocando uma maior área de superfície entre o projetil e a placa de alumina. Com isso, a energia do projetil pode ser mais rapidamente dispersada. Devido à grande resistência ao escoamento em compressão da alumina, é possível destruir a ponta do projetil, o que não aconteceria se a parte frontal da blindagem fosse, por exemplo, de alumínio ou aço.

2.2.15 – Fratura em Cerâmicos²⁹

Em materiais cerâmicos, as ligações são iônicas e covalentes, as quais permitem pouca ou nenhuma deformação antes da fratura, tornando o material frágil.

As cerâmicas cristalinas, como a alumina, tendem a falhar ao longo de seus planos de clivagem. Desta forma, é de se esperar que a superfície de fratura da alumina sem adições, observada no MEV, seja de grãos facetados, onde a superfície de fratura de cada grão corresponda a seu respectivo plano de clivagem. Para adições presentes na alumina, poderá

haver formação de 2^a fase nos contornos de grãos com menor dureza, direcionando a fratura para estas regiões, dando à fratura um aspecto intergranular.

2.2.16 – Nucleação de Defeitos por Ondas Compressivas em Material Cerâmico

Em impactos balísticos²², quanto mais uniforme a distribuição da população de defeitos em um material cerâmico, melhor o desempenho balístico, pois os danos ficam mais dispersos no material.

Tracy²² realizando trabalho de impacto balístico em alumina, mostrou que trincas iniciam em defeitos na passagem da onda de choque compressiva, coalescendo após a passagem da onda.

Análise fratográfica²² de corpos de prova após impacto, revelaram partículas muito finas, na faixa de poucos milímetros a mícrons na fratura da alumina primária devido a passagem da onda de choque compressiva, gerando tração sobre os defeitos. A presença de grandes partículas ocorreu, segundo Tracy²² por fratura secundária quando a onda compressiva sofreu reflexão na superfície livre, passando à condição de onda trativa.

2.2.17- Relação entre Modos de Fraturas e Presença de Adições

Tracy²² verificou que na propagação das trincas por impacto balístico, a fratura ocorre nos contornos de grãos quando estas regiões são mais fracas. Com isso, o tortuoso caminho da fratura intergranular requer uma energia adicional à propagação em relação a fratura transgranular, por influência da adição de impurezas químicas que tendam a segregar para os contornos de grãos, provocando fratura intergranular. Baseado nas observações de Tracy, é de se esperar que uma alumina com adições de nióbia, sílica e magnésia, que foi verificado por Acchar² formar $2^{\underline{a}}$ fase intergranular, frature predominantemente nos contornos de grãos e apresente um melhor desempenho balístico que a alumina sem adições.

2.2.18 – Origem das fraturas em cerâmicas avançadas³⁰

Em cerâmicas avançadas, fraturas começam em pontos isolados. A origem das fraturas em cerâmicas frágeis consistem de algumas irregularidades ou singularidades no material que agem como concentradores de tensões. Estas irregularidades são chamadas vazios ou defeitos.

As irregularidades ou vazios que agem na origem da fratura em cerâmica estrutural avançada podem ser desenvolvidas durante e após a fabricação do material.

Grandes defeitos tais como poros e inclusões são tipicamente introduzidos durante o processamento e podem ser considerados intrínsecos à fabricação. Outros defeitos podem ser introduzidos após o processamento como um resultado, por exemplo, de impacto mecânico³⁰.

O que foi acima exposto está de acordo com o Modelo de Fragmentação Cerâmica deste trabalho, onde defeitos produzidos na fabricação são ativados pelo pulso compressivo.

2.2.19 – Características de alguns materiais cerâmicos para blindagem

A Tabela 2.2 apresenta algumas propriedades de materiais candidatos a componentes cerâmicas de blindagem³¹.

TABELA 2.2: Propriedades de algumas cerâmicas empregadas em blindagem.

30

| Material | Densidade (g/cm ³⁾ | Módulo de | Dureza |
|--------------------|-------------------------------|--------------------|----------------------|
| | | Elasticidade (GPa) | (Kg/mm ²⁾ |
| Alumina com 85% de | 3,43 | 227 | 1800 |
| pureza. | | | |
| Carbeto de boro | 2,48 | 440 | 2790 |
| Carbeto de silício | 3,20 | 370 | 2700 |
| Óxido de Berílio | 2,84 | 415 | 1200 |
| Carbeto de boro | 2,60 | 340 | 2750 |
| misturado com | | | |
| carbeto de silício | | | |

A Tabela 2.3 compara³¹ propriedades de materiais colocados como componente cerâmicas de blindagens tendo placa de alumínio 6061 - T6, de 6,3 mm de espessura, colocado como material de apoio. A densidade superficial das placas cerâmicas é variável.

TABELA 2.3 : Resultado de limite balístico para materiais cerâmicos tendo placa de alumínio 6061 – T6, de 6,3 mm de espessura como apoio.

| Cerâmico | Densidade superficial do | Limite | Energia | absorvida | pelo |
|----------|-------------------------------|----------------|----------|------------|------|
| | cerâmico (Kg/m ²) | balístico(m/s) | cerâmico | em relação | o ao |

| | | | carbeto de boro (%) |
|--------------------|------|-----|---------------------|
| Carbeto de boro | 18,4 | 823 | 100 |
| Alumina AD 85 | 27,9 | 869 | 112 |
| Carbeto de silício | 24,3 | 663 | 65 |
| Óxido de berílio | 19,5 | 762 | 86 |
| Alumina prensada | 25,9 | 771 | 87 |
| a quente | | | |

Dos dados obtidos por Laible³¹ verifica-se que o carbeto de silício, apesar de ter densidade superficial 32% maior que o carbeto de boro, tem um limite balístico de 65% do limite do carbeto de boro.

Segundo Laible³¹ uma alumina prensada a quente mais pura e com menor porosidade que a AD-85, além de maior resistência ao escoamento e velocidade do som, não apresenta superioridade balística em relação a alumina AD 85, de menor pureza. Isso provavelmente está associado a menor absorção de energia da onda de choque compressiva pela alumina pura submetida a impacto balístico.

3 – MATERIAIS E MÉTODOS

Estudou-se as composições cerâmicas à base de uma alumina nacional, APC – 2011 SG, da ALCOA, com adições de nióbia, sílica e magnésia.

A escolha destes materiais neste trabalho foi motivada pelos resultados promissores obtidos por Acchar² em trabalho anterior, no qual a adição de nióbia, sílica e magnésia sobre a alumina A-16 aumentou a densificação em baixa temperatura de sinterização.

3.1- OBTENÇÃO DE CRISTOBALITA

Obteve-se SiO₂ na forma de cristobalita por aquecimento a 300 °C / hora até 1550 °C, permanecendo nesta temperatura por 2 horas e resfrimento a 600 °C / hora até a temperatura ambiente, a fim de que se estabilizasse a microestrutura cristobalita à temperatura ambiente.

Foram obtidas 60,0 g de SiO₂ na estrutura cristalina de cristobalita, em 04(quatro) etapas consecutivas de 15g, pelo tratamento térmico apresentado acima.

3.1.1 – Difratograma da cristobalita

A Figura 3.1 confirma a obtenção da cristobalita a partir de sílica.



cristobalita

FIGURA 3.1 : Difratograma da cristobalita obtida por tratamento térmico da sílica

3.2 – ESPECIFICAÇÕES TÉCNICAS DA ALUMINA APC – 2011 SG

As características da alumina utilizada no presente trabalho foram fornecidas pelo

fornecedor e encontram-se a seguir apresentadas nas Tabelas 3.1 a 3.4.

Identificação: Alumina Calcinada APC - 2011 SG

Fornecedor: ALCOA

| Características | Típico | Especificação |
|--------------------------------|--------|---------------|
| Al ₂ O ₃ | 99,4 | Min. 99,1 |
| SiO ₂ | 0,04 | Máx. 0,06 |
| Fe ₂ O ₃ | 0,04 | Máx. 0,06 |
| Na 2 O | 0,11 | Máx. 0,15 |
| Umidade (300 °C) | 0,2 | Máx. 0,5 |

TABELA 3.1: Análise química (%) da alumina calcinada APC – 2011 SG

TABELA 3.2: Análise física da alumina calcinada APC – 2011 SG

| Características | Típico | Especificação |
|--------------------------------------|--------|---------------|
| Densidade solta (g/cm ³) | 0,7 | |
| Densidade | 1,3 | |
| Área superficial (m^2/g) | 1,8 | Máx. 2,4 |
| Tamanho de cristal | 1 – 2 | |

TABELA 3.3: Granulometria (%) da alumina calcinada APC – 2011 SG

| Características | Típico | Especificação |
|--------------------|--------|---------------|
| Maior que 325 mesh | 0,3 | Máx. 1,0 |

TABELA 3.4: Tamanho das partículas da alumina calcinada APC - 2011 SG

| Características | Тíрісо | Especificação |
|----------------------|--------|---------------|
| D ₉₀ (μm) | 5,8 | - |
| D ₅₀ (µm) | 2,6 | - |
| D ₁₀ (μm) | 1,2 | - |

3.3 – CARACTERÍSTICAS DA ALUMINA A-16:

Este material foi utilizado por Acchar² na obtenção de sua composição optimizada para emprego em condições estáticas. Os dados abaixo foram experimentalmente obtidos por Louro⁸ :

Tamanho médio de partícula : 0,6 µm

Área superficial $(m^2/g): 6,5$

Pureza Química: Maior que 99,5% de Al₂O₃

A maior área superficial e menor tamanho de partícula permitem induzir que a alumina importada A-16, pela maior energia superficial, sinteriza mais facilmente que a alumina nacional APC-2011 SG, ambas da ALCOA.

3.4 – OBTENÇÃO DAS COMPOSIÇÕES

As composições investigadas estão mostradas na Tabela 3.5, onde também estão definidas as condições de sinterização escolhidas, as quais foram realizadas ao ar sem qualquer controle da atmosfera de sinterização, em um forno NETZSCH com temperatura limite de 1700^oC, o qual encontra-se na Figura 3.2.



FIGURA 3.2: Forno de sinterização NETZSCH.

