

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

**AQUILES JORGE**

**SINTERIZAÇÃO DO CARBETO DE SILÍCIO COM ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E  
CÉRIO**

**RIO DE JANEIRO  
2021**

AQUILES JORGE

SINTERIZAÇÃO DO CARBETO DE SILÍCIO COM ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO  
E CÉRIO

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

Orientador(es): Cel Eduardo de Sousa Lima, D.C  
Prof. Márcio Celso Fredel, Dr.-Ing.

Rio de Janeiro

2021

©2021

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

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

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

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

Jorge, Aquiles.

Sinterização do carbetto de silício com óxidos de zircônio e cério / Aquiles

Jorge. – Rio de Janeiro, 2021.

107 f.

Orientador(es): Cel Eduardo de Sousa Lima e Prof. Márcio Celso Fredel.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2021.

1. Carbetto de Silício. 2. Céria. 3. Zircônia. 4. Sinterização. i. de Sousa Lima, Cel Eduardo (orient.) ii. Celso Fredel, Prof. Márcio (orient.) iii. Título

**AQUILES JORGE**

**Sinterização do carbeto de silício com óxidos de zircônio e cério**

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

Orientador(es): Cel Eduardo de Sousa Lima e Prof. Márcio Celso Fredel.

Aprovado em Rio de Janeiro, 25 de novembro de 2021, pela seguinte banca examinadora:

*Eduardo S Lima cel*

**Cel Eduardo de Sousa Lima - D.C. do IME - Presidente**



Documento assinado digitalmente  
Márcio Celso Fredel  
Data: 13/01/2022 12:20:32-0300  
CPF: 466.706.459-53  
Verifique as assinaturas em <https://v.ufsc.br>

**Prof. Márcio Celso Fredel - Dr.-Ing. da UFSC**

*José Brant de Campos*

**Prof. José Brant de Campos - D.C. da UERJ**

*Sergio Neves Monteiro*

**Prof. Sergio Neves Monteiro - D.Sc. do IME**

Rio de Janeiro  
2021

*Este trabalho é dedicado à minha esposa,  
que foi meu alicerce nessa caminhada.*

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço à minha esposa pelo incentivo e apoio. Aos orientadores Cel Eduardo de Sousa Lima e Professor Márcio Celso Fredel pelo incentivo e confiança depositados neste trabalho.

Gostaria de agradecer também ao Professor José Brant de Campos e à Camila Catalano pela ajuda no tratamento dos dados de DRX.

À Cap Clara Luz, ao Magno e à Michele pela ajuda na obtenção das imagens no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Ao Alexandre Ribeiro (INT) pelas análises realizadas.

Ao Eduardo Campos (Cetarch) pelo aditivo, ligante e pela disponibilidade de visitação à empresa o que foi imprescindível para a absorção de conhecimentos utilizados na pesquisa.

À Fiven pelo fornecimento dos pós de carbetto de silício (SIKA® SINTEX 15C e SIKA® Densitec-L).

Ao Prof. Altair Sória Pereira (UFRGS) por disponibilizar os fornos para sinterização.

Por último e não menos importante gostaria de agradecer aos meus professores que me guiaram até o fim dessa jornada, aos funcionários do IME pela presteza e aos meus amigos que tornaram essa caminhada mais prazerosa.

*“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu,  
mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.”  
(Arthur Schopenhauer)*

## RESUMO

O carbetto de silício (*SiC*) possui propriedades importantes, tais como alta dureza e ponto de fusão e boa estabilidade térmica e química, tornando-o um material ideal para diversas aplicações em produtos de tecnologia avançada. Para a sua sinterização com porosidade mínima, é necessário o uso de altas pressões e temperaturas. No entanto, aditivos de sinterização podem ser usados para permitir a consolidação sem o auxílio de pressão. Este trabalho teve como objetivo avaliar a utilização de óxidos de zircônio e cério como aditivos na sinterização sem pressão de pós ultrafinos de *SiC* ( $d_{50} = 0,46 \mu\text{m}$ ) à temperatura de: 1.900 °C por 1 h, 2.000 °C por 1 h e 2.100 °C por 45 min. Para tanto, amostras cilíndricas foram produzidas uniaxialmente sob pressão de compactação de 56 MPa utilizando dois ligantes distintos, polietilenoglicol (PEG 400 g/mol) e álcool polivinílico (PVA). A densidade e a porosidade das amostras sinterizadas foram medidas pelo princípio de Arquimedes. As análises de difração de raios X (DRX) com refinamento de Rietveld e microscopia eletrônica de varredura (MEV) também foram realizadas. O uso de  $ZrO_2$  possibilitou a formação da fase ZrC, que já se mostrou benéfica para a densificação do *SiC* em pesquisas anteriores. No entanto, o aditivo proposto ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) não foi capaz de promover a densificação completa do *SiC* nas temperaturas e tempos sugeridos. Entretanto, se mostrou promissor para uso na fabricação de peças de *SiC* porosas, uma vez que apresentou uma resistência à flexão de 84 MPa valor superior a outras peças porosas encontradas na literatura. O desempenho balístico também foi avaliado. Para o calibre .45, as amostras aditivadas com 15% em peso de aditivo obtiveram resultado semelhante às amostras produzidas com o pó comercial de *SiC*.

**Palavras-chave:** Carbetto de Silício. Céria. Zircônia. Sinterização.



## ABSTRACT

Silicon carbide (*SiC*) ceramic has important properties such as high hardness and melting point and good thermal and chemical stability, making it an ideal material for several applications in advanced technology products. For the sintering of this material with a minimum porosity, it is necessary to use high pressures and temperatures. However, sintering additives can be used to allow sintering without the aid of pressure. This work aimed to evaluate the use of zirconium and cerium oxides as additives in pressureless sintering of *SiC* ultrafine powders ( $d_{50} = 0.46 \mu\text{m}$ ) at the temperature of: 1,900 °C for 1 h, 2,000 °C for 1 h and 2,100 °C for 45 min. For this purpose, cylindrical green bodies were uniaxially produced under a 56 MPa compaction pressure using two different binders, polyethylene glycol (PEG 400 g/mol) and polyvinyl alcohol (PVA). The density and porosity of the sintered samples were measured by the Archimedes principle. The analysis of X-ray diffraction (XRD) with Rietveld refinement and scanning electron microscopy (SEM) were also performed. Additives with  $ZrO_2$  enable the formation of the ZrC phase, which has already been shown to be beneficial for *SiC* densification. However, the proposed additive ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) was unable to achieve fully density of *SiC* at the suggested temperatures and times. Still, it shows promise for use in the manufacture of porous *SiC* parts, as it presented a bending strength of 84 MPa, which was superior to other porous parts found in the literature. Ballistic performance was also evaluated. For the caliber .45, the samples with 15 wt% additive obtained a result similar to the samples produced with the commercial *SiC* powder.

**Keywords:** Silicon Carbide. Zirconium Oxide. Cerium Oxide. Pressureless Sintering.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Unidade estrutural do <i>SiC</i> : (a) Tetraedro $CSi_4$ ; (b) Tetraedro $SiC_4$ . . .	23
Figura 2 – Polítipos de <i>SiC</i> . . . . .	24
Figura 3 – Sistema de redução de energia interfacial: (a) Densificação seguida pelo crescimento de grão; (b) <i>coalescimento microestrutural</i> . . . . .	27
Figura 4 – Estágio inicial de sinterização (partículas esféricas): (a) Corpo verde; (b) Formação do pescoço entre as partículas . . . . .	27
Figura 5 – Estágio intermediário de sinterização . . . . .	28
Figura 6 – Estágio final de sinterização . . . . .	28
Figura 7 – Modelo de duas esferas comparando os aspectos microestruturais da (a) sinterização no estado sólido com a (b) sinterização com fluxo viscoso . . . . .	29
Figura 8 – Interação líquido - sólido (a) baixa molhabilidade (b) boa molhabilidade (c) molhabilidade máxima . . . . .	30
Figura 9 – Formação da fase viscosa e o rearranjo das partículas . . . . .	31
Figura 10 – Diagrama de Fases $ZrO_2 - CeO_2$ . . . . .	35
Figura 11 – Indentadores de ensaio de dureza . . . . .	39
Figura 12 – Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers: (a) trinca radial mediana e (b) trinca de Palmqvist. . . . .	41
Figura 13 – Esquema de configuração do dispositivo de flexão (a) vigas engastadas, (b) em três pontos, (c) em quatro pontos e (d) B3B (disco e placa). . . . .	43
Figura 14 – (a) Forno tubular Sanchis, (b) Forno Thermal Technology . . . . .	50
Figura 15 – Máquina Universal de Ensaaios com o dispositivo de ensaio de flexão biaxial B3B. . . . .	52
Figura 16 – Sistema utilizado para os ensaios balísticos . . . . .	53
Figura 17 – Difratoograma dos pós conforme recebidos . . . . .	55
Figura 18 – Imagem obtida em MEV do pó de aditivo conforme recebido, com aumento de 40.000X, por elétrons secundários . . . . .	56
Figura 19 – Análise de EDS do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido, magnificação 2.200x . . . . .	57
Figura 20 – Imagem obtida em MEV do pó de SiC 15C conforme recebido, com aumento de 20.000X, por elétrons secundários . . . . .	58
Figura 21 – Imagem obtida em MEV do pó comercial Densitec conforme recebido, com aumento de 300X, por elétrons secundários . . . . .	58
Figura 22 – Histograma do pó de SiC (15C) conforme recebido . . . . .	59
Figura 23 – Histograma do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido . . . . .	60
Figura 24 – Histograma do pó comercial, Densitec, conforme recebido . . . . .	60

Figura 25 – Curva de compactação correspondente as misturas de SiC com 4% e 6% de ligante . . . . .	62
Figura 26 – Corpo verde compactado com 4% de ligante (a) 28 MPa (b) 56 MPa (c) 83 MPa (d) 111 MPa . . . . .	62
Figura 27 – Densidade a verde média ( $g/cm^3$ ) obtida nos grupos 1900, 2000 e 2100	63
Figura 28 – Densificação percentual média (%) obtida na compactação dos corpos verdes dos grupos 1900, 2000 e 2100 . . . . .	65
Figura 29 – Difractogramas das amostras sinterizadas do grupo 1900 . . . . .	67
Figura 30 – Difractogramas das amostras sinterizadas do grupo 2000 . . . . .	68
Figura 31 – Difractogramas das amostras sinterizadas do grupo 2100 . . . . .	69
Figura 32 – Densidade de massa aparente ( $g/cm^3$ ) dos grupos 2000 e 2100 . . . . .	70
Figura 33 – Porosidade aparente (%) dos grupos 2000 e 2100 . . . . .	72
Figura 34 – Retração linear, diâmetro (%) . . . . .	73
Figura 35 – Perda de massa (%) . . . . .	74
Figura 36 – Amostra M0 do grupo 1900 após sinterização: a) Superfície com aumento de 4.138X e b) interior da amostra com aumento de 5.000X . . . . .	75
Figura 37 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M1 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100	76
Figura 38 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas M1 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100 . . . . .	77
Figura 39 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M5 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100	78
Figura 40 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas M5 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100 . . . . .	79
Figura 41 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M15 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100 . . . . .	80
Figura 42 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas M15 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100 . . . . .	81
Figura 43 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas Densitec dos grupos a) 2000 e b) 2100	82
Figura 44 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas Densitec dos grupos a) 2000 e b) 2100 . . . . .	82
Figura 45 – Dureza Rockwell A das amostras do grupo 2000 . . . . .	83
Figura 46 – Indentação Vickers realizada em uma das amostras M15 do grupo 1900	84

Figura 47 – Indentação Knoop realizada em uma das amostras Densitec do grupo 2100 . . . . .	85
Figura 48 – Resistência à flexão das amostras do grupo 2100 . . . . .	86
Figura 49 – Etapas de processamento das amostras: Corpo verde, sinterizada e fraturada . . . . .	87
Figura 50 – Amostras fraturadas no ensaio B3B . . . . .	87
Figura 51 – Morfologia da fratura das amostras: a) M1; b) M5; c) M15 e d) Densitec após o ensaio B3B . . . . .	88
Figura 52 – Difratoograma do pó de SiC 15C conforme recebido . . . . .	98
Figura 53 – Difratoograma do aditivo conforme recebido . . . . .	98
Figura 54 – Difratoograma da mistura M0, grupo 1900 . . . . .	98
Figura 55 – Difratoograma da mistura M1, grupo 1900 . . . . .	99
Figura 56 – Difratoograma da mistura M5, grupo 1900 . . . . .	99
Figura 57 – Difratoograma da mistura M15, grupo 1900 . . . . .	99
Figura 58 – Difratoograma do Densitec, grupo 2100 . . . . .	100
Figura 59 – Difratoograma da mistura M1, grupo 2100 . . . . .	100
Figura 60 – Difratoograma da mistura M5, grupo 2100 . . . . .	100
Figura 61 – Difratoograma da mistura M15, grupo 2100 . . . . .	101
Figura 62 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido, magnificação 20.000x . . . . .	102
Figura 63 – Imagem obtida em MEV do pó de aditivo conforme recebido, com análises de EDS em diferentes pontos . . . . .	102
Figura 64 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de SiC 15C conforme recebido, magnificação 5.000x . . . . .	103
Figura 65 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 1.000x . . . . .	103
Figura 66 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 5.000x . . . . .	104
Figura 67 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 5.000x . . . . .	104
Figura 68 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários da superfície da amostra M0, do grupo 1900, magnificação 5.366x . . . . .	105