Pode-se verificar pelos dados a seguir que buscou-se uma varredura entre 2% e 8% de nióbia para adições de sílica de 0% e 0,8%, bem como de magnésia de 0% a 1,15%, visto ser a quantidade considerada por Acchar² como mínima para sua influência no controle de tamanho de grão da alumina.

TABELA 3.5: Composições investigadas

| | | | | | Total | Temp. | Tempo |
|---------|--------------------------------|--------------------------------|------------------|-----|--------|-------|-------|
| Amostra | Al ₂ O ₃ | Nb ₂ O ₅ | SiO ₂ | MgO | (100%) | (°C) | (h) |
| | % | % | % | % | (g) | | |
| #1 | 100 | | | | 250 | 1600 | 1 |
| #2 | 100 | | | | 250 | 1400 | 3 |

| #3 | 96,00 | 4 | | | 250 | 1400 | 3 |
|-----|-------|---|-----|------|-----|------|---|
| #4 | 95,20 | 4 | 0,8 | | 250 | 1400 | 3 |
| #5 | 94,05 | 4 | 0,8 | 1,15 | 250 | 1400 | 3 |
| #6 | 95,05 | 4 | 0,8 | 0,15 | 250 | 1400 | 3 |
| #7 | 97,05 | 2 | 0,8 | 0,15 | 250 | 1400 | 3 |
| #8 | 93,05 | 6 | 0,8 | 0,15 | 250 | 1400 | 3 |
| #9 | 92,25 | 8 | 0,8 | 0,15 | 250 | 1400 | 3 |
| #10 | 94,00 | 6 | | | 250 | 1400 | 3 |
| #11 | 93,20 | 6 | 0,8 | | 250 | 1400 | 3 |
| #12 | 92,00 | 8 | | | 250 | 1400 | 3 |
| #13 | 91,20 | 8 | 0,8 | | 250 | 1400 | 3 |

A amostra # 7 foi feita com a finalidade de ser verificado a possibilidade de serem realizados trabalhos futuros com quantidade de nióbia inferior a 4%.

A amostra # 5 tem a mesma composição da optimização de Acchar para aplicações estáticas, à exceção de que ele utilizou a alumina A16, enquanto neste trabalho, a alumina utilizada foi a APC-2011 SG, de mais difícil sinterização pela menor pureza e maior tamanho médio de partículas que a A-16, conforme especificações da ALCOA.

Os pós apresentados na Tabela 3.1 foram pesados em uma Balança Digital PRECISION modelo PR1000, de 0,01g de precisão, e a seguir misturados e moídos em um Moinho de Bolas CHIAROTTI MAUÁ modelo 18300, por 8 horas, com uma quantidade de material de 250 g no moinho. Depois foram levados a uma Estufa ELKA para secagem a 70°C . Os pós secos foram desaglomerados manualmente utilizando uma espátula, e peneirados em uma peneira vibratória de 70 mesh colocada em um Agitador de Peneiras

marca +GF+ tipo PBA. O material que passou nesta peneira foi armazenado na estufa para evitar a reabsorção de umidade, indesejável no processamento. Em cada composição há a presença de 1,5% de ligantes sobre a massa total, sendo 0,75% de etilenoglicol e 0,75% de álcool polivinílico (PVA) dissolvido em água a 70°C aquecida em uma Placa Quente FISATOM modelo 753A . Como os ligantes são evaporados antes da sinterização em um Forno marca HOSKINS, não foram computados para fins de composição dos pós. Estes teores de etilenoglicol e PVA são resultados empíricos das atividades do Laboratório de Cerâmica.

Os pós obtidos foram prensados a 60 M Pa corpos verdes na Máquina Universal de Ensaios de Tração e Compressão marca INSTRON modelo 1116 - 25 Ton utilizando matrizes metálicas. Foram prensados 03 (três) discos com diâmetros de 57mm e alturas de aproximadamente 11mm para medida de densidade, avaliação balística e análise da superfície de fratura dinâmica por fratografia no MEV. Foram prensadas também barras delgadas de dimensões 60 x 10 x 6 mm³, para avaliação de microdureza Vickers e microestrutura sob fratura estática.

Após a compactação os corpos verdes permaneceram no forno para evaporação de ligantes à temperatura da ordem de 350 °C por 4 horas. Com isso evita-se esta evaporação durante a sinterização, o que poderia ser prejudicial para a saúde humana, bem como provocar defeitos no material pela evaporação rápida de material volátil e umidade.

Todos os corpos de prova foram prensados a 60 MPa;

À exceção de metade da amostra de 250g de alumina sem adições, apenas com ligantes, cujos corpos de prova foram sinterizados por sinterização normal em um forno Netzsch a 1600 °C por 1 hora, para fins de comparação, e todos os demais corpos de prova a 1400 °C por 3 horas.

A taxa de aquecimento e de resfriamento na sinterização de todos os corpos de prova

39

foi de 300 °C / h.

3.5 - CARACTERÍSTICAS DO ADESIVO UTILIZADO

A seguir encontram-se os dados técnicos do adesivo fornecidos pelo fabricante, mostrando que está de acordo com os requisitos previstos em 1.2.16.

Nome do adesivo: SIKAFLEX - 255 FC

Fabricante: SIKA S.A. – Indústria Brasileira

Base química: Poliuretano Monocomponente

Cor: Preto

Sistema de cura: Com umidade atmosférica

Resistência à Tração: aproximadamente 6 M Pa

Alongamento de ruptura: maior que 400%

Temperatura de transição vítrea: aproximadamente -45 °C

Temperatura de trabalho: de -40 °C a 90 °C

3.6 - MEDIDA DE DENSIDADE E POROSIDADE

A avaliação da densidade das cerâmicas sinterizadas foi feita de acordo com a norma NBR 6220³², na qual são definidas as variáveis abaixo:

 $Mi = massa de uma amostra mergulhada em um volume de água destilada a 100 °C por 1h, deixada esfriar até a temperatura ambiente (<math>\approx 25$ °C) por 1h, sem tocar o fundo do recipiente durante a pesagem, em uma Balança Analógico-Digital marca METTLER modelo H54.

Mu = massa saturada, que corresponde à massa do corpo retirado do recipiente com água, porém secado superficialmente para que os poros continuem ocupados pelo líquido.

Ms = massa seca, que corresponde a massa após secagem em estufa.

 $\rho_{água (T)} =$ densidade da água à temperatura T do ensaio.

Va = volume aparente, que representa o volume do material sólido mais o volume dos poros abertos e fechados.

 $Va = (Mu - Mi) / \rho_{água(T)}$

Mea = massa específica aparente, representada pelo quociente da massa de cada corpo de prova seco pelo volume aparente.

Mea = Ms / Va

Onde Mea é a densidade do material cerâmico poroso, representada por p.

 ρ_c = densidade teórica ²⁹ da alumina sem porosidade = 3,98 g/cm³

Desprezando a diferença de densidade teórica entre a alumina e os elementos de liga, tem-se:

Densificação = (ρ / ρ_c) x 100 %

P = porosidade

P = ((ρ_c - ρ) / $~\rho_c$) x 100 %

3.7 - DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE DE ALUMINA POROSA

O valor de E para material poroso foi obtido empregando a metodologia usada por Rocha³³ a partir da relação empírica a seguir:

 $\mathbf{E} = \mathbf{E}_0 \exp\left(-\mathbf{b} \mathbf{P}\right)$

Onde :

E é o valor do material poroso;

 E_0 é o valor correspondente a porosidade nula;

b é um valor empírico.

P é a porosidade do material em valor absoluto (não é valor percentual).

 $P = (\rho_{teórico} - \rho_{experimental}) / \rho_{teórico}$

Onde²⁹ $\rho_{teórico} = 3,98 \text{ g/cm}^3$.

Para alumina, Rocha³³ verificou que:

b = 7

De acordo com Askeland^{29:}

 $E_0 = 392 \text{ G Pa.}$

3.8 - AVALIAÇÃO DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

A medida padronizada³⁴ é calculado pelo número de grãos por unidade de área; comprimento dos contornos de grãos por unidade de área; número de interseções de contornos de grãos por unidade de comprimento de uma linha; ou tamanho das interseções dos contornos dos grãos com uma linha. Estas medidas devem ser feitas para um grande número de grãos, ou todos os grãos de uma dada área, levando-se em conta o campo de visualização do microscópio ou repetindo-se campos a fim de obter-se um adequado número de medidas para uma precisão estatística dos dados gerados.

A preparação da amostra deve ser rigorosa e artifícios de processamento da imagem devem ser usados a fim de evitar erros como contagem de inclusões como se fossem grãos das fases presentes.

Cuidados³⁴ devem ser tomados, como evitar polimento automático excessivo, que pode produzir deformação da microestrutura, mascarando resultados.

O processamento de imagem deve ser crítico pelo usuário a fim de não se eliminar ou gerar contornos de grãos, produzindo resultados incorretos.

3.8.1 – Avaliação Qualitativa do Tamanho de Grão por Fratografia no MEV

Como uma das amostras tomadas como padrão é alumina APC-2011 SG sem adições e sinterizada a 1400 °C por 3horas, é de se esperar que apresente elevada porosidade. Portanto, as informações de tamanho de grão através do microscópio ótico podem ser mascaradas pela dificuldade de polimento para permitir alguma visualização de tamanho de grão. Desta forma optou-se neste trabalho pela avaliação qualitativa de poros e grãos a partir da fratografia no MEV de todas as amostras, uma vez que tal informação não é passível de mascaramento por diferenças de densidade, as quais exigiriam significativas diferenças de polimentos entre as amostras no caso da observação no microscópio ótico.

3.9 – MEDIDA DE DUREZA

Barras delgadas de alumina obtidas conforme procedimento descrito em 3.2 foram cortadas com disco diamantado e embutidas utilizando-se baquelite. A seguir as amostras embutidas foram lixadas com lixas 200, 400 e 600, e polidas com pasta de diamante 15µm em uma Politriz AROTEC modelo APL-4. Sobre as superfícies polidas foram realizadas indentações com penetrador de diamante no Microdurômetro BUEHLER modelo 2003 para medida de microdureza Vickers .

3.10 – DETERMINAÇÃO DA VELOCIDADE DAS ONDAS ELÁSTICAS E VELOCIDADE DAS TRINCAS NO MATERIAL CERÂMICO

Utilizando os conceitos apresentados na seção 2.2.5, onde foram apresentados os estudos de Kolsky¹⁴ para determinação das velocidades das ondas elásticas longitudinais, cisalhantes e de superfície em um meio isotrópico, a partir de propriedades mecânicas, podese determinar estas velocidades para os materiais em questão no ensaio balístico: Para as amostras de alumina (parte frontal do alvo), aço (parte posterior do alvo) e cobre (material de encapsulamento do projetil). Em 2.2.8 foi citado que as trincas viajam a uma velocidade limite dada pelas ondas elásticas superficiais de Rayleigh, enquanto que a máxima velocidade de ondas em um material é dada pelas ondas elásticas longitudinais. A partir da formulação apresentada em 2.2.5, pode-se calcular estas duas velocidades nos materiais envolvidos no impacto balístico a partir dos valores de módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson das amostras.

3.11 – PREPARAÇÃO DOS ALVOS

Os alvos foram constituídos, a partir da superfície de impacto, por uma placa quadrada de aço 1020 com 10 cm de lado; uma placa cilíndrica de material cerâmico com 57 mm de diâmetro e espessura de 10 mm e duas placas de aço, idênticas à frontal, coladas na parte posterior do material cerâmico.

Para fabricação dos alvos, as superfícies planas das placas cerâmicas e das chapas de aço 1020 foram limpas com algodão embebido em em acetona. A seguir passou-se sobre as superfícies o ativador do Kit da Sikaflex. Aguardou-se 30 minutos e passou-se uma fina camada do adesivo SIKAFLEX sobre as superfícies limpas e ativadas. Colou-se por compressão manual uma chapa de aço na placa cerâmica, e uma segunda chapa de aço na chapa colada ao cerâmico a fim de aumentar a espessura do material de apoio. À frente da placa cerâmica foi fixada com fita adesiva outra chapa de aço com a finalidade de proteção do atirador contra estilhaços e de reter parte dos fragmentos cerâmicos para posterior análise da fratura dinâmica no MEV.

Na Figura 3.3 a região clara representa as placas de aço, enquanto a escura entre as chapas de aço representa a placa cerâmica. O aço não foi caracterizado por ser apenas material de apoio utilizado de forma idêntica em todos os alvos.

A Figura 3.4 mostra a placa cerâmica colada na chapa de aço com a cola SIKAFLEX e as placas de aço aparafusadas próximo aos seus vértices.



FIGURA 3.3 : Alvo com 3 placas de aço e a placa cerâmica



FIGURA 3.4: Chapa de aço com placa de alumina colada com cola Sikaflex.

A Figura 3.5 ilustra uma tentativa de confinamento dos fragmentos cerâmicos utilizando tecido de aramida que não logrou êxito, como mostra a figura, substituindo-se este confinamento pelo descrito anteriormente com chapa de aço, que mostrou-se mais eficiente.



FIGURA 3.5: Tentativa de confinamento dos fragmentos utilizando tecido de aramida.

3.12 - REALIZAÇÃO DOS ENSAIOS BALÍSTICOS

Os ensaios balísticos foram conduzidos no Campo de Provas da Marambaia usando a Linha de ensaios para armas leves, com o fuzil 7,62 mm, utilizado no ensaio deste trabalho. Foram realizadas medições das velocidades do projetil antes e após o impacto nos alvos previamente preparados.

A distância de tiro foi de 5 metros para todas as composições cerâmicas.

A partir das velocidades foi calculada a energia cinética do projetil, e quantificada a perda de energia deste ao atravessar a blindagem. Tomou-se como modelo que a fragmentação do projetil não tenha sido total, considerando-se desta forma por aproximação que a massa do

projetil tenha sido conservada, ou no caso de sua completa fragmentação, que os fragmentos de maior velocidade tenham a massa inicial do projetil. Como há fragmentação do projetil, o valor obtido por este modelo é conservativo pois a fragmentação de projetil reduz ainda mais sua energia cinética residual.

A massa do projetil foi determinada pesando-se projetis não utilizados em uma balança digital.

O alvo descrito anteriormente foi fixado em um cavalete a uma distância de tiro de 5m mostrado na Figura 3.6. A barreira ótica de detecção foi colocada após o alvo a fim de detectar a velocidade residual do projetil após o impacto balístico. Um ponto central foi pintado com caneta Lumicolor no alvo para facilitar a coincidência com o feixe da caneta Laiser utilizada na realização da mira imediatamente antes do impacto balístico sobre o alvo.

47



FIGURA 3.6: Montagem do alvo na Linha de Tiro de armas leves do CPrM.

A Figura 3.7 mostra o alvo após o impacto do projetil.



FIGURA 3.7: Alvo fixado no cavalete após o impacto do projetil.

A Figura 3.8 mostra a chapa de aço submetida a impacto balístico idêntico ao que foi submetido o alvo com a componente cerâmica, a fim de ser avaliada a perda de velocidade do projetil devido unicamente às chapas de aço constituintes do alvo.



FIGURA 3.8: Impacto na chapa de aço para determinação da velocidade do projetil após atravessá-la.

A Figura 3.9 mostra as chapas utilizadas como material de apoio (à retaguarda da placa cerâmica) e à frente da alumina (como proteção do atirador e para retenção de fragmentos cerâmicos).



FIGURA 3.9: Chapas de aço à frente(foto à direita) e à retaguarda(foto à esquerda) da placa cerâmica.

Para cada uma das 13(treze) composições de aluminas com ou sem adições foram realizados 03(três) impactos balísticos a fim de ser obtido um valor médio de velocidade residual do projetil.

Para que fosse garantido o impacto do projetil no centro do material cerâmico, foi utilizada uma caneta laiser, o que já é um procedimento aprovado na realização deste tipo de ensaio pela Linha 4 do Campo de Provas da Marambaia.

4– RESULTADOS

4.1 – MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS

A Tabela 4.1 apresenta os resultados obtidos de microdureza Vickers de acordo com o procedimento descrito em 3.7, e a Figura 4.1 o respectivo gráfico.

| Amostra | Nióbia | Sílica | Magnésia | 1 ^a Medida | 2 ^a Medida | 3 ^a Medida | Dureza Média $\pm \delta$ |
|---------|--------|--------|----------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|---------------------------|
| | (%) | (%) | (%) | | | | $\delta = Desvio-padrão$ |
| | | | | | | | (HV) |
| #1 | - | - | - | 1257,8 | 1320,3 | 1204,0 | 1261 ± 58 |
| #2 | - | - | - | 240,4 | 265,4 | 219,4 | 242 ± 23 |
| #3 | 4 | - | - | 1174,2 | 1340,4 | 1442,8 | 1319 ± 135 |
| #4 | 4 | 0,8 | - | 816,4 | 737,8 | 772,2 | 775 ± 39 |
| #5 | 4 | 0,8 | 1,15 | 1016,6 | 986,9 | 1080,0 | 1028 ± 47 |
| #6 | 4 | 0,8 | 0,15 | 974,2 | 1058,2 | 949,4 | 994 ± 57 |
| #7 | 2 | 0,8 | 0,15 | 778,9 | 821,2 | 843,7 | 815 ± 33 |
| #8 | 6 | 0,8 | 0,15 | 1065,4 | 1019,9 | 1161,8 | 1082 ± 72 |
| #9 | 8 | 0,8 | 0,15 | 908,9 | 1037,1 | 894,2 | 947 ± 79 |
| #10 | 6 | - | - | 916,8 | 1031,1 | 949,4 | 966 ± 59 |
| #11 | 6 | 0,8 | - | 729,5 | 955,5 | 980,5 | 888 ± 138 |
| #12 | 8 | - | - | 1226,0 | 1361,1 | 1335,4 | 1307 ± 72 |

TABELA 4.1 : Durezas das composições



FIGURA 4.1 : Gráfico de microdureza Vickers para as composições avaliadas

Os dados anteriores mostram que a dureza da alumina sinterizada a 1400°C por 3 horas é significativamente inferior à sinterizada a 1600 °C por 1 hora.

A adição de nióbia isoladamente no teor de 4% eleva a dureza da alumina sinterizada a 1400 °C por 3 horas ao nível da amostra #1.

A adição de 0,8% de SiO₂ sobre a amostra que só tinha Al₂O₃ e Nb₂O₅ reduz significativamente a dureza destas amostras.

Observando-se os dados anteriores, verifica-se que variando o teor de nióbia de 4% a 8% em amostras com 0,8% de sílica e 0,15% de magnésia, os valores de dureza são intermediários entre as amostras com somente alumina e nióbia, com dureza mais alta, e as com alumina, nióbia e sílica, com dureza mais baixa.

4.2 -- MEDIDA DA DENSIDADE A VERDE DOS CORPOS DE PROVA

A densidade a verde foi determinada geometricamente, após a prensagem dos pós na

forma de discos. Para as amostras de alumina com e sem adições obteve-se:

D (diâmetro) = 5,70 cm T (espessura) = 1,13 cm M (massa) = 60,0 g V (volume) = 3,14 D² / 4 = 29,0 cm³ ρ_{verde} (densidade a verde) = 60,0 / 29,0 = 2,07 g / cm³

 $\rho_{te\acute{o}rica}=3{,}98~g\,/\,cm^3$

Densificação (verde) = 2,07 / 3,98 = 0,520 = 52,0%

4.3 – DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE, POROSIDADE E DENSIFICAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

Foram utilizados 03(três) corpos de prova para cada composição, sendo apresentados os valores médios na Tabela 4.2.