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedade dos materiais e seu efeito no desempenho balístico . . . . .	20
Tabela 2 – Propriedade do SiC . . . . .	24
Tabela 3 – Perda de massa na sinterização de SiC reportada na literatura . . . . .	33
Tabela 4 – Aditivos de sinterização utilizados para a matriz de SiC . . . . .	34
Tabela 5 – Valores de dureza do SiC reportados na literatura . . . . .	40
Tabela 6 – Tenacidade à fratura do SiC . . . . .	42
Tabela 7 – Resistência à flexão do SiC . . . . .	44
Tabela 8 – Composição das misturas . . . . .	47
Tabela 9 – Dados prensagem do SiC . . . . .	48
Tabela 10 – Percentuais das fases cristalinas encontradas na análise de Rietveld dos pós de <i>SiC</i> 15C e <i>ZrO<sub>2</sub> – CeO<sub>2</sub></i> como recebidos . . . . .	56
Tabela 11 – Valores de densidade aparente ( $\rho_p$ ) e densidade teórica ( $\rho_t$ ) para o pó de <i>SiC</i> como recebido . . . . .	61
Tabela 12 – Teste Tukey: Densidade a verde ( $g/cm^3$ ) das amostras . . . . .	64
Tabela 13 – Teste Tukey: Densificação percentual (%) dos corpos verdes . . . . .	66
Tabela 14 – Percentuais das fases cristalinas encontradas na análise de Rietveld das amostras sinterizadas dos grupos 1900 e 2100 . . . . .	66
Tabela 15 – Teste Tukey: Densidade de massa aparente ( $g/cm^3$ ) dos grupos 2000 e 2100 . . . . .	70
Tabela 16 – Teste Tukey: Densidade geométrica ( $g/cm^3$ ) das amostras sinterizadas . . . . .	71
Tabela 17 – Teste Tukey: Porosidade aparente (%) dos grupos 2000 e 2100 . . . . .	72
Tabela 18 – Teste Tukey: Retração linear (%) das amostras sinterizadas . . . . .	73
Tabela 19 – Teste Tukey: Perda de massa (%) das amostras sinterizadas . . . . .	74
Tabela 20 – Teste Tukey: Dureza Rockwell A (HRA) das amostras do grupo 2000 . . . . .	84
Tabela 21 – Teste Tukey: Resistência à flexão B3B amostras do grupo 2100 . . . . .	86
Tabela 22 – Valores de resistência à flexão encontrados na literatura . . . . .	87
Tabela 23 – Ensaio de profundidade de penetração . . . . .	89
Tabela 24 – Teste Tukey: Profundidade de penetração e fator de mérito . . . . .	89
Tabela 25 – SiC com 4% de ligante . . . . .	106
Tabela 26 – SiC com 6% de ligante . . . . .	106
Tabela 27 – Densidade teórica calculada da mistura M1 . . . . .	106
Tabela 28 – Densidade teórica calculada da mistura M5 . . . . .	106
Tabela 29 – Densidade teórica calculada da mistura M15 . . . . .	107
Tabela 30 – Dados do Corpo verde da mistura M0 . . . . .	107
Tabela 31 – Dados do Corpo verde da mistura M1 . . . . .	107
Tabela 32 – Dados do Corpo verde da mistura M5 . . . . .	107

Tabela 33 – Dados do Corpo verde da mistura M15 . . . . .	107
---	-----

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
B3B	<i>The ball on three balls test</i>
CETEM	Centro de Tecnologia Mineral
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
CNB	<i>Chevron Notched Beam</i>
DCM	<i>Direct Crack Measurement</i>
DRX	Difração de raio x
FSZ	<i>Fully Stabilized Zirconia</i>
HIP	<i>Hot Isostatic Pressure</i>
HK	Dureza Knoop
HP	<i>Hot Pressing</i>
HRA	Dureza Rockwell A
HV	Dureza Vickers
IF	<i>Indentation Fracture</i>
IME	Instituto Militar de Engenharia
INT	Instituto Nacional de Tecnologia
IPqM	Instituto de Pesquisas da Marinha
$K_{IC}$	Tenacidade à fratura ( $MPa.m^{0,5}$ )
LPS	<i>Liquid phase sintering</i>
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NIJ	<i>National Institute of Justice - U.S. Department of Justice</i>
OPS	<i>Oscillatory Pressure Sintering</i>
PP	Profundidade de penetração

PSZ	<i>Partially Stabilized Zirconia</i>
SENB	<i>Single Edge Notched Beam</i>
SEVNB	<i>Single Edge V-Notched Beam</i>
SHS	<i>Self-propagating high-temperature synthesis</i>
SPS	<i>Spark Plasma Sintering</i>
SSS	<i>Solid-state sintering</i>
TZP	<i>Tetragonal Zirconia Polycrystals</i>
UERJ	Universidade do Estado do Rio de Janeiro
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
ZTA	<i>Zirconia-Toughened Alumina</i>



## LISTA DE SÍMBOLOS

- $\alpha$  Polítipos do SiC que não possuem estrutura cristalina cúbica ( $\alpha - SiC$ );  
Forma alotrópica da alumina ( $\alpha - Al_2O_3$ ).
- $\beta$  Forma cúbica do carbeto de silício ( $\beta - SiC$ ); Forma alotrópica da  
alumina ( $\beta - Al_2O_3$ )

# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>20</b>
1.1	JUSTIFICATIVA	21
1.2	OBJETIVOS	21
1.2.1	OBJETIVO PRINCIPAL	21
1.2.2	OBJETIVOS SECUNDÁRIOS	22
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>23</b>
2.1	CARBETO DE SILÍCIO	23
2.2	PROCESSAMENTO CERÂMICO	24
2.2.1	CONFORMAÇÃO	24
2.2.2	SINTERIZAÇÃO	25
2.2.2.1	SINTERIZAÇÃO EM ESTADO SÓLIDO	26
2.2.2.2	SINTERIZAÇÃO COM FLUXO VISCOSO	28
2.2.3	ADITIVOS DE SINTERIZAÇÃO	32
2.3	SINTERIZAÇÃO DO SIC	32
2.4	ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E CÉRIO	34
2.4.1	ZIRCÔNIA E CÉRIA	34
2.4.2	ÓXIDO DE ZIRCÔNIO	35
2.4.3	ÓXIDO DE CÉRIO	36
2.5	PROPRIEDADES MECÂNICAS	37
2.5.1	DUREZA	37
2.5.2	TENACIDADE À FRATURA	40
2.5.3	ENSAIO DE FLEXÃO	42
2.6	PROTEÇÃO BALÍSTICA	44
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>45</b>
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	45
3.2	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	45
3.2.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	45
3.2.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	45
3.2.3	DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA	46
3.2.4	DENSIDADE APARENTE	46
3.3	PROCESSAMENTO	46
3.3.1	PRODUÇÃO DAS MISTURAS	46
3.3.2	PRODUÇÃO CORPOS VERDES	47
3.3.3	DENSIDADE DOS CORPOS VERDES	48

3.3.4	SINTERIZAÇÃO . . . . .	49
3.4	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS . . . . .	50
3.4.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X . . . . .	50
3.4.2	DENSIDADE E POROSIDADE . . . . .	50
3.4.3	RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA . . . . .	51
3.4.4	PREPARAÇÃO CERAMOGRÁFICA . . . . .	51
3.4.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA . . . . .	51
3.5	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS . . . . .	51
3.5.1	DUREZA ROCKWELL A . . . . .	51
3.5.2	DUREZA VICKERS E KNOOP . . . . .	52
3.5.3	TENACIDADE À FRATURA . . . . .	52
3.5.4	FLEXÃO BIAXIAL . . . . .	52
3.5.5	CORPOS DE PROVA PARA ENSAIO BALÍSTICO . . . . .	53
3.5.6	ENSAIO BALÍSTICO . . . . .	53
3.5.7	ANALISE ESTATÍSTICA . . . . .	54
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES . . . . .</b>	<b>55</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS . . . . .	55
4.1.1	FASES CRISTALINAS . . . . .	55
4.1.2	MORFOLOGIA . . . . .	56
4.1.3	DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA . . . . .	58
4.1.4	DENSIDADE APARENTE . . . . .	60
4.2	PROCESSAMENTO . . . . .	61
4.2.1	CURVA DE COMPACTAÇÃO . . . . .	61
4.2.2	DENSIDADE A VERDE . . . . .	63
4.3	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS . . . . .	66
4.3.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X . . . . .	66
4.3.2	DENSIDADE E POROSIDADE . . . . .	69
4.3.3	RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA . . . . .	72
4.3.4	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA . . . . .	75
4.4	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS . . . . .	83
4.4.1	DUREZA E TENACIDADE À FRATURA . . . . .	83
4.4.2	FLEXÃO BIAXIAL . . . . .	85
4.4.3	ENSAIO BALÍSTICO . . . . .	88
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES . . . . .</b>	<b>90</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS . . . . .</b>	<b>91</b>
	<b>REFERÊNCIAS . . . . .</b>	<b>92</b>

<b>APÊNDICE A – ANÁLISES DE RIETVELD . . . . .</b>	<b>98</b>
<b>APÊNDICE B – IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA . . . . .</b>	<b>102</b>
<b>APÊNDICE C – TABELAS . . . . .</b>	<b>106</b>

# 1 INTRODUÇÃO

Quando se trata de cerâmicas, uma ampla gama de materiais está incluída. No intuito de melhor classificá-las, foram divididas em dois grupos: cerâmicas tradicionais e cerâmicas avançadas. As cerâmicas tradicionais seguem a linha dos materiais desenvolvidos desde o início dos tempos, com as civilizações mais antigas, tais como a cerâmica de olaria, produtos estruturais e refratários à base de argila, incluindo também cimentos, concretos e vidros. Elas representam uma parcela relevante da indústria cerâmica, entretanto, nos últimos anos, os estudos foram se concentrando nas cerâmicas avançadas. Estas, por sua vez, incluem cerâmicas para aplicações elétricas, eletrônicas, ópticas, magnéticas, assim como cerâmicas para aplicações na indústria aeroespacial e proteção balística (1, 2).

Em relação às cerâmicas avançadas, o carbetto de silício (*SiC*) se destaca, pois possui propriedades intrínsecas como alta dureza e resistência, estabilidade química e térmica, alto ponto de fusão, resistência à oxidação e à erosão, entre outras. Todas estas qualidades tornam o *SiC* uma escolha perfeita para aplicação em produtos de tecnologia avançada na indústria, como em usinagem, moagem, polimento, pás de turbinas, filtros de gás quentes, implantes médicos e espelhos ópticos. Contudo, outras aplicações também se beneficiam das propriedades do *SiC*, dentre elas, a proteção balística individual e veicular (3, 4, 5, 6).

Alguns materiais cerâmicos são foco de estudos e pesquisas para o desenvolvimento de sistemas de blindagens, sendo os mais utilizados a alumina ( $Al_2O_3$ ), o *SiC* e o carbetto de boro ( $B_4C$ ) (3, 4, 5). Estas cerâmicas possuem um alta dureza e menor peso quando comparadas com metais balísticos. A substituição destes materiais metálicos por cerâmicos assegura a produção de sistemas de blindagem mais leves, o que acarreta em um ganho na autonomia e na capacidade de transporte (5). Algumas propriedades podem ser associadas a determinados efeitos no desempenho balístico, conforme relacionadas na Tabela 1:

Tabela 1 – Propriedade dos materiais e seu efeito no desempenho balístico

Propriedades do material	Efeitos na blindagem
Densidade	Peso do sistema de proteção
Dureza	Dano ao projétil
Módulo de elasticidade	Propagação das ondas de tensão
Resistência mecânica	Resistência ao impacto,
Tenacidade à fratura	Resistência a múltiplos impactos, durabilidade em campo

Fonte: Adaptado de Silva et al.(5)

## 1.1 Justificativa

A principal adversidade na produção do *SiC* é a sua dificuldade de sinterização, problema este devido à sua ligação química de caráter predominantemente covalente e sua baixa auto difusibilidade (7, 8, 9). O *SiC* puro deve ser sinterizado sob pressões ultra altas e em elevadas temperaturas, como 5 GPa e 2.500 °C, tornando a utilização dos aditivos de sinterização uma alternativa viável, tendo em vista que possibilitam o emprego de temperaturas e pressões inferiores. O uso do boro (*B*) e do carbono (*C*) como aditivo de sinterização em estado sólido ocorre desde o início dos anos 70, entretanto, o patamar de sinterização sem pressão é de aproximadamente 2.100 °C (8). Em 1980, a introdução da sinterização com fluxo viscoso, através do sistema alumina-ítria ( $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ ), permitiu a densificação do *SiC* em temperaturas inferiores a 2.000 °C (8).

Considerando que o Brasil é o sexto maior produtor de *SiC* do mundo (10), o empenho pelo aprimoramento de sua produção, através da redução do custo de processo, assim como da otimização de suas propriedades, deve ser destacado. Isto posto, tem-se que o IME, em um esforço constante, possui uma linha de pesquisa cuja finalidade é realizar tais melhorias, visando o desenvolvimento de novos aditivos que facilitem a sinterização do *SiC* com a produção de diversos trabalhos (11, 12, 13) .

Na literatura não há relatos de pesquisas envolvendo a sinterização do *SiC* aditivado com zircônia ( $ZrO_2$ ) e céria ( $CeO_2$ ) em conjunto. Todavia, tais óxidos já foram utilizados separadamente, sendo que Santos e Costa(14) estudaram o efeito da  $ZrO_2$  na sinterização do *SiC* com  $Al_2O_3 - Y_2O_3$ , e Liang et al.(15) estudaram a sinterização do *SiC* com  $Al_2O_3 - CeO_2$ . Em ambos os estudos, os valores de densidade aparente foram superiores a 95%. Portanto, espera-se que a utilização de ambos os aditivos em conjunto possa apresentar um resultado superior ao encontrado separadamente, embora o ineditismo da proposta não permita estabelecer prontamente um embasamento teórico que ateste essa afirmação.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 Objetivo principal

O presente trabalho tem como objetivo confeccionar placas de *SiC* com propriedades e densificação compatíveis para utilização comercial, principalmente em sistemas de blindagem, utilizando  $ZrO_2$  e  $CeO_2$  como aditivo de sinterização. A funcionalidade deste aditivo ainda não foi explorada em literatura, caracterizando-se desta maneira, como uma inovação científica para um processo altamente demandado pela indústria de energia, aeroespacial, proteção balística, dentre outras.

### 1.2.2 Objetivos secundários

Visando desenvolver a sinterização do *SiC* com a utilização inédita do aludido aditivo, deverão ser determinados e identificados tais aspectos:

- A quantidade de aditivo suficiente para densificação do *SiC*;
- A quantidade aproximada de saturação dos óxidos;
- Se as propriedades do material densificado são compatíveis com as exigidas para aplicação em placas balísticas.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Carbetto de silício

O  $SiC$  é encontrado na natureza na forma do mineral moissanita (5), e seu pó pode ser manufaturado de diversas maneiras tais como: a redução carbotérmica, SHS (*Self-propagating high-temperature synthesis*) e síntese por fase gasosa (11). Sua descoberta se deu em 1890, ao se estudar a síntese de diamantes, sendo produzido em grandes quantidades no final do século XIX, para utilização principalmente como abrasivo. Atualmente, o  $SiC$  possui diversas aplicações devido às suas propriedades: alta dureza, condutividade térmica, estabilidade química e propriedades semicondutoras (5).

O tetraedro, com estequiometria  $SiC_4$  ou  $CSi_4$ , exibido na Figura 1, é a unidade estrutural fundamental do  $SiC$ , formado por ligações quase puramente covalentes (9). Dentre suas características cristalinas, o politipismo se destaca, ou seja, o  $SiC$  pode exibir inúmeras alterações em sua estrutura, variando apenas a sequência de empilhamento de sua estrutura fundamental, e manter a estequiometria, podendo se cristalizar em mais de 200 polítipos (11). Estes polítipos apresentam sistema cúbico, hexagonal e romboédrico, representados pelas letras C, H e R, respectivamente (11). Os tipos C são conhecidos como  $\beta - SiC$ , e os demais, como  $\alpha - SiC$  (9).

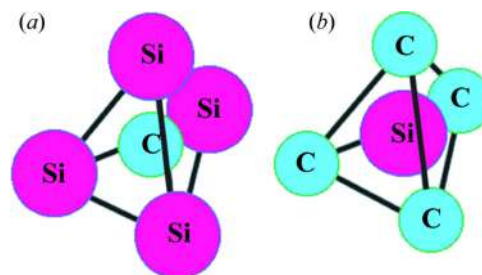


Figura 1 – Unidade estrutural do  $SiC$ : (a) Tetraedro  $CSi_4$ ; (b) Tetraedro  $SiC_4$

Fonte: Ortiz et al.(16)

O arranjo formado pelo empilhamento dos tetraedros em camadas planas com bordas comuns e um ápice fora do plano que se conecta com a próxima camada de tetraedros origina diferentes estruturas cristalinas. Deste modo, para satisfazer a coordenação quádrupla em qualquer ponto da estrutura resultante, quatro tetraedros estão ligados em cada extremidade. Estas estruturas podem ser representadas pelo empacotamento de dois tipos de esferas com raio constantes, sendo que um dos tipos ocupa um quarto das posições tetraédricas, resultando em uma célula unitária com duas unidades de fórmula (17). Dentre



os diversos polítipos, os cinco mais comuns são: 2H, 3C, 4H, 6H e 15R (9, 18). O número que precede o sistema cristalino indica a sequência de empilhamentos presentes após a camada inicial (17), assim o 2H possui uma sequência de dois empilhamentos (AB), o 3C, três (ABC), o 4H, quatro (ABCB), e o 6H, seis (ABCACB) (18), conforme representado na Figura 2.

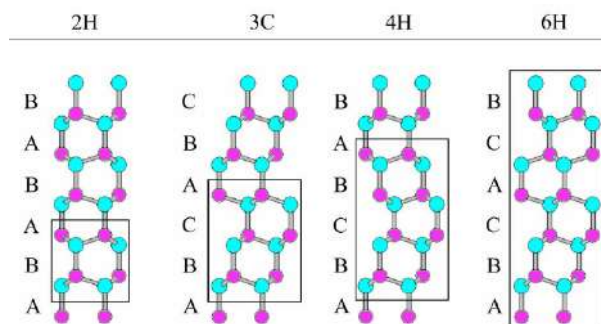


Figura 2 – Polítipos de *SiC*

Fonte: Adaptado de Rodrigues e Ferracioli(19)

As propriedades físicas dentre os diversos polítipos de *SiC* podem ser negligenciadas, pois a relação de vizinho é a mesma para todos, tornando a energia de formação quase a mesma para todos os polítipos (17). Na Tabela 2, pode-se observar algumas das propriedades do *SiC* obtidas por sinterização sem auxílio de pressão.

Tabela 2 – Propriedade do SiC

Propriedade	Valores encontrados
Densidade ( $g/cm^3$ )	3,08 - 3,15
Dureza (GPa)	20 - 27
Módulo de elasticidade (GPa)	368 - 436
Tenacidade à fratura ( $MPa.m^{1/2}$ )	2 - 4

Fonte: Adaptado de Lima(7)

## 2.2 Processamento Cerâmico

### 2.2.1 Conformação

A prensagem é o método de conformação mais usual na indústria cerâmica, em virtude da possibilidade de produzir peças com diferentes tamanhos e formas, além de possuir fácil automação gerando consequentemente um ganho produtivo. O processo consiste na compactação de um pó utilizando uma matriz que definirá as dimensões desejadas para a peça final. O procedimento em questão, é dividido em três etapas: preenchimento da matriz com o pó; compactação do pó; e retirada do material compactado

da matriz. Existem duas técnicas de prensagem bastante difundidas, a prensagem uniaxial e a prensagem isostática (20).

A prensagem uniaxial consiste na aplicação de uma carga na direção axial à matriz utilizada. A mesma e os punções são rígidos, gerando por sua vez peças com geometria simples. Já na prensagem isostática, a conformação se dá em uma matriz flexível mergulhada em um fluido pressurizado, sendo empregada para a confecção de peças com geometrias complexas (20).

No processo de compactação do pó, ocorrem três etapas: reordenação dos grânulos; deformação e destruição dos grânulos; e reordenação das partículas no interior dos grânulos (21). De acordo com Albero(21) "a compactação final da peça, por mais que se aumente a pressão de prensagem, é sempre inferior a compactação que corresponderia ao empacotamento mais denso possível das partículas".

Uma prensagem bem sucedida deve conceder à peça a verde uma resistência mecânica suficiente para os processos subsequentes, quais sejam: transporte, armazenamento e sinterização. Desta forma, o uso de aditivos na prensagem é uma prática recorrente, podendo ser classificados como: ligantes; plastificantes; e lubrificantes (20).

Os ligantes têm a função de conferir a resistência mecânica desejada ao corpo verde. Os plastificantes reduzem a adsorção da umidade e auxiliam na deformabilidade. Por sua vez, os lubrificantes, devem reduzir o atrito entre a matriz e o pó, tanto na conformação da peça, quanto na remoção da peça já conformada (20).

O desmolde da peça é um ponto crítico no processo de prensagem, pois toda energia elástica armazenada na mesma durante a compactação é exaurida, acarretando em uma pequena expansão à medida que a pressão é retirada. Esta expansão ocorre em todas as dimensões e pode gerar defeitos na peça. Segundo Albero(22), uma maneira de reduzir a expansão é "reduzir a velocidade de aplicação da carga ou aumentar o tempo de aplicação da pressão".

## 2.2.2 Sinterização

O processo de sinterização é utilizado para fabricar materiais de corpos sólidos a partir de pós, com densidade controlada e reproduzível, por meio da aplicação de energia térmica (1, 23). O controle das variáveis de sinterização permite a reprodução da microestrutura pretendida, tendo esta, o objetivo de alcançar a densificação almejada, tanto para as cerâmicas densas, quanto para as porosas (23).

Tal processo é utilizado desde a pré-história, quando o homem descobriu que a queima da cerâmica as tornava mais resistentes. Entretanto, a sinterização só tornou-se objeto de estudo científico na década de 1940 (23). Desde então, surgiram diversas técnicas, tais como: a *Hot Pressing sintering* (HP), prensagem a quente; *Hot Isostatic Pressure*

*sintering* (HIP), pressão isostática a quente; *Spark Plasma Sintering* (SPS), sinterização por plasma; e a *Flash sintering*. Segundo Carter e Norton(1), "a sinterização é o processo mais importante na produção de cerâmica a granel", pois ela proporciona a aquisição das propriedades desejáveis, como a densidade e a porosidade do produto final. Assim, após a confecção do corpo verde, a cerâmica deve ser sinterizada para adquirir as propriedades úteis (1).

A sinterização pode ocorrer na presença ou ausência de uma fase viscosa. Quando há presença de uma fase viscosa é comumente titulada como sinterização em fase líquida, *Liquid phase sintering* (LPS) (24), contudo no presente trabalho será referida como sinterização com fluxo viscoso. Nesse processo são utilizados aditivos de sinterização com temperatura de fusão abaixo do patamar de sinterização, o que permite a formação da fase viscosa. Na ausência desta fase, o processo é denominado sinterização em estado sólido, *Solid-state sintering* (SSS) (24). Existem ainda outros tipos de sinterização, como a sinterização transitória em fase líquida, que é uma combinação da sinterização com fluxo viscoso com a sinterização em estado sólido. No estágio inicial de sinterização desta técnica ocorre a formação de uma fase viscosa. Porém, esta fase desaparece no decorrer do processo e a sinterização encerra-se no estado sólido (23).

#### 2.2.2.1 Sinterização em estado sólido

Com o aumento da temperatura há um aumento de energia nas partículas, este excesso de energia acumulada nas partículas ocorre o processo de sinterização, que nada mais é que a redução desse excesso de energia interfacial (23, 24). Conforme demonstrado na Figura 3, tal redução pode ocorrer na densificação (Figura 3a), devido a eliminação de interfaces sólido/vapor com a criação dos contornos de grãos, seguida pelo crescimento destes grãos e diminuição dos poros. Outra possibilidade, é através do crescimento das partículas e dos poros (Figura 3b), reduzindo a área de superfície total. Este processo é conhecido como *coarsening* (coalescimento microestrutural).

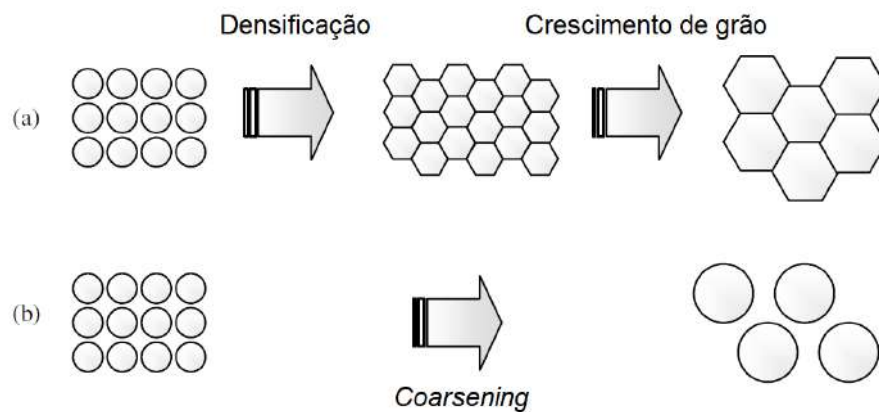


Figura 3 – Sistema de redução de energia interfacial: (a) Densificação seguida pelo crescimento de grão; (b) *coalescência microestrutural*

Fonte: Lima(7)

Os dois mecanismos podem ocorrer simultaneamente e a interação entre ambos é referida como uma competição entre a densificação e o *coarsening* (crescimento das partículas) (24, 25). Portanto, se os mecanismos de densificação dominam, os poros tendem a desaparecer com o tempo e ocorre uma redução nas dimensões da peça. Mas, se os mecanismos de *coarsening* predominarem, tanto os poros quanto as partículas ficarão maiores com o tempo, resultando em uma peça porosa (24).