Com base nas medidas apresentadas na Tabela 4.2, mediu-se os valores de densidade e porosidade segundo a metodologia descrita na seção 3.4, atendendo a norma NBR 6220³². Os resultados encontram-se na Tabela 4.3 e o respectivo gráfico na Figura 4.2.
TABELA 4.2 : Medidas de massa das amostras nas condições para atender a norma NBR 6220³² com respectivo desvio-padrão para cada grupo de 3(três) medidas por composição investigada.

| Amostra | Massa em água | Massa com umidade | Massa a seco |
|---------|----------------|-------------------|----------------|
| | (g) | saturada | (g) |
| | | (g) | |
| #1 | 42,9 ± 0,3 | $60,6 \pm 0,7$ | $59,2 \pm 0,7$ |
| #2 | 43,0 ± 0,4 | $66,0 \pm 1,5$ | 59,0 ± 0,5 |
| #3 | 43,1 ± 0,4 | $60,1 \pm 0,1$ | $58,8 \pm 0,1$ |
| #4 | $42,9 \pm 0,1$ | $60,2 \pm 0,1$ | $59,2 \pm 0,7$ |
| #5 | 42,6±0,1 | 59,0 ± 0,8 | 58,6±0,1 |
| #6 | $42,5 \pm 0,1$ | $59,1 \pm 0,4$ | 59,0 ± 0,5 |
| #7 | 42,3 ± 0,4 | 59,4 ± 0,3 | $58,9\pm0,1$ |
| #8 | 42,3 ± 0,5 | 59,3 ± 0,6 | 58,6±0,1 |
| #9 | 43,7 ± 0,1 | $60,2 \pm 0,1$ | 59,0 ± 0,1 |
| #10 | 43,3±0,4 | $60,2 \pm 0,3$ | 59,2 ± 0,7 |
| #11 | 42,8±0,1 | 61,3 ± 0,2 | $59,2 \pm 0,7$ |
| #12 | 43,0 ± 0,5 | 59,3 ± 0,7 | $59,2 \pm 0,7$ |

| #13 | 43,1 ± 0,1 | $61,4 \pm 0,3$ | 59,0 ± 0,4 |
|-----|------------|----------------|------------|
| | | | |

TABELA 4.3 : Densidade, densificação e porosidade com respectivo desvio-padrão para cadagrupo de 3(três) medidas por composição investigada.

| Amostra | Volume aparente | Densidade | Densificação | Porosidade | Ordem crescente de |
|---------|--------------------|--------------|--------------|------------|--------------------|
| | (cm ³) | (g / cm^3) | (%) | (%) | densificação |
| #1 | 17,7 ± 0,4 | 3,35 ± 0,09 | 84,2 ± 2,2 | 15,8 ± 2,2 | 10 |
| #2 | 23,0 ± 1,1 | 2,57 ± 0,10 | 64,5 ± 2,4 | 35,6 ± 2,4 | 13 |
| #3 | 17,0 ± 0,5 | 3,47 ± 0,10 | 87,2 ± 2,4 | 12,9 ± 2,4 | 7 |
| #4 | $17,2 \pm 0,1$ | 3,44 ± 0,05 | 86,3 ± 1,4 | 13,7 ± 1,4 | 8 |
| #5 | 16,4 ± 0,9 | 3,57 ± 0,17 | 89,8 ± 4,4 | 10,4 ± 4,4 | 4 |
| #6 | 16,7 ± 0,4 | 3,54 ± 0,08 | 89,0 ± 2,1 | 9,8 ± 2,1 | 2 |
| #7 | $17,2 \pm 0,6$ | 3,43 ± 0,11 | 86,3 ± 2,7 | 15,1 ± 2,7 | 9 |
| #8 | 17,0 ± 0,9 | 3,45 ± 0,19 | 86,8 ± 4,8 | 10,5 ± 4,8 | 5 |
| #9 | $16,5 \pm 0,1$ | 3,57 ± 0,01 | 89,8±0,3 | 10,3 ± 0,3 | 3 |
| #10 | 16,9 ± 0,3 | 3,49 ± 0,02 | 87,7 ± 0,4 | 12,3 ± 0,4 | 6 |
| #11 | 18,5 ± 0,2 | 3,20 ± 0,08 | 80,5 ± 1,9 | 19,5 ± 1,9 | 12 |

| #12 | 16,3 ± 0,2 | 3,63 ± 0,01 | 91,2 ± 0,2 | 8,8 ± 0,2 | 1 |
|-----|------------|-------------|------------|------------|----|
| #13 | 18,3 ± 0,3 | 3,23 ± 0,03 | 81,1 ± 0,8 | 18,9 ± 0,8 | 11 |



FIGURA 4.2: Gráfico de densificação para as composições avaliadas

Os dados anteriores mostram que a densificação da amostra #2 é a mais próxima da densidade a verde, enquanto a #1 tem densidade significativamente superior à #2.

A adição isolada de teores de 4% a 8% de nióbia sobre a amostra #2 torna a densificação significativamente superior à #1, revelando que a nióbia atua como promotora de densificação da alumina na sinterização a 1400 °C.

A adição de nióbia e sílica para teores de 6% a 8% de nióbia e teor de 0,8% de sílica

produz alumina com densidade inferior à alumina, porém adicionando-se também 0,15% de MgO, a densificação retorna ao nível da adição isolada de nióbia sobre a alumina.

Comparando-se as amostras #4 e #5, verifica-se que não há incremento significativo de densificação com o aumento do teor de MgO de 0,15% para 1,15%.

4.4 – DETERMINAÇÃO DOS VALORES DE MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS AMOSTRAS

Seguindo os procedimentos apresentados na seção 3.7, a Tabela 4.4 apresenta os valores de módulo de elasticidade para as composições estudadas.

Como nos valores de módulo de elasticidade anteriores a única variável entre as amostras foi a densidade, isto é, desprezou-se as variações do módulo de elasticidade decorrentes das adições sobre a alumina, quanto maior a porosidade, menor o módulo de elasticidade das amostras. A amostra #2, por ser a mais porosa, exibe um valor bem baixo do módulo de elasticidade.

| Amostra | E (GPa) |
|---------|---------|
| #1 | 129,7 |
| #2 | 32,4 |
| #3 | 158,9 |
| #4 | 150,2 |
| #5 | 189,3 |

TABELA 4.4 : Módulo de elasticidade das composições cerâmicas

| #6 | 197,4 |
|-----|-------|
| #7 | 136,2 |
| #8 | 188,0 |
| #9 | 190,6 |
| #10 | 165,7 |
| #11 | 100,1 |
| #12 | 211,7 |
| #13 | 104,4 |

4.5 – DETERMINAÇÃO DA VELOCIDADE DAS ONDAS ELÁSTICAS E VELOCIDADE DAS TRINCAS NO MATERIAL CERÂMICO

A partir dos procedimentos apresentados em 3.10 utilizando os conceito apresentados 2.2.5, a Tabela 4.5 apresenta os valores de V_{long} e de velocidade máxima das trincas (V_{sup}) nas composições cerâmicas.

Para o valor do coeficiente de Poisson para a alumina foi utilizado o obtido por Ajdelsztajn²⁵, que foi v = 0,243.

TABELA 4.5: Densidade, módulo de elasticidade, constantes de Lamé e velocidades das ondas longitudinais e superficiais para as composições investigadas

| | ρ (Massa | Módulo | | | | |
|---------|-------------|-----------|---|---|-------------------|--------------------|
| Amostra | Específica) | de Elast. | λ | μ | V_{long} | \mathbf{V}_{sup} |

| | (g/cm^3) | (G Pa) | (G Pa) | (G Pa) | (m/s) | (m/s) |
|-----|------------|--------|--------|--------|--------|-------|
| #1 | 3,351 | 129,7 | 49,33 | 52,17 | 7157,1 | 916,3 |
| #2 | 2,563 | 32,4 | 12,32 | 13,03 | 3577,2 | 916,3 |
| #3 | 3,467 | 158,9 | 60,44 | 63,92 | 7921,9 | 916,3 |
| #4 | 3,436 | 150,2 | 57,13 | 60,42 | 7702,0 | 916,3 |
| #5 | 3,568 | 189,3 | 72,00 | 76,15 | 8646,6 | 916,3 |
| #6 | 3,591 | 197,4 | 75,08 | 79,40 | 8829,7 | 916,3 |
| #7 | 3,381 | 136,2 | 51,80 | 54,79 | 7334,3 | 916,3 |
| #8 | 3,561 | 188,0 | 71,50 | 75,62 | 8616,9 | 916,3 |
| #9 | 3,570 | 190,6 | 72,49 | 76,67 | 8676,2 | 916,3 |
| #10 | 3,492 | 165,7 | 63,02 | 66,65 | 8089,7 | 916,3 |
| #11 | 3,204 | 100,1 | 38,07 | 40,26 | 6287,6 | 916,3 |
| #12 | 3,630 | 211,7 | 80,52 | 85,16 | 9143,9 | 916,3 |
| #13 | 3,228 | 104,4 | 39,71 | 41,99 | 6421,3 | 916,3 |

Os dados da Tabela 4.5 indicam que, para uma análise do problema por ondas de choque, é necessário que se estabeleça um modelo empírico para cálculo do Coeficiente de Poisson e Módulo de Elasticidade levando em conta a presença da adições de nióbia, sílica e magnésia a fim de verificar possíveis variações destas propriedades elásticas com as adições.

Como λ e μ são diretamente proporcionais ao módulo de elasticidade, o qual é inversamente proporcional à porosidade, e V_{long} é diretamente proporcional a uma combinação

linear de λ e μ , quanto maior a densificação maior o valor de V_{long}.

Os valores de V_{sup} são idênticos para todas as composições porque tomou-se como modelo



um valor único de coeficiente de Poisson, que é a única variável no cálculo de V_{sup}.

FIGURA 4.3: Gráfico das velocidades longitudinais e superficiais nas composições investigadas.

4.6 - MAPEAMENTO DE NIÓBIO DA AMOSTRA #3.

O mapeamento de nióbio da amostra #3 apresentado na Figura 4.4 mostra a predominância do elemento químico Nb nos contornos de grãos, isto é, nas regiões de fratura intergranular. Isso indica que as fases com nióbio formadas encontram-se predominantemente concentrada nos contornos de grãos. Acchar² utilizando alumina A-16 verificou que esta fase é o AlNbO₄.

O mapeamento de sílica e magnésia não foi realizado por serem os teores destes óxidos relativamente baixos para detecção confiável pelo EDS.



FIGURA 4.4: Mapeamento de Nb na amostra com adição isolada de nióbia.