A SSS é normalmente dividida em três estágios: inicial, intermediário e final. No estágio inicial, ocorre a formação do pescoço entre as partículas através dos mecanismos de densificação, como a difusão (23, 25). Segundo Carter e Norton(1), isso ocorre pois uma superfície curva tende a se tornar plana. Esse estágio é responsável por cerca de 2 a 5% da retração linear (23, 25). O estágio inicial é representado na Figura 4 para um sistema de pó que consiste em partículas esféricas.

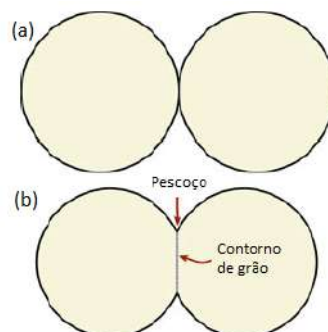


Figura 4 – Estágio inicial de sinterização (partículas esféricas): (a) Corpo verde; (b) Formação do pescoço entre as partículas

Fonte: Adaptado de Carter e Norton(1)

O estágio intermediário é o de maior duração durante o processo de sinterização. Nele, a disposição dos grãos se dá por tetracadeaedro empacotados e os poros atingem uma forma cilíndrica estável, conforme ilustrado na Figura 5, facilitando os mecanismos de sinterização no material. Esse estágio se finda quando a densidade relativa chega a aproximadamente 90% e os poros se comprimem tornam-se instáveis, deixando assim apenas poros isolados (23, 25).

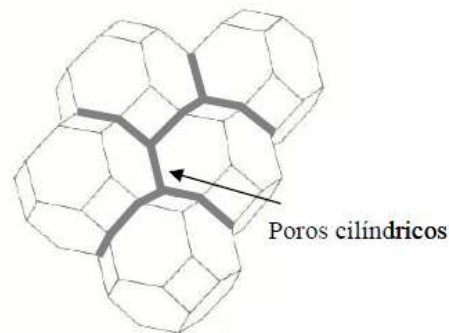


Figura 5 – Estágio intermediário de sinterização

Fonte: Adaptado de Lima(7)

O estágio final se inicia no isolamento dos poros nos cantos dos grãos até a densificação final, como mostrado na Figura 6. Assim como a eliminação de poros, há o crescimento dos grãos (24, 25)

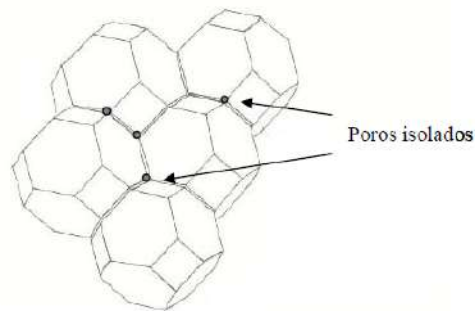


Figura 6 – Estágio final de sinterização

Fonte: Adaptado de Lima(7)

#### 2.2.2.2 Sinterização com fluxo viscoso

A sinterização com fluxo viscoso é bastante eficaz em cerâmicas que possuem alto grau de ligações covalentes, como o  $SiC$  e o  $Si_3N_4$ , pois são difíceis de densificar por sinterização em estado sólido. A utilização de um fluxo viscoso na sinterização permite ainda reduzir o tempo, a temperatura e o custo do processo (25). Segundo Barsoum(24), a

LPS apresenta duas vantagens consideráveis sobre a sinterização em estado sólido: ela é mais rápida e resulta em uma densificação homogênea. Kang(23) e Rahaman(25) atribuem o aprimoramento da densificação ao rearranjo do sólido e à difusão facilitada através da fase viscosa.

Entretanto, essa sinterização apresenta uma desvantagem: a fase viscosa geralmente solidifica nos contornos de grão e permanece como uma fase intergranular vítrea, podendo degradar algumas propriedades mecânicas em altas temperaturas, como a resistência à fluência (23, 24, 25). De acordo com Barsoum(24), "a maioria das cerâmicas comerciais é sinterizada com fase líquida", incluindo algumas cerâmicas avançadas, como o  $SiC$  e o  $Si_3N_4$ , nos casos em que as propriedades necessárias do produto não são afetadas negativamente pela fase vítrea presente nos contornos de grão. A Figura 7 mostra um modelo de duas esferas, no qual os aspectos microestruturais da sinterização (a) em estado sólido e (b) com fluxo viscoso são comparados.

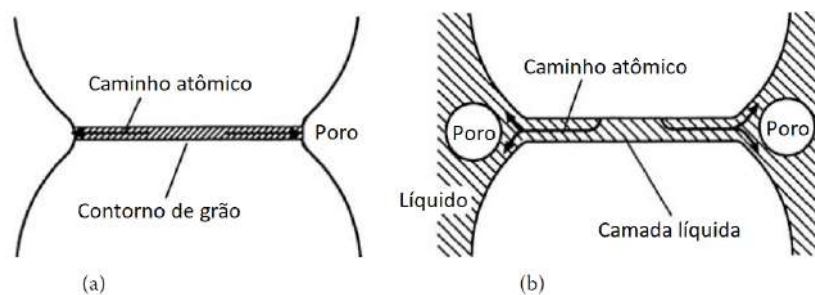


Figura 7 – Modelo de duas esferas comparando os aspectos microestruturais da (a) sinterização no estado sólido com a (b) sinterização com fluxo viscoso

Fonte: Adaptado de Rahaman(25)

Um fator importante na sinterização com fluxo viscoso é a molhabilidade do líquido sobre o sólido, ou seja, a capacidade do líquido de molhar o sólido. Quando um líquido está disposto sobre uma superfície sólida, ele pode se espalhar ou formar gotas. O grau de molhabilidade é determinado pelo ângulo de contato,  $\theta$ , formado entre o líquido e o sólido (24, 25), conforme demonstrado na Figura 8. Para que a sinterização com fluxo viscoso ocorra de forma eficiente, o líquido deve apresentar  $\theta < 90^\circ$  (Figura 8b), ou seja, ele deve ser capaz de molhar o sólido. Caso o sistema apresente  $\theta > 90^\circ$  (Figura 8a), o líquido acumulará nos poros e apenas os mecanismos de sinterização em estado sólido estarão presentes (24).

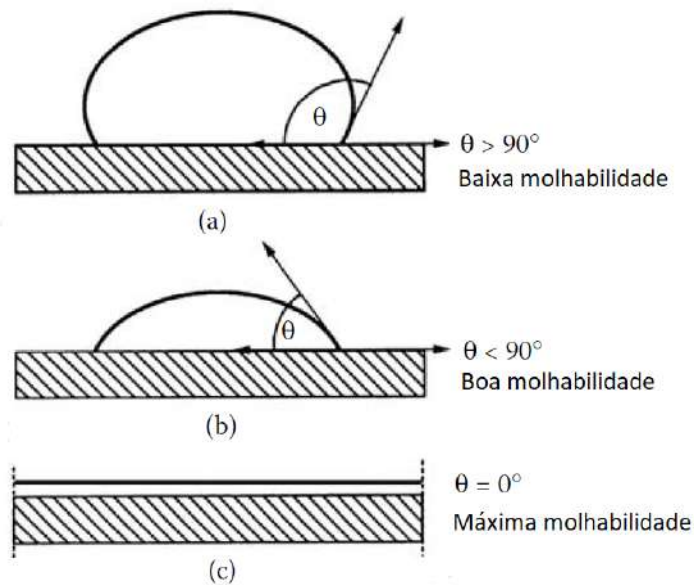


Figura 8 – Interação líquido - sólido (a) baixa molhabilidade (b) boa molhabilidade (c) molhabilidade máxima

Fonte: Adaptado de Rahaman(25)

Para que ocorra a sinterização com fluxo viscoso são utilizados aditivos de sinterização com temperatura de fusão abaixo do patamar de sinterização da matriz cerâmica, o que permite a formação da fase viscosa. Ao fundir, um aditivo que possui uma boa molhabilidade penetrará por entre os grãos, conforme demonstrado na Figura 7b, imprimindo uma força atrativa entre eles, aproximando-os. A presença dessa fase viscosa reduz o atrito entre as partículas e insere forças capilares que ajudam na dissolução de arestas das partículas sólidas. A associação destas forças com o efeito lubrificante resulta em três mecanismos que operam em sucessão (24):

- Rearranjo de partículas (estágio inicial)

Esse processo se dá no estágio inicial da sinterização. À medida que a fase viscosa se forma, ela flui para os capilares finos pela ação da diferença de pressão capilar entre os canais presentes entre as partículas sólidas. A maioria dos lugares onde as partículas fundidas estavam transforma-se em poros, devido ao fluxo da fase viscosa para os capilares finos. Com isso as partículas sólidas podem ser rearranjadas pelo fluxo viscoso. Após a formação da fase viscosa, a peça é composta por três fases: sólida, líquida e vapor (23, 24). A Figura 9 apresenta uma ilustração do estágio inicial de rearranjo das partículas.

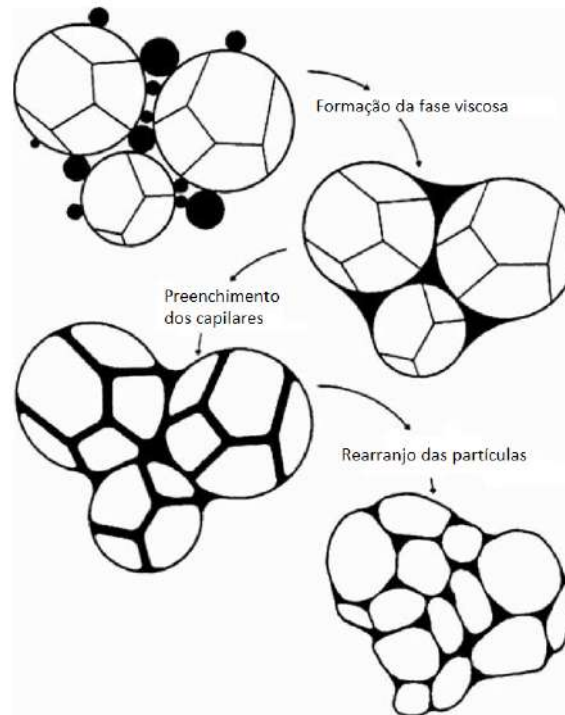


Figura 9 – Formação da fase viscosa e o rearranjo das partículas

Fonte: Adaptado de Rahaman(25)

- Re-precipitação da solução (estágio intermediário)

Após o rearranjo das partículas, tem-se que a microestrutura possui grãos e poros uniformemente distribuídos em uma matriz viscosa. Assumindo esta hipótese, a microestrutura de forma simplificada é representada na Figura 7b. No ponto de contato das partículas, uma pressão compressiva é exercida em virtude da tensão superficial do líquido e da pressão capilar. Devido a esta força compressiva, o potencial químico dos átomos nessa região é superior às demais. Portanto, este gradiente de potencial químico induz à dissolução dos átomos nessa área, sendo este material transportado para a superfície do pescoço. Fato este que ocasiona o aumento da área de contato entre as partículas, assim como a redução dos poros e a densificação da peça (23, 24).

- Sinterização em estado sólido (estágio final)

Segundo Barsoum(24), após a formação de um esqueleto rígido, a sinterização com fluxo viscoso se torna desprezível e a sinterização em estado sólido é predominante, reduzindo assim, as taxas de retração e densificação da peça. De acordo com Kang(23), a SSS ao final da densificação é questionável, uma vez que a cinética de densificação em fluxo viscoso é mais rápida que a cinética em estado sólido. Rahaman(25) afirma que no estágio final, a densificação diminui consideravelmente e o crescimento dos grãos torna-se o processo dominante.



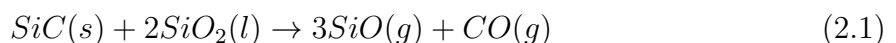
### 2.2.3 Aditivos de Sinterização

Os aditivos são elementos adicionados propositalmente aos pós cerâmicos, que auxiliam na sinterização dos mesmos, podendo ou não formar uma fase viscosa. A sua principal função é otimizar os mecanismos de densificação do material cerâmico, reduzindo assim, o tempo e a temperatura de sinterização. Todavia, essa não é a sua única função, alguns aditivos segregam nos contornos de grãos, aumentando assim, sua resistência e impedindo o crescimento descontrolado dos grãos (8, 6). Entretanto, alguns aditivos como a nióbia na alumina pode favorecer o crescimento anômalo dos grãos (26).

Normalmente, eles são inseridos durante a moagem dos pós cerâmicos. Não obstante, podem também ser adicionados juntamente com os ligantes anteriormente à conformação da peça (27).

## 2.3 Sinterização do SiC

Um dos desafios na sinterização sem pressão do *SiC* é a sua baixa sinterabilidade, devido às suas ligações químicas predominantemente covalentes. Sendo assim, se faz necessário a utilização de aditivos para que o processo se torne viável (7, 8, 6). Dois métodos para a sinterização do *SiC* com base na utilização de aditivos são a SSS e a LPS. A SSS utiliza aditivos para reduzir o nível de energia de contorno de grão do *SiC*. Mesmo com esses aditivos, a temperatura de sinterização ainda é elevada, como pode ser observado na Tabela 4. De tal maneira, a LPS é o método mais comumente usado para a fabricação de peças de *SiC*, uma vez que a presença da fase viscosa acelera a transferência de massa e reduz o tempo e a temperatura de sinterização (28). Entretanto, pode ocorrer a volatilização da fase viscosa devido à alta temperatura de sinterização acarretando na perda de massa da peça (29, 30, 31), podendo ser superior a 15% (32). Com o intuito de reduzir essa perda de massa e inibir a volatilização da fase viscosa utiliza-se a técnica de leito de pó (29, 30). Segundo Liang et al.(29) duas razões podem ser responsáveis pela redução da perda de massa: a pressão de vapor criada pelo leito de pó pode ser alta o suficiente para inibir a evaporação dos aditivos de sinterização e/ou a difusão de espécies do leito de pó para dentro da amostra pode ocorrer durante o processo. Conforme Liang et al.(29), a perda de peso pode ser iniciada entre 1.300 e 1.400 °C pela reação:



A Tabela 3 possui alguns resultados de perda de massa reportados na literatura.

Tabela 3 – Perda de massa na sinterização de SiC reportada na literatura

Aditivo	Quantidade de aditivo	Temperatura de Sinterização (°C)	Patamar (min)	Perda de massa (%)	Referência
$Al_2O_3 - YAG$	5% em peso	1.900	30	$19,44 \pm 2,42$	Lima(7)
$Al_2O_3 - YAG$	10% em peso	1.900	30	$21,86 \pm 2,67$	Lima(7)
$Al_2O_3 - YAG$	15% em peso	1.900	30	$24,96 \pm 3,45$	Lima(7)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	5% em peso	1.900	30	$14,70 \pm 0,38$	Lima(7)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	10% em peso	1.900	30	$23,57 \pm 0,71$	Lima(7)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	15% em peso	1.900	30	$28,24 \pm 0,67$	Lima(7)
$Al_2O_3 - Yb_2O_3$	10% em volume	1.800	60	13,10	Ribeiro et al.(33)
$Al_2O_3 - Dy_2O_3$	10% em volume	1.900	60	13,01	Ribeiro et al.(33)
$Al_2O_3 - Y_2O_3 - SiO_2$	25% em volume	1.600	60	10,40	Yun et al.(34)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	5% em peso	1.950	30	$24,80 \pm 1,23$	Gonçalves(35)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	5% em peso	1.950	30	$19,13 \pm 0,60$	Saleiro(36)
$Al_2O_3 - YAG$	5% em peso	1.950	30	$8,99 \pm 0,59$	Saleiro(36)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	9% em peso	1.800	60	$10,25 \pm 0,19$	Carvalho(37)
$Al_2O_3 - Y_2O_3 - LAS$	9,9% em peso	1.800	60	$11,47 \pm 0,11$	Carvalho(37)
$Al_2O_3 - Y_2O_3 - LAS$	13,6% em peso	1.800	60	$16,27 \pm 1,69$	Carvalho(37)
$Al_2O_3 - Y_2O_3 - LAS$	22,7% em peso	1.800	60	$24,79 \pm 0,36$	Carvalho(37)

Fonte: Autor

Outra consequência da sinterização em fluxo viscoso é a alta taxa de retração nas peças após a etapa de sinterização. Segundo Yun et al.(34) a retração linear ocorre devido ao rearranjo das partículas de SiC após a formação da fase viscosa como citado no item 2.2.2.2. Com o aumento da quantidade de aditivo presente na peça e/ou da temperatura de sinterização acarretará em uma maior quantidade de fase viscosa formada entre as partículas de SiC, o que facilita o rearranjo das partículas aumentando assim a retração dos corpos de prova (34). Ribeiro et al.(33) relataram uma retração de 18,04%.

De acordo com Abderrazak e Hmida(3), nas últimas três décadas, esforços consideráveis foram despendidos para diminuir a temperatura de sinterização e melhorar as propriedades mecânicas das cerâmicas de *SiC*. Diversos estudos avaliaram diferentes composições e aditivos. Alguns são apresentados na Tabela 4:

Tabela 4 – Aditivos de sinterização utilizados para a matriz de SiC

Aditivo	Quantidade aditivo	Sinterização	Temperatura	Referência
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	10% em peso	LPS	1.900 °C	Liu et al.(4)
$B - C$	1,5% em peso	SSS	2.050 °C	Liu et al.(4)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	5% em peso	SPS	1.850 °C	Matias et al.(13)
$Al_2O_3 - Er_2O_3$	7% em peso	LPS	1.880 °C	Liang et al.(30)
$Al_2O_3 - Er_2O_3$	7% em peso	HP(20 MPa)	1.850 °C	Liang et al.(30)
$Al_2O_3 - Er_2O_3$	7% em peso	SPS (40 MPa)	1.700 °C	Liang et al.(30)
$Dy_2O_3 - AlN$	10% em volume	LPS	1.950 °C	Santos e Ribeiro(31)
$Yb_2O_3 - AlN$	10% em volume	LPS	2.000 °C	Santos e Ribeiro(31)
$Cr_2O_3 - Al_2O_3 - Y_2O_3$	15% em peso	LPS	1.900 °C	Khodaei et al.(32)
$Al_2O_3 - Dy_2O_3$	10% em volume	LPS	1.900 °C	Ribeiro et al.(33)
$Al_2O_3 - Yb_2O_3$	10% em volume	LPS	1.900 °C	Ribeiro et al.(33)
$Al_2O_3 - Y_2O_3$	10% em peso	LPS	2.000 °C	Lee e Fu(38)
$AlN - Y_2O_3$	10% em peso	LPS	2.080 °C	Simba et al.(39)
$AlN - Y_2O_3$	20% em peso	LPS	2.080 °C	Bondioli et al.(40)
$LaB_6$	26% mol	SPS (40 MPa)	1.880 °C	Yang et al.(41)
$B_4C - C$	5% em peso	SSS	2.000 °C	Feng et al.(42)
$B_4C - C$	6% em peso	SSS	2.300 °C	Zhang et al.(43)

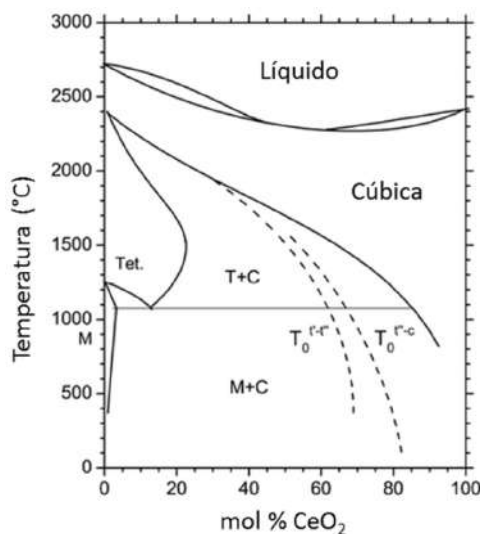
Fonte: Autor

## 2.4 Óxidos de Zircônio e Cério

### 2.4.1 Zircônia e Céria

As cerâmicas do sistema  $ZrO_2 - CeO_2$  possuem estabilidade química e térmica a altas temperaturas e propriedades redução-oxidação (redox), o que confere a estas cerâmicas uma gama de aplicações, tais como sensores de oxigênio, células de combustão, eletrólito para baterias e cerâmicas estruturais (44).

O diagrama de fases zircônia-céria pode ser observado na Figura 10. Para concentrações baixas, o sistema precisa ser levado acima de 1.250 °C para que seja possível a obtenção de um material totalmente tetragonal, ou seja, completamente estabilizado. Porém, acima de 12% molar de céria, para esta mesma temperatura, fases de zircônia tetragonal podem permanecer retidas na matriz cúbica. Neste caso, a zircônia é parcialmente estabilizada e apresenta um aumento substancial na tenacidade à fratura associado a estas fases tetragonais. Trincas podem ocorrer e a tensão local na extremidade de uma trinca induz a transformação martensítica da fase tetragonal em monoclinica, com um consequente aumento de volume. Esse, por sua vez, retém a propagação da trinca retardando a ruptura catastrófica do material. Essa propriedade permite que materiais com determinadas percentagens de zircônia estabilizada sejam empregados em ambientes com ampla variação de temperatura (45).

Figura 10 – Diagrama de Fases  $ZrO_2 - CeO_2$ 

Fonte: Campos(44)

### 2.4.2 Óxido de Zircônio

O óxido de zircônio é um óxido cristalino branco também conhecido como zircônia com uma densidade de aproximadamente  $5,56 \text{ g/cm}^3$ . De acordo com Oliveira(46), a forma mais natural da zircônia ( $ZrO_2$ ), o mineral badeleíta, apresenta estrutura cristalina monoclinica. Na natureza a  $ZrO_2$  pura pode existir em três formas cristalográficas à pressão atmosférica: monoclinica (estável até  $1.170 \text{ }^\circ\text{C}$ ), tetragonal (estável de  $1.170$  a  $2.370 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e cúbica (estável acima de  $2.370 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Contudo é possível estabilizar as fases tetragonal e cúbica à temperatura ambiente através da dopagem da zircônia com outros óxidos metálicos, como  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $Y_2O_3$  e  $CeO_2$  (47).

Em relação à tipologia microestrutural, as cerâmicas policristalinas à base de zircônia são agrupadas em três tipos: *Fully Stabilized Zirconia* (FSZ), Zircônia Totalmente Estabilizada; *Partially Stabilized Zirconia* (PSZ), Zircônia Parcialmente Estabilizada; e *Tetragonal Zirconia Polycrystals* (TZP), Zircônia Tetragonal Policristalina. A FSZ é obtida com grandes adições de estabilizadores, superiores a 8%, a zircônia se encontra na forma cúbica. A PSZ apresenta partículas de zircônia nas formas tetragonal ou monoclinica precipitadas na matriz de zircônia cúbica. Já a TZP é composta principalmente pela fase tetragonal, podendo conter a fase cúbica secundária, sendo este o tipo mais utilizado para aplicação odontológica (47)

A zircônia quando utilizada como aditivo pode otimizar as propriedades de outros óxidos refratários, se adicionada à  $Al_2O_3$ , potencializa as características abrasivas, aumentando também a resistência à flexão, tenacidade à fratura e a resistência à fadiga da matriz cerâmica. Ela também é utilizada com diversas finalidades em vidros, materiais

óticos, joias, biomateriais, blindagens e na indústria aeroespacial (5, 48).

Santos e Costa(14) estudaram o efeito da zircônia na sinterização do  $SiC$  com adições de 5% em volume de  $Al_2O_3 - Y_2O_3$ , e observaram um aumento na densificação dos corpos sinterizados. Este ganho foi atribuído à aditivção secundária da  $ZrO_2$ , e, conseqüentemente, à formação da fase  $ZrC$ . A sinterização em fluxo viscoso sem auxílio de pressão se deu a 1.780 °C. Os materiais com teores de 12% e 16% de  $ZrO_2$ , atingiram uma densidade de 99% e 97% da densidade teórica, respectivamente.

Chai et al.(49) sinterizaram o compósito de cerâmica  $Al_2O_3 - ZrO_2(3Y) - SiC$  utilizando a técnica SPS a vácuo sob 40 MPa de compressão uniaxial entre 1.300 °C e 1.400 °C. O estudo identificou a composição, 22,3vol% $Al_2O_3$  57,7vol% $ZrO_2$  20vol% $SiC$ , como a melhor dessa cerâmica. Para a mesma temperatura de sinterização houve uma melhora na resistência à flexão variando o teor de  $SiC$  de 10 vol% para 20 vol%, entretanto, foi reportada uma queda na resistência quando elevado o teor de  $SiC$  para 25 vol%, devido ao aumento na porosidade dos compósitos cerâmicos. A análise de DRX identificou as fases cristalinas:  $\alpha - Al_2O_3$ ,  $t - ZrO_2$  e  $\beta - SiC$ .

Zhang et al.(50) estudaram a influência da temperatura de sinterização do compósito cerâmico  $ZrO_2(3Y) - Al_2O_3 - SiC_{(w)}$  fabricadas por *Oscillatory Pressure Sintering* (OPS), sinterização com pressão oscilatória. O estudo identificou a temperatura de 1.550 °C como a ideal para a sinterização do compósito empregando o método OPS, uma vez que nessa temperatura as propriedades mensuradas foram mais relevantes. As fases cristalinas identificadas no DRX foram:  $t - ZrO_2$ ,  $m - ZrO_2$ ,  $\alpha - Al_2O_3$ , e  $\beta - SiC$ .