4.7 – VELOCIDADE E ENERGIA CINÉTICA DOS PROJETIS

4.7.1 – Medida da Massa do Projetil

TABELA 4.6: Massa dos projetis

| Projetil | massa (g) |
|----------|-------------|
| 1 | 9,32 |
| 2 | 9,34 |
| 3 | 9,28 |
| 4 | 9,33 |
| Média | 9,32 ± 0,03 |



FIGURA 4.5 : Gráfico da distribuição de massa dos projetis empregados no impacto balístico

Os valores mostrados na Tabela 4.6 e Figura 4.5 mostram uma variação inferior a 0,5% para massa dos projetis em relação ao valor médio, mostrando homogeneidade entre os projetis.

Os valores das velocidades dos projetis 7,62 mm obtidos a 5(cinco) metros da boca da arma estão apresentados na Tabela 4.4 em m/s. Utilizando o valor da massa média dos projetis constante do item 3.10 (massa $_{média} = 9,32$ g), foram obtidos os valores de energia cinética correspondentes às velocidades dos projetis, bem como os valores médios na referida tabela.

4.7.2 – Velocidade sem Atravessar Qualquer Corpo Sólido

Os valores apresentados na Tabela 4.7 mostram uma variação inferior a 0,6% para velocidades dos projetis em relação ao valor médio, mostrando homogeneidade e regularidade entre os projetis.

| Eventos | Projetil livre | | |
|--------------------------|----------------|------------|--|
| | V (m/s) | $E_{c}(J)$ | |
| 1 | 846,24 | 3337,1 | |
| 2 | 847,46 | 3346,8 | |
| 3 | 841,96 | 3303,5 | |
| 4 | 839,17 | 3281,6 | |
| 5 | 850,12 | 3367,8 | |
| Média $\pm \delta$ | 845 ± 4 | 3327 ± 34 | |
| $\delta = Desvio-padrão$ | | | |

TABELA 4.7: Velocidade e Energia Cinética do projetil antes de atravessar o alvo.

4.7.3 – Velocidade após Atravessar uma Chapa de Aço 1020 com 1mm de Espessura.

A Tabela 4.8 apresenta os valores de velocidade (m/s) e de Energia Cinética (J), obtidos após o projetil atravessar um alvo constituído por uma placa de aço 1020 com 1 mm de espessura e distante 5(cinco) metros da boca da arma.

Os valores apresentados na Tabela 4.8 mostram uma variação inferior a 1,2 % para velocidades dos projetis em relação ao valor médio, mostrando homogeneidade entre estas medidas.

| Eventos | 01 Chapa de aço 1020 | | | |
|--------------------------|----------------------|--------------------|--|--|
| | V (m/s) | E _c (J) | | |
| 1 | 816,89 | 3109,7 | | |
| 2 | 826,04 | 3179,7 | | |
| 3 | 813,44 | 3083,4 | | |
| 4 | 807,95 | 3042,0 | | |
| 5 | 823,86 | 3162,9 | | |
| Média $\pm \delta$ | 817,6 ± 7,4 | 3115 ± 57 | | |
| $\delta = Desvio-padrão$ | | | | |

 TABELA 4.8: Velocidade e energia cinética do projetil após atravessar um alvo constituído

 por uma chapa quadrada de aço com 10 cm de lado e espessura de 1mm.

4.7.4 – Velocidade após Atravessar 03 (três) Chapas de Aço 1020 com 1mm de Espessura cada.

A Tabela 4.9 apresenta os resultados obtidos de velocidade (m/s) e energia cinética (J) após o projetil atravessar 3(três) chapas de aço 1020 com 1mm de espessura, após disparo efetuado a 5(cinco) metros da boca da arma.

Os valores apresentados na Tabela 4.9 mostram uma variação inferior a 1,4 % para velocidades dos projetis em relação ao valor médio, mostrando homogeneidade entre estas medidas.

| Eventos | 03 Chapas de | e aço 1020 |
|--------------------------|--------------|---------------|
| | V (m/s) | $E_{c}(J)$ |
| 1 | 751,63 | 2632,7 |
| 2 | 764,94 | 2726,7 |
| 3 | 748,95 | 2613,9 |
| 4 | 769,23 | 2757,4 |
| 5 | 757,98 | 2677,3 |
| Média $\pm \delta$ | 758,5 ± 8,6 | 2682 ± 82 |
| $\delta = Desvio-padrão$ | | |

TABELA 4.9: Velocidade e energia cinética do projetil após atravessar um alvo constituído por 3 (três) chapas quadradas de aço com 10 cm de lado e espessura de 1mm.

4.7.5 – Energia Cinética Dissipada do Projetil ao Atravessar a Placa Suporte de Aço da Blindagem

A Tabela 4.10 mostra a dissipação de energia do projetil atravessando chapas de aço.

| TABELA 4.10: D | Dissipação de | energia de | o projetil n | o impacto | com | chapas | de aço | usadas no |
|----------------|---------------|------------|--------------|-----------|-----|--------|--------|-----------|
| alvo | | | | | | | | |

| | Velocidade | Energia | Dissipação de energia |
|-----------------------------------|-------------|--------------|-----------------------|
| | Média (m/s) | cinética | cinética (%) |
| | | média (J) | |
| Projetil livre | 845 ± 4 | 3327 ± 34 | 0,00 |
| Projetil atravessando 01 chapa de | | | |
| aço1020 com 1mm de espessura | 817,6 ± 7,4 | 115 ± 57 | 6,37 |
| Projetil atravessando suporte | | | |
| (3 chapas de aço1020 com 1mm de | 758,5 ± 8,6 | 2682 ± 82 | 19,39 |
| espessura cada) | | | |



FIGURA 4.6: Variação linear da energia cinética do projetil ao atravessar chapas de aço

Pode-se observar na Figura 4.6 uma relação aproximadamente linear de dissipação de energia cinética nas chapas de aço em relação ao número de chapas.

A energia cinética e velocidade do projetil após atravessar 3 chapas de aço idênticas às usadas com as placas cerâmicas para constituirem os alvos foram usadas para avaliação do desempenho balístico da componente cerâmica das blindagens, e apresentados a seguir.

V = 758,5 m/s

E = 2682 J

Estes valores representam a velocidade e energia cinética do projetil após ter sofrido dissipação de energia cinética unicamente devido às chapas de aço que constituem os alvos, de tal forma que qualquer acréscimo de perda de energia cinética do projetil possa ser atribuído a componente cerâmico do alvo no impacto balístico do alvo.

4.7.6 –Velocidade e Energia Cinética dos Projetis após Impacto com as Amostras e Energia Absorvida pelo Material Cerâmico

A Tabela 4.11 apresenta os valores obtidos de velocidade do projetil após 3 (três) penetrações de alvos diferentes para cada composição cerâmica investigada, como ilustrado na Figura 3.1, e o valor médio da velocidade com o respectivo desvio-padrão.

TABELA 4.11: Resultado do impacto balístico sobre os alvos

| | V ₁ | V ₂ | V ₃ | Velocidade Média $\pm \delta$ |
|---------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------------|
| Amostra | (m/s) | (m/s) | (m/s) | $\delta = Desvio-padrão$ |
| | | | | (m/s) |
| #1 | 416,62 | 356,09 | 419,97 | 398 ± 36 |
| #2 | 543,97 | 501,33 | 514,47 | 520 ± 22 |
| #3 | 184,12 | 188,34 | 224,27 | 199 ± 22 |

| #4 | 198,24 | 233,79 | 193,41 | 208 ± 22 |
|-----|--------|--------|--------|--------------|
| #5 | 239,19 | 244,32 | 261,79 | 248 ± 12 |
| #6 | 240,27 | 233,88 | 237,45 | 237 ± 3 |
| #7 | 288,38 | 249,88 | 373,11 | 304 ± 63 |
| #8 | 288,45 | 363,86 | 260,53 | 304 ± 53 |
| #9 | 270,61 | 222,85 | 195,63 | 230 ± 38 |
| #10 | 279,97 | 223,21 | 355,9 | 286 ± 67 |
| #11 | 215,65 | 233,61 | 224,63 | 225 ± 9 |
| #12 | 356,86 | 298,92 | 308,26 | 321 ± 31 |
| #13 | 239,34 | 202,51 | 220,91 | 221 ± 18 |

A Tabela 4.12 apresenta os valores de velocidade e energia cinética do projetil após 3 (três) penetrações de alvos diferentes para cada composição cerâmica investigada, bem como a absorção média de energia do material cerâmico. O respectivo gráfico é apresentado na Figura 4.7

TABELA 4.12: Velocidade, energia cinética e absorção média de energia do projetil após 3(três) impactos balísticos em cada uma das composições investigadas.

| | Velocidade Média $\pm \delta$ | Energia cinética média ± | Absorção média de energia |
|---------|-------------------------------|--------------------------|----------------------------|
| Amostra | $\delta = Desvio-padrão$ | δ | cinética pelo cerâmico (%) |
| | (m/s) | $\delta = Desvio-padrão$ | |
| | | (m/s) | |
| #1 | 398 ± 36 | 740 ± 130 | 72,4 |

| #2 | 520 ± 22 | 1261 ± 107 | 53,0 |
|-----|--------------|----------------|------|
| #3 | 199 ± 22 | 185 ± 42 | 93,1 |
| #4 | 208 ± 22 | 204 ± 44 | 92,4 |
| #5 | 248 ± 12 | 288 ± 28 | 89,3 |
| #6 | 237 ± 3 | 262 ± 7 | 90,2 |
| #7 | 304 ± 63 | 442 ± 185 | 83,5 |
| #8 | 304 ± 53 | 440 ± 157 | 83,6 |
| #9 | 230 ± 38 | 250 ± 83 | 90,7 |
| #10 | 286 ± 67 | 396 ± 181 | 85,2 |
| #11 | 225 ± 9 | 235 ± 19 | 91,2 |
| #12 | 321 ± 31 | 484 ± 95 | 81,9 |
| #13 | 221 ± 18 | 228 ± 38 | 91,5 |



Absorção pelo cerâmico (%)

FIGURA 4.7: Gráfico de absorção de energia pelo material cerâmico (%)

Os valores de velocidade e energia cinética são médias de 03(três) testes balísticos por composição de amostra.

A absorção de energia pelo material cerâmico é definida como a energia cinética do projetil dissipada exclusivamente pelo material cerâmico em relação a que teria o projetil se tivesse atravessado apenas as 3 chapas de aço.