Naga et al.(51) investigaram o efeito da adição de  $SiC$  nas propriedades mecânicas do compósito *Zirconia-Toughened Alumina* (ZTA), alumina tenacificada com zircônia de composição fixa, 85vol% $Al_2O_3$  e 15vol% $ZrO_2$ . O compósito  $ZTA/SiC$  foi sinterizado por HP sob vácuo, sob pressão de 30 MPa a 1.500 até 1.650 °C. Os corpos de prova sinterizados a 1.650 °C apresentaram maior densidade e menor porosidade, assim como maior tenacidade à fratura e resistência à flexão. A análise de DRX identificou as fases cristalinas:  $\alpha - Al_2O_3$ ,  $m - ZrO_2$ ,  $t - ZrO_2$  e  $SiC$ .

### 2.4.3 Óxido de Cério

O Brasil possui a terceira maior reserva de terras raras do mundo, atrás apenas da China e do Vietnã. Entretanto, nosso país não figura entre os principais fornecedores mundiais desta *commodity* (10). Segundo Verde, Santos e Lourenço(52), o fato de parte das reservas nacionais estar em territórios indígenas, além de questões ambientais referentes aos resíduos radioativos presentes em seus minerais, são as principais causas do Brasil ainda ser dependente de importação desses elementos. Dentre os 17 elementos que compõem o conjunto de terras raras, o mais citado em patentes é o cério, seguido do ítrio e do lantânio.

O óxido de cério ( $CeO_2$ ) também conhecido como céria apresenta uma densidade de aproximadamente  $7,13 \text{ g/cm}^3$ . Este óxido foi adequado para a sinterização com fluxo viscoso do  $Si_3N_4$  (15). Como o mecanismo de crescimento de grãos do  $SiC$  é similar ao mecanismo do  $Si_3N_4$  (9) e o  $CeO_2$  apresenta baixa reatividade com o  $SiC$ , ele torna-se uma opção viável de aditivo de sinterização na combinação com a  $Al_2O_3$ , uma vez que a temperatura eutética ( $CeO_2 - Al_2O_3$ ) é relativamente baixa (15).

Liu, Zeng e Jiang(53) investigaram a adição de 2%  $CeO_2$  no  $SiC$  poroso ligado por cordierita ( $Al_2O_3$ , MgO e grafite) sinterizado a  $1.400 \text{ }^\circ\text{C}$ . Observou-se que as propriedades mecânicas das cerâmicas de  $SiC$  porosas foram melhoradas, além disso proporcionou um aumento no tamanho médio dos poros, apresentando uma maior homogeneidade no tamanho dos poros e aprimorando a permeabilidade, os autores também reportaram melhora na resistência ao choque térmico.

Liang et al.(54) estudaram a molhabilidade e a sinterização com fluxo viscoso do  $SiC$  com 7% em peso de  $Al_2O_3 - CeO_2$  como aditivo. O ângulo de molhamento entre o aditivo e o  $SiC$  foi de  $35^\circ$ , comprovando a boa molhabilidade do sistema, uma vez que o referido ângulo é muito inferior a  $90^\circ$ . Os corpos de prova sinterizados a  $1.840 \text{ }^\circ\text{C}$  apresentaram 99% da densidade aparente. Liang et al.(15) estudaram a sinterização com fluxo viscoso sem auxílio de pressão do  $SiC$  com o aditivo  $Al_2O_3 - CeO_2$ , obtendo uma densificação de 99,1% da densidade teórica. Para tal, utilizaram 7% em peso de aditivo e uma temperatura de  $1.840 \text{ }^\circ\text{C}$ . Yuan et al.(55) investigaram a eficiência do sistema  $Al_2O_3 - CeO_2$  na sinterização por Spark Plasma (SPS) do  $SiC$  poroso, constatando a suficiência da utilização de 3,5 % em peso de aditivo para sinterizar o  $SiC$  a uma temperatura de  $1.800 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## 2.5 Propriedades mecânicas

### 2.5.1 Dureza

Segundo Garcia, Spim e Santos(56) a dureza de um material está diretamente relacionada com as forças de ligação atômicas e moleculares, assim como à resistência mecânica e ao escorregamento dos planos atômicos. Os materiais poliméricos possuem uma baixa força de interação molecular, o que os tornam relativamente macios. Os materiais metálicos apresentam uma maior intensidade nas ligações, o que resulta em uma maior dureza quando comparados com os polímeros. Já os materiais cerâmicos, apresentam maior força entre suas ligações atômicas (predominantemente covalentes ou iônicas) tornando-os assim materiais de elevada dureza.

Existem dois tipos de dureza amplamente difundidos, a dureza mineralógica ou "dureza por riscamento", representada na escala Mohs, e a dureza medida por um ensaio de

indentação, como as durezas Brinell, Rockwell, Vickers e Knoop. A dureza por riscamento é considerada semiquantitativa, pois o teste consiste na capacidade de um material ser riscado por outro, os materiais recebem um valor de 1 a 10, sendo que o material com maior valor na escala Mohs é capaz de riscar outros materiais que apresentam valores inferiores. Por sua vez, a dureza, que utiliza um ensaio de indentação, está diretamente relacionada à plasticidade do material, ou seja, essa propriedade corresponde à capacidade de resistir à deformação que a superfície do material apresenta ao ser indentada por um penetrador agudo (57).

O ensaio de dureza com indentação resume-se na aplicação de uma carga padronizada na superfície do material utilizando um penetrador padrão, produzindo assim uma impressão do indentador. O cálculo da dureza é realizado com base nas características da impressão, área ou profundidade, sendo baseado na tensão necessária do indentador para superar a resistência superficial do material (56). Os ensaios de dureza utilizados nesse estudo, Vickers, Knoop e Rockwell, serão abordados com maior detalhe ao longo deste item.

Nas metodologias das durezas Vickers e Knoop, um indentador piramidal com ponta de diamante (Figura 11) é forçado contra o corpo de prova, com a finalidade de realizar uma impressão, que é medida com auxílio de um microscópio ótico (ou um conjunto de lentes) acoplados ao equipamento, permitindo que a dureza seja calculada (58, 59). A indentação Vickers exibe aparência de um losango regular. A média das diagonais é utilizada para determinar a dureza, sendo o valor dado pela relação entre a força aplicada e a área da superfície impressa, conforme a Equação 2.2 (60):

$$HV = 0,0018544 \cdot \frac{P}{d^2} \quad (2.2)$$

Onde: HV é dado em GPa

P = Força aplicada (N), e

d = Comprimento médio das duas diagonais impressas (mm).

A impressão realizada pelo indentador Knoop apresenta forma de losango com razão entre largura (b) e comprimento (l) de 1:7, portanto, é medida apenas sua diagonal maior. A dureza é calculada através da Equação 2.3. Assim, quanto maior a área da impressão, menor a dureza (61).

$$HK = 0,014229 \cdot \frac{P}{d^2} \quad (2.3)$$

Onde: HK é dado em GPa

P = Força aplicada (N), e

$d$  = Comprimento da maior diagonal impressa (mm).

O ensaio de dureza Rockwell é um dos métodos mais utilizados na indústria para medir dureza de um material, pois não exige nenhuma habilidade do operador. Esta dureza lida com diferentes tipos de indentadores (Figura 11) como esferas de aço ou carbeto de tungstênio, com diâmetros de 1,59 mm (0,06 in); 3,18 mm (0,13 in); 6,35 mm (0,25 in) ou 12,70 mm (0,50 in) e um indentador esfero-cônico de diamante. Como o ensaio permite a utilização de diferentes indentadores e cargas ele possui diferentes escalas (62), possibilitando o ensaio de praticamente todos os tipos de materiais, sendo os metálicos os mais ensaiados.

A metodologia do ensaio consiste em pressionar um indentador sob condições específicas na superfície do material em teste para medir a diferença na profundidade da indentação quando a força no penetrador é aumentada de uma pré-carga para uma força de teste total e então retornada à pressão inicial (62).

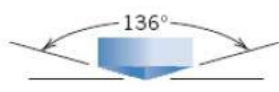

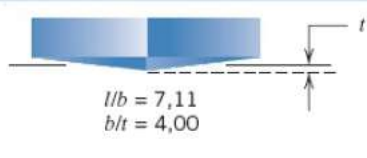
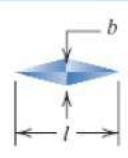
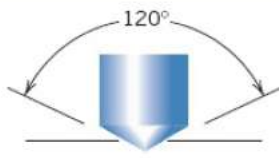



Ensaio	Indentador	Forma da Indentação	
		Vista Lateral	Vista Superior
Microdureza Vickers	Pirâmide de diamante		
Microdureza Knoop	Pirâmide de diamante		
Rockwell e Rockwell Superficial	{ <ul style="list-style-type: none"> <li>Cone de diamante; esferas de aço com diâmetros de <math>\frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2}</math> in</li> </ul> }	 	 

Figura 11 – Indentadores de ensaio de dureza

Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch(58)

Alguns resultados de durezas do SiC encontrados na literatura estão dispostos na Tabela 5. Os aditivos foram empregados nas quantidades entre 1,5 e 40% em peso.



Tabela 5 – Valores de dureza do SiC reportados na literatura

Rockwell A (HRA)	Dureza Vickers (GPa)	Dureza Knoop (GPa)	Compósito	Referência
	15,6 ~ 20,1 (HV1)		$SiC - Al_2O_3 - Y_2O_3$	Liu, Tuan e Chen(4)
	23,2 (HV1)		$SiC - B - C$	Liu, Tuan e Chen(4)
	24,3 ~ 25,2 (HV1)	19,5 ~ 20,8 (HK1)	$SiC - Al_2O_3 - Y_2O_3$	Saleiro et al.(11)
	28,19		$SiC - Cr_2O_3 - Al_2O_3 - Y_2O_3$	Khodaei et al.(32)
64,8 ~ 85,6	20,7 ~ 23,2 (HV0,2)	22,1 ~ 26,4 (HK0,2)	$SiC - Al_2O_3 - Y_2O_3 - LAS$	Carvalho(37)
	27,1 (HV120)		$SiC - B_4C - C$	Feng et al.(42)
	27 ~ 33 (HV1)		$SiC - B_4C - C$	Zhang et al.(43)
91	23 ~ 24 (HV0,5)		Não informado	Medvedovski e Sarkar(63)
65 ~ 78			$SiC - Al_2O_3$	Medvedovski e Sarkar(63)
76 ~ 78			$SiC - Si_3N_4 - Al_2O_3$	Medvedovski e Sarkar(63)
50 ~ 60			$SiC - SiO_2 - Al_2O_3$	Medvedovski e Sarkar(63)
93			Não informado	Hu et al.(64)

Fonte: Autor

## 2.5.2 Tenacidade à Fratura

Segundo Garcia, Spim e Santos(56), o ensaio de tenacidade à fratura permite que se compreenda o comportamento dos materiais que contêm trincas ou outros defeitos internos de pequenas dimensões pela análise da máxima tensão que um material pode suportar na presença desses defeitos. Existem varias técnicas para determinação da  $K_{Ic}$ , tais como SENB (*Single Edge Notched Beam*), CNB (*Chevron Notched Beam*) e SEVNB (*Single Edge V-Notched Beam*). Todavia, necessitam de procedimentos experimentais complexos (como retificação, planaridade, bem como de um pré entalhe), portanto, o método a ser adotado será o IF (*Indentation Fracture - Fratura por Indentação*), também conhecido como DCM (*Direct Crack Measurement - Medida Direta de Trinca*), que faz uso de procedimentos mais simples (7).

De acordo com Rao et al.(65), a aferição da  $K_{Ic}$  é baseada principalmente nas fissuras geradas na extremidade da indentação Vickers. Na Figura 12, pode-se observar os sistemas de trincas típicos no teste de fratura por indentação Vickers. As trincas formadas conectadas às arestas da indentação são chamadas de trinca radial mediana (Figura 12(a)), enquanto as trincas destacadas do canto da indentação são nomeadas como trincas Palmqvist (Figura 12(b)). Para cada tipo de trinca existe uma equação para se calcular  $K_{Ic}$ . A Equação 2.4 é utilizada para trincas tipo radial mediana, já a Equação 2.5 é utilizada para trincas Palmqvist. Tem-se que "a" é a metade da diagonal, "c" e "l" são os comprimentos de fissura iniciados no centro e na ponta da indentação, respectivamente. Assim, os tipos de trincas na extremidade da indentação devem ser determinados em primeiro lugar (65).

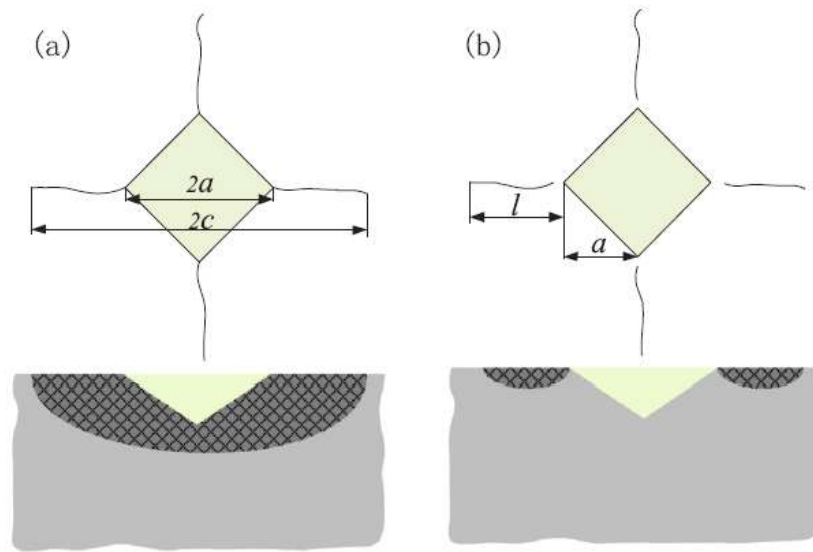


Figura 12 – Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers: (a) trinca radial mediana e (b) trinca de Palmqvist.

Fonte: Rao et al.(65)

$$K_{Ic} = 0,0154 \cdot \left( \frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \cdot \frac{P}{c^{3/4}} \quad (2.4)$$

$$K_{Ic} = 0,0089 \cdot \left( \frac{E}{H_v} \right)^{2/5} \cdot \frac{P}{a \cdot l^{1/2}} \quad (2.5)$$

Como o perfil de trincas induzidas por indentação são dependentes da carga aplicada assim como das propriedades do material ensaiado, Liang, Orange e Fantozzi(66) desenvolveram uma formula universal (Equação 2.6) que independe da carga aplicada e o tipo de trinca gerada.

$$\left( \frac{K_{Ic} \phi}{H a^{1/2}} \right) \left( \frac{H}{E \phi} \right)^{0,4} \alpha = \left( \frac{c}{a} \right)^{(c/18a)-1,51} \quad (2.6)$$

onde  $\alpha$  é dado por:

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

A Tabela 6 contém alguns resultados de tenacidade à fratura encontrados na literatura para o SiC. Os aditivos foram empregados nas quantidades entre 1,5 e 40% em peso.

Tabela 6 – Tenacidade à fratura do SiC

Tenacidade à fratura (MPa.m <sup>0,5</sup> )	Compósito	Referência
2,7	<i>SiC – B – C</i>	Liu, Tuan e Chen(4)
3,8 ~ 4,6	<i>SiC – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	Liu, Tuan e Chen(4)
6,2	<i>SiC – Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	Khodaei et al.(32)
3,1 ~ 6,12	<i>SiC – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	Gonçalves(35)
4,9	<i>SiC – B<sub>4</sub>C – C</i>	Feng et al.(42)
3,1 ~ 3,7	<i>SiC – B<sub>4</sub>C</i>	Zhang, Yamashita e Kita(43)
3,1 ~ 3,3	Não informado	Medvedovski e Sarkar(63)
4,0	Não informado	Hu et al.(64)
3,12 ~ 3,42	<i>SiC – B<sub>4</sub>C – C</i>	Jiang e Zhang(67)

Fonte: Autor

### 2.5.3 Ensaio de Flexão

O ensaio de flexão é bastante utilizado pela indústria cerâmica, pois fornece dados quantitativos da deformação dos materiais quando sujeitos a cargas de flexão. Em contrapartida, o mesmo impõe sobre a seção transversal da amostra níveis de tensões tratativas, compressivas e cisalhantes ao mesmo tempo, diferentemente dos ensaios de tração, compressão e torção que aplicam ao corpo de prova exclusivamente tensões normais (56).

O ensaio de flexão resume-se na aplicação de uma carga crescente em um ponto determinado de um corpo de prova padronizado, o qual deve estar acondicionado conforme o tipo de ensaio a ser realizado (56), podendo ser: ensaio em vigas engastadas, ensaio em três pontos, ensaio em quatro pontos e flexão biaxial (*ball on three ball- B3B*), ilustrados na Figura 13. O ensaio em vigas engastadas (Figura 13a) consiste em engastar uma das extremidades do corpo de prova e aplicar a carga na outra; no ensaio de flexão em três pontos (Figura 13b) o corpo de prova em forma de barra é apoiado nas extremidades e uma força é infligida no centro da amostra; Por sua vez, no ensaio de flexão em quatro pontos (Figura 13c), a amostra em formato de barra é apoiada nas extremidades e a carga é aplicada em dois pontos na região central do corpo de prova, separadas por uma distância padronizada (56). No ensaio de flexão B3B (Figura 13d) três esferas suportam a amostra e uma quarta esfera é posicionada sobre o corpo de prova. A carga é realizada na esfera central e através de uma pequena área de contato é transferida para o corpo de prova (68).

O contato de quatro pontos propicia ao B3B uma transferência de carga uniforme, permitindo pequenos empenamentos e desvios na planicidade na superfície das amostras de até 16%. A interferência do atrito é consideravelmente reduzida quando comparada aos suportes fixos, uma vez que as três esferas de carregamento giram conforme a amostra é flexionada (68). A Equação 2.8 é utilizada para calcular a resistência à flexão ( $\sigma$ ) em MPa pelo método B3B, com o auxílio das Equações 2.9 e 2.10.

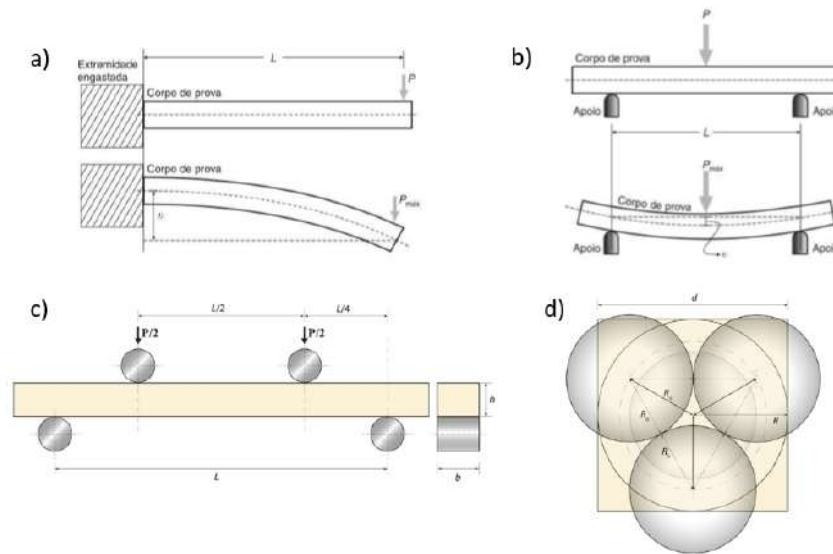


Figura 13 – Esquema de configuração do dispositivo de flexão (a) vigas engastadas, (b) em três pontos, (c) em quatro pontos e (d) B3B (disco e placa).

Fonte: Adaptado de Garcia, Spim e Santos(56) e Wendler et al.(68)

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

Onde:  $\sigma$  é dado em MPa,

$P$  é a carga total que causa a fratura (N), e

$b$  é a espessura do corpo de prova (mm).

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

$$Y = (1 + \nu)\ln(r_1/r_3)^2 + (1 - \nu)(r_1/r_3)^2 \tag{2.10}$$

Onde:  $\nu$  é o coeficiente de Poisson,

$r_1$  é o raio do círculo de suporte (mm),

$r_2$  é o raio da área carregada (mm), e

$r_3$  é o raio da amostra (mm).

Alguns resultados de resistência à flexão do SiC encontrados na literatura estão dispostos na Tabela 7. A temperatura utilizada variou de 1850 °C a 2200 °C, enquanto o percentual em peso de aditivos foi estabelecido na faixa de 5 e 15.

Tabela 7 – Resistência à flexão do SiC

Resistência à flexão (MPa)	Ensaio	Compósito	Referência
317	flexão de quatro pontos	$SiC - B - C$	Liu, Tuan e Chen(4)
365 ~ 537	flexão de quatro pontos	$SiC - Al_2O_3 - Y_2O_3$	Liu, Tuan e Chen(4)
348,4	flexão de três pontos	$SiC - B_4C - C$	Feng et al.(42)
400	Não informado	Não informado	Hu et al.(64)
465 ~ 520	flexão de três pontos	$SiC - B_4C - C$	Jiang e Zhang(67)

Fonte: Autor

## 2.6 Proteção Balística

Com a crescente evolução dos projéteis, de modo geral os materiais não apresentam todas as propriedades necessárias para resistir ao evento balístico (5), isto posto, a blindagem multicamada ou mista surgiu como solução. O sistema de blindagem mista consiste na combinação de dois ou mais materiais que apresentam propriedades distintas e complementares, a fim de impedir o avanço do projétil. A blindagem mista pode ser dividida em duas camadas: a primeira é geralmente composta por materiais cerâmicos e a segunda usualmente é composta por materiais dúcteis como os polímeros e metais. O objetivo da primeira camada é fragmentar a ponta ou o projétil como um todo, dissipando boa parte de sua energia. Por conseguinte, a segunda camada, possui a função de absorver a energia cinética residual do projétil e dos fragmentos da primeira camada provenientes do impacto balístico (4, 5).

A principal função da blindagem é impedir que o projétil atinja o corpo humano (69). Entretanto, devido à abrangência dos critérios de design dos sistemas de proteção, não se pode considerar um “melhor” material para todas as aplicações. Diversos parâmetros devem ser avaliados ao se selecionar os materiais para o sistema de blindagem, como o peso, o nível de proteção pretendida e seu custo (5, 69). Dentre os materiais cerâmicos utilizados para a proteção balística, o  $Al_2O_3$  apresenta o menor custo de produção, seguida do SiC e do  $B_4C$ . Entretanto, as propriedades do  $Al_2O_3$  são inferiores às dos demais materiais, restringindo sua utilização à blindagem de calibres leves (4, 5). O  $B_4C$  possui as melhores propriedades mecânicas, porém seu custo de fabricação é elevado, apresentando também baixo desempenho a múltiplos impactos (4). Por sua vez, o  $SiC$  apresenta propriedades mecânicas superiores às do  $Al_2O_3$  e custo inferior ao  $B_4C$ , o que permite combinar boas propriedades a um custo mais baixo. Com isso, o  $SiC$  tornou-se um dos materiais mais utilizados em pesquisas de sistemas de blindagem (4, 5).

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Materiais utilizados

O *SiC* utilizado no presente trabalho, foi o SIKA<sup>®</sup> SINTEX 15C produzido pela Fiven, cuja denominação no presente trabalho será 15C. Conforme informação do fabricante, o pó apresenta aproximadamente 98% de pureza, ele contém ainda: 0,75% de SiO<sub>2</sub> livre; 0,05% de Si livre; e 0,20% de C livre; com um total de 0,85% de Oxigênio. Apresenta também uma área superficial de 15 m<sup>2</sup>/g e pH entre 6-7.

O aditivo utilizado ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) foi fornecido pela empresa Cetarch. Segundo o fabricante, o pó contém cerca de 75% de  $ZrO_2$  com 90% de pureza e 25% de  $CeO_2$  com aproximadamente 87% de pureza.

O pó de SiC utilizado como referência foi o SIKA<sup>®</sup> Densitec-L produzido pela Fiven, denominado nesse trabalho como Densitec. Esse pó comercial é uma mistura de SiC aditivado com 9% em peso de  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$ . Ele possui 6% de ligante e uma densidade de 3,21 g/cm<sup>3</sup>, a temperatura de sinterização sugerida pelo fornecedor é de 1930 °C, com permanência no patamar de 30 a 60 min (70).

### 3.2 Caracterização dos pós

#### 3.2.1 Difração de raios X

A identificação das fases cristalinas dos pós conforme recebidos foi determinada por difração de raios X (DRX, radiação Co K $\alpha$ ), o equipamento usado foi da PANalytical, modelo X'Pert Pro, pertencente ao IME. Para o pó de *SiC*, utilizou-se uma tensão de 40 kV e corrente de 40 mA. O tempo de coleta foi de 1s e a faixa de varredura foi de 20–80° com passe de varredura de 0,05°. Para o aditivo, utilizou-se a mesma tensão, corrente e faixa de varredura citadas anteriormente, alterando-se o tempo de coleta, que foi de 150 s, e o passe de varredura de 0,06°.

O método de Rietveld foi a técnica empregada para produzir a análise quantitativa das fases presentes. Os dados foram tratados no software TOPAS Academic, versão 4.1 na UERJ.

#### 3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As morfologias dos pós conforme recebidos foram identificadas no microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo, pertencente ao IME. Tal equipamento foi

produzido pela FEI Company e é do modelo Quanta FEG 250. As especificações utilizadas foram: tensão de 5 e 25 kV; distância de trabalho com variação de 4,1 a 9,4 mm; tempo de coleta de 30  $\mu s$ ; e magnificação com variação de 5.000 a 40.000 vezes. As imagens foram geradas utilizando elétrons secundários e retroespalhados.

Fitas de carbono dupla face auxiliaram a acomodação do pó no *stub*. Realizou-se recobrimento de ouro (Au) no aditivo, entretanto, não foi realizado recobrimento no pó de SiC. O recobrimento no aditivo se deu por 1 min, a uma altura de 70 mm no evaporador Leica EM ACE 600, de propriedade do IME.