Os resultados do impacto balístico mostram uma mínima absorção de energia pelo material cerâmico para a amostra #2, e que esta absorção aumenta significativamente quando se eleva a temperatura de sinterização sem qualquer adição, como é o caso da amostra #1.

A adição isolada de teores de 4% a 8% de nióbia sobre a amostra #2 melhora o desempenho balístico da cerâmica a um nível significativamente superior à amostra #1.

A adição de 0,8% de sílica em composições contendo apenas alumina e nióbia não melhorou o desempenho balístico para teor de 4% de nióbia, porém para teores de 6% a 8% de nióbia, elevou a absorção de energia ao nível da amostra #4.

Para adições de 0,15% de MgO sobre composições de alumina com 0,8% de sílica e nióbia entre 2% e 8%, verifica-se que mesmo 2% de nióbia (amostra #7) já é suficiente para um desempenho superior à amostra #1, e que este desempenho aumenta para 4% de nióbia (amostra #6), caindo para 6% (amostra #8) e retornando ao nível da amostra #6 para 8% de nióbia (amostra #9).

4.8 – RESUMO DOS RESULTADOS OBTIDOS.

TABELA 4.13: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das placas cerâmicas (quanto menor o número, maior o valor da propriedade)

| Amostra | Microdureza | Densificação | Vlong | Absorção de | Mecanismo |
|---------|-------------|--------------|-------|-------------|-----------|
|---------|-------------|--------------|-------|-------------|-----------|

| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
|-----|-------------------|-----------------|-------------|--------------|---------------|
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |
| #1 | 1261 ± 58 (3) | 84,2 ± 2,2 (10) | 7157,1 (10) | 72,4 (12) | Transgranular |
| #2 | 242 ± 23 (13) | 64,5 ± 2,4 (13) | 3577,2 (13) | 53,0 (13) | Intergranular |
| #3 | 1319 ± 135 (1) | 87,2 ± 2,4 (6) | 7921,9 (7) | 93,1 (1) | Intergranular |
| #4 | 775 ± 39 (11) | 86,3 ± 1,4 (8) | 7702,0 (8) | 92,4 (2) | Intergranular |
| #5 | 1028 ± 47 (5) | 89,8 ± 4,4 (3) | 8646,6 (4) | 89,3 (7) | Mista |
| #6 | 994 ± 57 (6) | 89,0 ± 2,1 (4) | 8829,7 (2) | 90,2 (6) | Mista |
| #7 | 815 ± 33 (10) | 86,3 ± 2,7 (9) | 7334,3 (9) | 83,5 (10) | Intergranular |
| #8 | 1082 ± 72 (4) | 86,8 ± 4,8 (7) | 8616,9 (5) | 83,6 (9) | Mista |
| #9 | 947 ± 79 (8) | 89,8±0,3 (2) | 8676,2 (3) | 90,7 (5) | Intergranular |
| #10 | 966 ± 59 (7) | 87,7 ± 0,4 (5) | 8089,7 (6) | 85,2 (8) | Mista |
| #11 | 888 ± 138 (9) | 80,5 ± 1,9 (12) | 6287,6 (12) | 91,2 (4) | Intergranular |
| #12 | 1307 ± 72 (2) | 91,2±0,2 (1) | 9143,9 (1) | 81,9 (11) | Intergranular |
| #13 | 761 ± 77 (12) | 81,1±0,8 (11) | 6421,3 (11) | 91,5 (3) | Intergranular |

5 – DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 – COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DE ALUMINA SEM ADIÇÕES COM TEMPERATURAS DE SINTERIZAÇÃO DIFERENTES (AMOSTRAS #1 E #2)

A elevada dureza da amostra #1 está associada à temperatura de sinterização em relação a #2, onde pode-se observar que a alumina sem adições sinteriza satisfatoriamente a 1600 °C e não sinteriza a 1400 °C devido à insuficiência de energia de ativação para o processo. As Figuras 5.1 a 5.4 mostram fratografias das amostras #1 e #2. Como não há adições em #1 e #2, não há tendência de formação de 2ª fase nos contornos de grãos, uma vez que os elementos químicos presentes são basicamente o Alumínio e o Oxigênio. Vale acrescentar que temperaturas de sinterização superiores a 1600 °C tendem a uma melhor sinterização, porém se afastaria demasiadamente de 1400 °C, considerada como ideal para adição de nióbia à alumina por Acchar².



FIGURA 5.1: Superfície de fratura dinâmica da amostra #1. Fratura predominantemente transgranular.



FIGURA 5.2 : Superfície de fratura estática da amostra #1. Fratura predominantemente transgranular.



FIGURA 5.3: Superfície de fratura dinâmica da amostra #2. Fratura intergranular devido a elevada porosidade e fraca sinterização.



FIGURA 5.4 : Superfície de fratura estática da amostra #2. Fratura predominantemente intergranular. Estágios iniciais de sinterização, como presença de pescoços.

Apesar da temperatura de sinterização de 1600°C por 1 hora, a falta de adições faz com que #1 apresente densificação inferior à maior parte das demais amostras com adições, todas sinterizadas a 1400 °C por 3 horas, indicando que a nióbia e a sílica desempenharam um papel relevante como auxiliares de densificação da alumina.

A predominância de fratura transgranular indica que seu desempenho como blindagem seja inferior às amostras com adições, pois há pouca absorção de energia por fratura intergranular durante a passagem do pulso compressivo.

Para a amostra #2, a temperatura de sinterização de 1400 °C por 3 horas não foi suficiente para promover uma densificação adequada da alumina APC-2011 SG sem adições, tendo ocorrido uma sinterização incipiente restrita aos estágios iniciais, o que pode ser comprovado pela baixa dureza e elevada porosidade. Sua fratografia revela presença de grandes poros distribuídos heterogeneamente, o que associado à baixa V_{long}, faz com que o material venha a falhar pelos contornos de grãos, repleto de poros devido a pobre

sinterização. A fratografia desta amostra comprova a presença de grandes poros seccionados pela fratura, localizados nos contornos de grãos como mostra a Figura 5.3, o que não é tão predominante

na amostra #1, como pode-se observar pela Figura 5.1.

Como na amostra #2 a V_{long} é baixa, o crescimento das trincas durante a passagem da onda de choque compressiva é significativo antes da passagem da frente de ondas trativas geradas por reflexão na superfície posterior da placa cerâmica . E como os contornos de grãos de #2 são frágeis e também curtos, devido ao baixo valor do livre caminho médio entre poros, o desempenho balístico da amostra #2 é fraco.

A Tabela 5.1 e Figura 5.5 comparam os resultados para as amostras #1 e #2.

TABELA 5.1: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das amostras #1 e #2 (quanto menor o número, maior o valor da propriedade em relação a todas as composições investigadas).

| Amostra | Microdureza | Densificação | V_{long} | Absorção de | Mecanismo |
|---------|---------------|-----------------|-------------------|--------------|---------------|
| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |
| #1 | 1261 ± 58 (3) | 84,2 ± 2,2 (10) | 7157,1 (10) | 72,4 (12) | Transgranular |
| #2 | 242 ± 23 (13) | 64,5 ± 2,4 (13) | 3577,2 (13) | 53,0 (13) | Intergranular |



FIGURA 5.5 : Gráficos comparativos das amostras sem adições sinterizadas a 1600°C e 1400°C.

5.2 – COMPARAÇÃO ENTRE AMOSTRAS COM NIÓBIA E SÍLICA COM AMOSTRAS COM SOMENTE NIÓBIA COM TEOR VARIANDO DE 6% A 8%

Comparando-se as amostras #10 e #11, bem como #12 e #13, verifica-se que para teores de 6% a 8% de nióbia na alumina sem sílica (amostras #10 e #12) produz-se um cerâmico com maior dureza, densificação e V_{long} em relação às mesmas composições contendo 0,8% de sílica (amostras #11 e #13). No entanto, a absorção de energia das ondas de choque das amostras #11 e #13 mostrou ser superior em relação às amostras #10 e #12 sem sílica. Acchar² verificou que para adições de nióbia isoladamente sobre a alumina, a única 2ª fase formada era AlNbO₄, e que na presença de 0,8% de sílica formava-se também mulita. Considerando-se que a alumina APC-2011 SG produza as mesmas 2^{as} fases que as observadas por Acchar² para a alumina A16, pode-se concluir que o AlNbO₄ é mais eficiente do que quando associado a mulita quanto à eliminação de vazios e defeitos intergranulares. O AlNbO₄ provavelmente prende os contornos de grãos e mantém os poros atrelados aos mesmos, facilitando assim, a eliminação dos poros por difusão pelos contornos de grãos. As amostras com apenas AlNbO₄ têm densidade superior em relação às com AlNbO₄ e mulita, indicando que a presença de mulita reduz a ação densificadora do AlNbO₄ sozinho.

Verifica-se a presença de fratura predominantemente intergranular bem como uma distribuição mais homogênea de poros nas amostras de #10 a #13 observando-se as Figuras 5.6 a 5.9. Como #10 e #12 apresentam densificação superior a #11 e #13, provavelmente o tamanho médio de trincas produzidas pela passagem da onda de choque compressiva em #10 e #12 é inferior ao de #11 e #13. Como a V_{long} em #10 e #12 é significativamente superior a #11 e #13, isto faz com que a fratura final das amostras #10 e #12 seja causada predominantemente pela passagem da frente de onda trativa que refletiu na superfície posterior da placa cerâmica. Como a V_{long} nas amostras #11 e #13 são menores do que as velocidades de #10 e #12, o pulso inicial compressivo atua por mais tempo ativando mais trincas que coalescem gerando menores fragmentos.

Este efeito intensifica a usinagem do projetil pelos pequenos fragmentos cerâmicos formados, absorvendo maior energia durante o impacto e assim melhorando o desempenho balístico das amostras #11 e #13, como mostrado na Tabela 5.2 e Figura 5.10.

Desta forma, a adição de 0,8% de sílica em amostras com 6 a 8% de nióbia melhora significativamente este desempenho devido ao decréscimo de velocidade da onda elástica longitudinal, o que aumenta o tempo de propagação de trinca sob compressão antes da chegada do pulso trativo refletido, possibilitando maior absorção de energia.



FIGURA 5.6: Superfície de fratura dinâmica da amostra #10. Presença de fratura mista com indícios de cisalhamentos de grãos que sofreram fratura .



FIGURA 5.7: Superfície de fratura dinâmica da amostra #11. Predominância de fratura intergranular.



FIGURA 5.8: Superfície de fratura dinâmica da amostra #12.

Predominância de fratura intergranular.



FIGURA 5.9: Superfície de fratura dinâmica da amostra #13. Verifica-se predominância de fratura intergranular.

A Tabela 5.2 e Figura 5.10 comparam os resultados para as amostras #10 a #13.

TABELA 5.2: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das amostras #10 a #13 (quanto menor o número, maior o valor da propriedade em relação a todas as composições investigadas).

| Amostra | Microdureza | Densificação | V_{long} | Absorção de | Mecanismo |
|---------|---------------|-----------------|-------------|--------------|---------------|
| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |
| #10 | 966 ± 59 (7) | 87,7 ± 0,4 (5) | 8089,7 (6) | 85,2 (8) | Mista |
| #11 | 888 ± 138 (9) | 80,5 ± 1,9 (12) | 6287,6 (12) | 91,2 (4) | Intergranular |
| #12 | 1307 ± 72 (2) | 91,2±0,2 (1) | 9143,9 (1) | 81,9 (11) | Intergranular |
| #13 | 761 ± 77 (12) | 81,1 ± 0,8 (11) | 6421,3 (11) | 91,5 (3) | Intergranular |



FIGURA 5.10 : Gráficos comparativos das amostras com 6 e 8% de nióbia e 0 e 0,8% de sílica

5.3 – COMPARAÇÃO ENTRE AMOSTRAS COM MESMO TEOR DE NIÓBIA E SÍLICA E DIFERENTES TEORES DE MAGNÉSIA.

De acordo com os resultados da Tabela 5.3 e Figura 5.14, as amostras contendo MgO e sílica apresentaram melhor densificação quando comparadas com as amostras com sílica e sem MgO. MgO. Este efeito já era esperado, pois o MgO é comprovadamente um excelente auxiliar de densificação da alumina.

As amostras com MgO, de acordo com a Tabela 5.3 e Figura 5.14, apresentaram maior V_{long} , e, como explicado anteriormente, foram menos condicionadas a danos pela passagem da onda compressiva. Isto reflete-se no pior desempenho balístico destas composições, já que houve menor absorção de energia.. As Figuras 5.11 a 5.13 apresentam superfícies de fratura

das amostras #5 e #6.



FIGURA 5.11: Superfície de fratura dinâmica da amostra #5. Fratura mista.



FIGURA 5.12: Superfície de fratura dinâmica da amostra #6. Fratura mista.



FIGURA 5.13 : Superfície de fratura estática da amostra #6. Fratura predominantemente intergranular.

A Tabela 5.3 e Figura 5.14 comparam os resultados para as amostras #5 e #6.

TABELA 5.3: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das

amostras #5 e #6 (quanto menor o número, maior o valor da propriedade em

relação a todas as composições investigadas).

| Amostra | Microdureza | Densificação | Vlong | Absorção de | Mecanismo |
|---------|-------------|--------------|-------|--------------|--------------|
| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |

| #5 | 1028 ± 47 (5) | 89,8±4,4 (3) | 8646,6 (4) | 89,3 (7) | Mista |
|----|-------------------|----------------|------------|----------|-------|
| #6 | 994 ± 57 (6) | 89,0 ± 2,1 (4) | 8829,7 (2) | 90,2 (6) | Mista |



FIGURA 5.14 : Gráficos comparativos das amostras com 4% de nióbia, 0,8% de sílica e 0,15 e 1,15% de magnésia.

5.4 – COMPARAÇÃO ENTRE AMOSTRAS COM MESMOS TEORES DE MAGNÉSIA E SÍLICA, E TEORES DIFERENTES DE NIÓBIA.

Observando-se as amostras de #6 a #9 na Tabela 5.4 e Figura 5.19, verifica-se que a densificação e V_{long} são elevadas e próximas para teores de 4% a 8% de nióbia, sendo máxima para 6% de nióbia. As diferenças de durezas entre as amostras #6, #8 e #9 também é não significativa, porém sendo máxima para a amostra #8. Acchar verificou que, para 0,15% de MgO e 0,8% de SiO₂, a adição de nióbia acima de 4% contribuía para o aumento somente de AlNbO₄ sem aumentar a presença de magnocolumbita. Logo, considerando-se que a

alumina APC-2011 SG produza as mesmas 2^{as} fases que as observadas por Acchar² para a alumina A16, a amostra #8 tem mais AlNbO₄ que a #6, e como a amostra #6 apresenta maior densificação e V_{long} e menor dureza que a #8, o aumento do teor de AlNbO₄ da amostra #8 em relação a amostra #6 elevou sua dureza não tanto por diminuição da porosidade, e sim por redução da ductilidade dos contornos de grãos da alumina em #8 tornando a amostra #8 menos absorvedora de energia da onda de choque compressiva, como pode ser observado pelos resultados apresentados na Tabela 5.4.

As Figuras 5.15 a 5.18 apresentam as fratografias das amostras #6 a #9. Pela Figura 5.18, a amostra #9 mostra grãos mais arredondados dentre todas as amostras, o que provavelmente está associado à interação de fases nos contornos de grãos, com significativo amolecimento das fases nos contornos de grãos na temperatura de sinterização. A dureza de #9 menor que a de #8, porém com densificações próximas, indicam que esta provável interação de fases nos contornos de grãos da amostra #9 torna-a mais dúctil que #8, o que é reforçado pelo significativo aumento na absorção de energia da amostra #9 em relação a #8.

Isso mostra a viabilidade do estudo de composições com mesmo teor de sílica e magnésia que a #9, porém teores mais elevados de nióbia para fins balísticos.

As baixas dureza, densificação e absorção de energia da amostra #7 mostram que, aparentemente, o campo de estudos em teores de Nb₂O₅ inferiores a 4% não deva ser promissor.

86



FIGURA 5.15 : Superfície de fratura dinâmica da amostra #7. Predominância de fratura intergranular. Baixo tamanho de grão.



FIGURA 5.16 : Superfície de fratura dinâmica da amostra #8. Fratura mista. Tamanho de grão médio superior a #7 pela elevada presença de nióbia.



FIGURA 5.17 : Superfície de fratura dinâmica da amostra #9. Fratura predominantemente intergranular.



FIGURA 5.18 : Superfície de fratura estática da amostra #9. Fratura predominantemente

intergranular.

A Tabela 5.4 e Figura 5.19 comparam os resultados para as amostras #6 a #9.

TABELA 5.4: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das amostras #6 a #9 (quanto menor o número, maior o valor da propriedade em

| relacad a todas as composicoes investiga | 1 \ |
|--|-------|
| | 1961 |
| Teruçuo u todus us composições meestigu | aus). |

| Amostra | Microdureza | Densificação | V_{long} | Absorção de | Mecanismo |
|---------|-------------------|----------------|-------------------|--------------|---------------|
| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |
| #6 | 994 ± 57 (6) | 89,0 ± 2,1 (4) | 8829,7 (2) | 90,2 (6) | Mista |
| #7 | 815 ± 33 (10) | 86,3 ± 2,7 (9) | 7334,3 (9) | 83,5 (10) | Intergranular |
| #8 | 1082 ± 72 (4) | 86,8 ± 4,8 (7) | 8616,9 (5) | 83,6 (9) | Mista |
| #9 | 947 ± 79 (8) | 89,8±0,3 (2) | 8676,2 (3) | 90,7 (5) | Intergranular |


FIGURA 5.19 Gráficos comparativos das amostras com 2 a 8 % de nióbia, 0,8% de sílica e 0,15% de magnésia.

5.5 – COMPARAÇÃO DE AMOSTRA COM 4% DE NIÓBIA E OUTRA COM 4% DE NIÓBIA E 0,8% DE SÍLICA.

Comparando-se as amostras #3 e #4, verifica-se que a dureza de #4 é significativamente inferior a dureza de #3, porém a densificação de #3 e #4 é praticamente a mesma.

O mapeamento de nióbio da amostra #3 na Figura 4.4 confirma que, considerando-se que a alumina APC-2011 SG produza as mesmas 2^{as} fases que as observadas por Acchar² para a alumina A16, o AlNbO₄ encontra-se nos contornos de grãos. Isso mostra que a dureza da alumina com apenas AlNbO₄ nos contornos de grãos é superior à dureza quando há presença também de mulita, que já é de conhecimento estabelecido encontrar-se nos contornos de grãos da alumina. O que reforça a conclusão de que a significativa diferença de dureza entre as amostras #10 e #11, bem como #12 e #13 não seja devido a diferença de densificação, e sim às prováveis fases presentes nos contornos de grãos. A predominância de fratura intergranular em #3 e #4 é um indício de que a fratura de #3 e #4 ocorreu predominantemente antes da passagem da frente de onda trativa.



FIGURA 5.20: Superfície de fratura dinâmica da amostra #3. Predominância de fratura intergranular.



FIGURA 5.21 : Superfície de fratura dinâmica da amostra #4 Fratura predominantemente intergranular.

A Tabela 5.5 e Figura 5.22 comparam os resultados para as amostras #3 e #4.

TABELA 5.5: Comparação por ordem decrescente dos resultados das propriedades das amostras #3 e #4 (quanto menor o número, maior o valor da propriedade em relação a todas as composições investigadas).

| Amostra | Microdureza | Densificação | Vlong | Absorção de | Mecanismo |
|---------|----------------|----------------|------------|--------------|---------------|
| | (HV) | (%) | (m/s) | energia pelo | predominante |
| | | | | cerâmico (%) | de fratura |
| #3 | 1319 ± 135 (1) | 87,2 ± 2,4 | 7921,9 (7) | 93,1 (1) | Intergranular |
| #4 | 775 ± 39 (11) | 86,3 ± 1,4 (8) | 7702,0 (8) | 92,4 (2) | Intergranular |



FIGURA 5.22 Gráficos comparativos das amostras com 4% de nióbia e 0 e 0,8% de sílica.

6 – CONCLUSÕES

1 – É possível tornar a alumina nacional APC-2011SG sinterizada a 1400 °C com adições de nióbia, sílica e magnésia com bom desempenho balístico.

2 – Das composições investigadas, os melhores desempenhos balísticos foram obtidos para adições de 4% de nióbia, e adições de 4% de nióbia e 0,8% de sílica. A comparação com outras aluminas ou outras adições têm que ser feitas sob mesmas condições de fabricação e de ensaios, razão pela qual foram produzidas amostras sem adições em diferentes temperaturas de sinterização, para que fosse possível demonstrar a melhoria das propriedades balísticas da alumina APC-2011 SG com as adições de nióbia, sílica e magnésia.

3 - A presença de adições de nióbia, sílica e magnésia na alumina, provavelmente formando $2^{\underline{as}}$ fases nos contornos de grãos da alumina, aumentou a absorção de energia durante o impacto e a tendência de fratura intergranular.

4 – A adição de 0,8% de sílica em teores mais elevados de nióbia, dentre os investigados, promoveu a redução da dureza, da densificação, porém resultou em melhor desempenho balístico, devido ao aumento da tenacidade dinâmica dos contornos de grãos, que tornaram-se regiões mais dúcteis.

5 – A predisposição à fratura, observada durante a passagem da onda compressiva na microestrutura de amostras de alumina com adições de nióbia e sílica favoreceu uma boa absorção de energia e desgaste do projetil, contribuindo para um melhor desempenho balístico que amostras tendo apenas nióbia como adição. O desgaste do projetil pode ser confirmado pela presença de fragmentos metálicos entre os fragmentos de materiais cerâmicos recolhidos após o impacto balístico.

6 – A presença de nióbia adicionada à alumina a 1400 °C aumentou sua densificação para um valor máximo de 8% de nióbia, porém com um baixo desempenho balístico. A adição de 0,8% de sílica na composição anterior melhora significativamente este desempenho devido ao decréscimo de velocidade da onda elástica longitudinal, o que aumentou o tempo de propagação de trinca sob compressão antes da chegada do pulso trativo refletido, possibilitando maior absorção de energia.

7 – As amostras com adições apenas de nióbia em teores de 4% e 8%, pelas suas elevadas dureza e densificação, mostraram ser potenciais candidatas às aplicações quase-estáticas.

7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

 1 – Projetar um confinamento do material cerâmico dentro de um invólucro adequado que permita o resgate de todos os fragmentos decorrentes do impacto dinâmico.

2 – Verificar a influência do aumento da espessura do material cerâmico nas composições utilizadas sobre a performance balística da blindagem, pelo aumento da distância a ser percorrida pelas ondas de tensão.

3 – Análise dos contornos de grãos a fim de verificar a natureza das fases presentes, cristalinas ou não.

4 - Estudo da interface entre os grãos de alumina quanto a influência da variação dos teores das $2^{\underline{as}}$ fases formadas e interação entre estas $2^{\underline{as}}$ fases, sobre a dissipação de energia das ondas de choque compressiva durante a formação da fratura intergranular, uma vez que neste trabalho verificou-se que para teores de 4% de nióbia a tenacidade à fratura dinâmica praticamente não se altera, o mesmo não pode se dizer para teores de 6% e 8% de nióbia.

5 – Estudo dos mecanismos de interação entre a magnocolumbita, o AlNbO₄, a mulita e a alumina nas regiões de contornos de grãos, influenciando o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson.

6 – Avaliação do aumento do teor de sílica nas composições em que esta esteja presente, uma vez que há tendência de aumento do teor de fase vítrea, o que favorece a sinterização.

8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

 C. Xavier, C. R. C. da Costa ; "Estudo do Comportamento Mecânico de Placas de Alumina sob Impacto Balístico ", 28° Congresso Bras. de Cerâmica, 30 (175) - Julho
 1984.p.161 a 168.

2 - W. Acchar, " **Produção de Alumina Sinterizada com Adições de Nióbia**", Tese de Mestrado, IME, 1985, p.76 a 132.

3 – S. J. Schneider Jr., "**Ceramics and Glasses**", V.4 ,Engineered Materials Handbook, The Materials Information Society , 1991, p.261,262.

4 – N. Ichinose, "Introduction to Fine Ceramics", John Wiley & Sons LTD, 1987, p.23.

5 - W.J. Smothers and H.J. Reynolds, "Sintering and Grain Growth of Alumina", J. Amer. Ceram. Soc. <u>37</u>, (12), 588-595 (**1954**).

6 - J.H. Kennedy, "Inhibition of Sintering of Beta Alumina by Nb₂O₅", J. Amer. Ceram. Soc., <u>59</u>, (5), 279 - 280 (**1976**).

7 - P. Kofstad and S. Espevik, "Low-Pressure Oxidation of Niobium at 1200 ° - 1700 °C", J. Electrochemical Soc., <u>112</u>, (2), 153 - 160 (**1965**).

8 – L.H.L.Louro, "Otimização da Produção de Alumina com Baixas Concentrações de Sílica", Tese de Mestrado, IME, 1985, p.59 a 62.

9.- J.S.Reed, "Principles of Ceramic Processing", pág. 123, Ed. John Wiley & Sons, 1938, Copyright 1988.

10 - M.A. Meyers, "Dynamic Behavior of Materials", pág. 559, Ed. John Wiley & Sons,Inc., 1994

11 – Ballistic Performance Ranking of Ceramic Armor Plates Against High Density
 Penetrators, pág. 2, Department of Defense, USA, 1993.

96

12 - H. Kolsky, "Stress Waves in Solids", pág. 190, Dover Publications, Inc., 1963.

13 - M. L. Wilkins, Third Prog. Rept. Of Light Armor Program, UCRL – 50460, Lawrence Radiation Laboratory, Univ. of California, Livermore, CA, July 1968, in "Estudo do Comportamento Mecânico de Placas de Alumina sob Impacto Balístico ", Edited by C. Xavier, C. R. C. da Costa ;28° Congresso Bras. de Cerâmica, 30 (175) – (1984), .p.161 a 168.

.14 - H. Kolsky, "Stress Waves in Solids", pág. 13 a 23, Dover Publications, Inc., 1963.

15 - M.A. Meyers, "Dynamic Behavior of Materials", p. 140, Ed. John Wiley & Sons, 1994

16 - M.A. Meyers, "Dynamic Behavior of Materials", p. 558, Ed. John Wiley & Sons, 1994

17 - L.H.L. Louro e M.A.Meyers, J.Mater.Sci., 24(1989),2516.

18 - L.H.L.Louro e M.A.Meyers, "Stress Wave Induced Damage in Alumina", in Proc.DYMAT 88 (Ajaccio, France), J.Phys., 49(1988), C3-333 (Colloque-3).

19 - A. A. Griffith, Philos. Trans. R. Soc. London, 221 (1921) 163, in "Stress Waves in Solids", Edited by H. Kolsky, pág. 217, Dover Publications, Inc., 1963..

20 - L.B.Freund, in F. Erdogan(Ed.)The Mechanics of Fracture, ASME, 1976,p.105., in "Stress Waves in Solids", Edited by H. Kolsky, pág. 217, Dover Publications, Inc., 1963..

21 - J.Miklowitz, J.Appl.Mech., 20 (1952) 122. in Ceramic Fracture During Ballistic Impact,
Edited by C.Tracy, M.Slavin e D.Viechnicki, pág. 6, Ceramic Research Division Watertown,
MA 02172-0001,USA,1986.

22 - C.Tracy, M.Slavin e D.Viechnicki, Ceramic Fracture During Ballistic Impact, Ceramic Research Division Watertown, MA 02172-0001,USA.(**1986**) p. 3 a 10.

23 - B. Hopkinson, Collected Scientific Papers, Cambridge University Press, London, 1912, in "Stress Waves in Solids", Edited by H. Kolsky, pág. 185, Dover Publications, Inc., 1963.

24 - A. L. Alesi e E. R. Barron, Plastic-Ceramic Composite Armor for Vietnam, Proc. 23rd Ann. Tech. Conf. Of the SPI Reinforced Composites Div., Washington D.C., 1968, in "**Stress** Waves in Solids", Edited by H. Kolsky, pág. 140, Dover Publications, Inc., 1963..

25 - L. Ajdelsztajn, "Desenvolvimento de Placas de Material Compósito para Aplicação em Proteção contra Impactos Balísticos", Tese de Mestrado em Eng. Metalúrgica e de Materiais, COPPE, UFRJ.p.9 a 45,1998.

26 - National Institute of Justice, Ballistic Resistant Protective Materials – NIJ Standard 0108.01 U.S. Department of Justice, Washington D.C., USA, December, **1981**.

27 - G.Q. Chaves e E.N.Buarque, "**Fabricação, Caracterização e Ensaio Balístico de Placas Cerâmicas para Blindagem Composta**"., Projeto de Fim de Curso, 1996.p.39 a 78.

28 – M.L.Wilkins, "Computer Simulation of Penetration Phenomenon", in Ballistic Materials and Penetration Mechanics, Vol.5, Edited by R. C. Laible, Elsevier Scientific Publishing Company, pp. 225-252, **1980**.

29 - D. R. Askeland, "The Science and Engineering of Materials", Chapman & Hall., 2^a
Ed., 1990. Reprinted 1992., p.504 e 829

30 – Military Handbook Fractography and Characterization of Fracture Origins in Advanced Structural Ceramics, Department of Defense, USA, **1992**, p. iii.

31 - R. C. Laible, "Ballistic Materials and Penetration Mechanics", Vol.5, Elsevier Scientific Publishing Company, pp. 136-138, 1980.

32 - Norma **NBR 6220** – Material Refratário Denso – Determinação da Massa Específica Aparente, Porosidade Aparente, Absorção e Massa Específica Aparente da Parte Sólida.

33 – J.C.Rocha, "Produção de Alumina Sinterizada a Partir do Pó e Otimização dos

Parâmetros de Sinterização para Máxima Resistência Mecânica", Tese de Mestrado, IME (1981),p.21 e 39.

34 - Norma ASTM E 112 - Métodos de Teste para Determinação de Tamanho Médio de Grão.