### 3.2.3 Distribuição granulométrica

O ensaio de distribuição granulométrica foi realizado por um analisador de partículas a laser CILAS 1064 L ((0,4 a 500  $\mu m$ ) pertencente ao INT. O meio utilizado para a dispersão dos pós foi água destilada.

### 3.2.4 Densidade aparente

A densidade dos pós conforme recebido foi obtida por picnometria com gás hélio pertencente ao IPqM. O pó foi acondicionado em uma câmara de 11  $cm^3$  no interior do aparelho (picnômetro Micromeritics AccuPyc 1330), onde foram realizadas dez medições. Segundo Baux et al.(71), é realizada uma média da densidade aparente do pó em análise, provendo, assim, um resultado mais próximo do valor real. Cada pó foi ensaiado 3 vezes, totalizando trinta medições de cada pó.

## 3.3 Processamento

### 3.3.1 Produção das misturas

A aditivação do carbetto de silício foi de 1, 5 e 15% em peso, pois é uma faixa bem fundamentada na literatura (72). A Tabela 8 apresenta a nomenclatura e a respectiva composição de cada mistura, sendo que a composição M0 não possui aditivos, apenas SiC e ligante. Utilizou-se duas metodologias no preparo das amostras. A primeira, se deu conforme Saleiro(36) e foi empregada para todas as misturas apresentadas na Tabela 8. A homogeneização de 20 g de cada mistura, com 4% em peso de PEG 400 como ligante, ocorreu em solução de 20% de volume em água destilada. Para esse processo, utilizou-se agitador magnético QUIMIS, modelo 261M22, com velocidade de 250 rpm por 12 horas. Posteriormente, as misturas foram levadas à estufa, ELKA, a fim de realizar sua secagem, onde permaneceram por 24 horas sem controle de atmosfera a 100 °C. Em seguida, as mesmas foram cominuídas com gral e pistilo e peneiradas, visando realizar a

desaglomeração. Para tanto, utilizou-se uma peneira Granutest de 250  $\mu\text{m}$  acoplada a um agitador de peneiras, PRODUTEST, modelo TWB.

A segunda metodologia utilizada foi a mesma empregada pela empresa Cetarch na fabricação de suas peças cerâmicas e foi adotada somente para as misturas M1, M5 e M15, especificadas na Tabela 8. Inicialmente homogeneizou-se 20g de cada mistura em uma solução de aproximadamente 75% em peso de álcool etílico 99%. Para tal utilizou-se o agitador mecânico RW20.n da Ika Labortechnik, com velocidade de 1100 rpm por 2 horas. Em seguida a solução foi despejada em uma bandeja para facilitar o processo de secagem, utilizou-se um secador Stanley, modelo STXH2000, para minimizar o tempo de secagem a fim de evitar a segregação dos pós, uma vez que há uma diferença considerável na densidade de ambos. Após a secagem utilizou-se um pincel para desaglomerar e desprender o pó das paredes da bandeja, posteriormente foi adicionado 10% em peso de ligante (solução à base de PVA, fornecido pela empresa), o mesmo foi aspergido sobre o pó e homogeneizado com a ajuda de uma espatula de silicone e uma peneira (mesh 24). Não foi produzida a mistura M0 utilizando esta metodologia. Todos equipamentos citados nas duas metodologias pertencem ao IME.

Tabela 8 – Composição das misturas

Mistura	SiC (%)	Aditivo (%)	SiC (g)	Aditivo (g)
M0	100,0	0	20,0	0
M1	99,0	1	19,8	0,2
M5	95,0	5	19,0	1,0
M15	85,0	15	17,0	3,0

Fonte: Autor

### 3.3.2 Produção corpos verdes

Como na produção das misturas foram utilizados métodos distintos, algumas etapas na produção dos corpos verdes apresentaram variações. Para a conformação dos corpos de prova provenientes da primeira metodologia de preparo foram realizados testes de compactação para determinar uma pressão e percentual de ligante adequado para o processo, que resultaram em duas curvas de Densidade (%) X Pressão (MPa). As curvas foram traçadas a partir da pressão de compactação em função do percentual de densificação, que é a razão da densidade geométrica do corpo verde ( $\rho_v$ ) sobre a densidade teórica ( $\rho_t$ ), sendo essa calculada através da regra da mistura.

$$\rho_v = \text{Massa}/\text{Volume} \quad (3.1)$$

$$\text{Densidade}(\%) = \rho_v/\rho_t \quad (3.2)$$



A prensagem adotada para todos os corpos verdes foi a uniaxial a frio, com pressão de compactação de 56 MPa e uma matriz de 15 mm de diâmetro. Para a confecção dos corpos verdes oriundos da primeira metodologia de preparo utilizou-se 1,5 g de cada mistura já desaglomerada. Foram confeccionados cinco corpos verdes de cada mistura (M0, M1, M5 e M15), esse grupo foi denominado 1900. Já para os corpos verdes procedentes da segunda metodologia de preparo foram realizadas duas prensagens. A primeira seguiu os mesmos parâmetros dos corpos verdes 1900 e foram denominados como 2000. Na segunda prensagem, com o intuito de confeccionar corpos de prova para o ensaio de flexão biaxial, houve variação de massa (0,8 g) e quantidade de corpos verdes (dez amostras). Esse grupo foi denominado como 2100.

Após a prensagem dos corpos verdes das misturas da segunda metodologia de preparo foi necessário a retirada de umidade das peças, essa etapa se deu em uma estufa ELKA por 4 horas. A fim de evitar uma secagem de forma abrupta, os corpos verdes permaneceram por 1 hora a 40°C, 30 min a 50°C, 45 min a 60°C, 45 min a 70°C e 1 hora a 80°C.

A Tabela 9 apresenta alguns resultados de prensagem encontrados na literatura.

Tabela 9 – Dados prensagem do SiC

Massa (g)	Dimensões (mm)	Uniaxial (MPa)	Isostática (MPa)	Densidade (%)	Referência
-	58 x 58 x 11,5	130	-	-	Liu, Tuan e Chen(4)
5,0	19,87*	30	300	60	Santos e Costa(14)
-	-	20	200	-	Liang et al.(15)
60	37 <sup>®</sup>	55	-	-	Saleiro et al.(11)
-	-	60	200	-	Liang et al.(30)
-	15*	60	300	-	Santos e Ribeiro(31)
-	-	90	-	-	Khodaei et al.(32)
-	6*	-	200	-	Ribeiro et al.(33)
-	20 x 6 x 60	30	100	-	Simba et al.(39)
-	-	70	-	-	Bondioli et al.(40)
-	37 x 6,5 x 6	100	200	-	Feng et al.(42)
-	-	9,8	196	-	Zhang, Yamashita e Kita(43)
-	5 x 10 x 50	56	-	-	Liu, Zeng e Jiang(53)
-	20*	175	-	-	Carvalho(37)
2	15*	33	250	54,11	Gonçalves(35)

\*Diâmetro da matriz circular; <sup>®</sup> aresta matriz hexagonal.

Fonte: Autor

### 3.3.3 Densidade dos corpos verdes

A densidade dos corpos verdes foi mensurada através da medida de densidade geométrica relacionada à razão massa/volume. O volume foi determinado com o auxílio de

um micrômetro Mitutoyo e a massa na balança Marte, modelo AD3300, ambos pertencentes ao IME. Foram realizadas três medições das dimensões, altura e diâmetro, de cada corpo verde.

### 3.3.4 Sinterização

A sinterização de cada grupo (1900, 2000 e 2100) se deu em duas etapas, afim de evitar contaminação do forno Thermal Technology Inc.-High Temperature Experts que possui cadinho e elementos de aquecimento em grafite na etapa de retirada dos ligantes. A primeira foi comum para todos os grupos, já na segunda, foram adotadas variações. Para tal, foram utilizados dois fornos pertencentes à UFRGS: no forno termoelétrico tubular horizontal Sanchis (Figura 14a) foi realizada a retirada do ligante, assim como uma pré sinterização. O segundo forno, Thermal Technology Inc.-High Temperature Experts, modelo 1000-3560-FP20 (Figura 14b), com temperatura máxima de 2650°C, foi utilizado para a sinterização. Um pó de *SiC* com maior granulometria ( $\phi > 250 \mu\text{m}$ ) foi empregado como leito de pó na sinterização, que se deu nas seguintes etapas:

a) Retirada do ligante e pré sinterização:

- Aquecimento do forno de 25°C até 400°C à taxa de 10°C/min;
- Patamar de aquecimento de 400°C por 30 min;
- Aquecimento do forno de 400°C até 1100°C à taxa de 10°C/min;
- Patamar de aquecimento de 1100°C por 30 min;
- Resfriamento do forno por inércia;

b) Sinterização:

- Aquecimento do forno de 25°C até 1100°C à taxa de 20°C/min;
- Aquecimento do forno de 1100°C até 1500°C à taxa de 10°C/min;
- Aquecimento do forno de 1500°C até patamar de sinterização à taxa de 5°C/min;

Para as misturas 1900:

- Patamar de sinterização de 1900°C por 60 min.
- Resfriamento do forno de 1900°C até 25°C à taxa de 30°C/min;

Para as misturas 2000:

- Patamar de sinterização de 2000°C por 60 min.
- Resfriamento do forno de 2000°C até 25°C à taxa de 30°C/min;

Para as misturas 2100:

- Patamar de sinterização de 2100°C por 45 min.
- Resfriamento do forno de 2100°C até 25°C à taxa de 30°C/min;

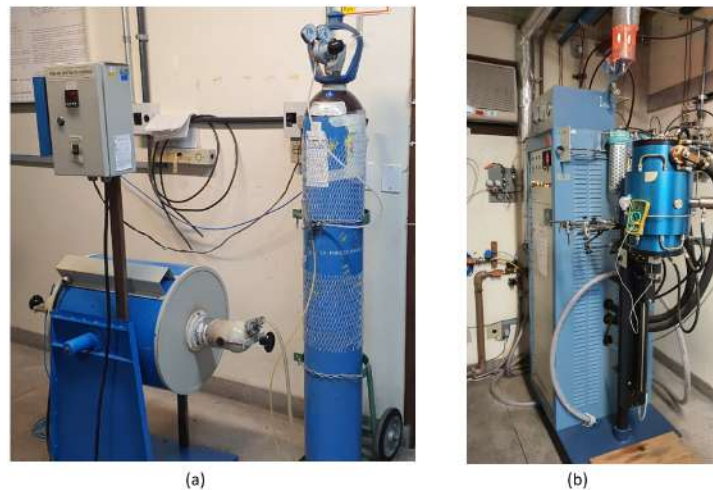


Figura 14 – (a) Forno tubular Sanchis, (b) Forno Thermal Technology

Fonte: Autor

## 3.4 Caracterização das propriedades físicas

### 3.4.1 Difração de raios X

Realizou-se DRX das amostras após a sinterização para identificar as fases presentes. Os parâmetros e o equipamento utilizados foram os mesmos do pó de SiC. O método de Rietveld também foi empregado nas amostras sinterizadas para produzir uma análise quantitativa das fases presentes.

### 3.4.2 Densidade e Porosidade

A densidade e porosidade foram mensuradas com base no princípio de Arquimedes, amparada pela norma ABNT NBR 16661:2017 - Materiais refratários densos conformados - Determinação do volume aparente, volume aparente da parte sólida, densidade de massa

aparente, densidade aparente da parte sólida, porosidade aparente e absorção. Entretanto, esta norma permite a realização apenas nos corpos de prova que não possuem delaminações e trincas aparentes. As amostras que apresentaram tais defeitos a densidade aferida foi a densidade geométrica.

### 3.4.3 Retração e perda de massa

As medidas de contração e perda de massa foram realizadas através da comparação das massas e volume dos corpos verdes com os corpos de prova já sinterizados. Para aferição das medias foi utilizado um micrômetro Mitutoyo e uma balança Marte (modelo AD3300) para as aferições das medidas.

### 3.4.4 Preparação ceramográfica

As amostras de *SiC* foram preparadas conforme trabalhos anteriores do grupo de pesquisa do IME (37, 35, 36). As peças sinterizadas à 1.900°C e 2.000°C foram cortadas por um disco diamantado acoplado em uma Miniton Struers, embutidas em resina, desbastadas por 4 lixas (120 grit, 74  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$  e 9  $\mu\text{m}$ ) e polidas em pano com pastas de diamante (9  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  e 1/4  $\mu\text{m}$ ), já as sinterizadas a 2.100°C foram apenas desbastadas e polidas como as amostras dos grupos 1900 e 2000, para tal utilizou-se uma lixadeira/politriz Aropol VV da Arotec, no Laboratório de Metalografia do IME. Segundo Gonçalves et al.(12), esta etapa é fundamental para avaliar a dureza e a tenacidade à fratura, pois para ambas técnicas, é necessária uma superfície especular com rugosidade de aproximadamente 0,1  $\mu\text{m}$ .

### 3.4.5 Microscopia Eletrônica de Varredura

Após preparação ceramográfica, a morfologia do material sinterizado, assim como a sua superfície de fratura, foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura já especificado anteriormente.

## 3.5 Caracterização das propriedades mecânicas

### 3.5.1 Dureza Rockwell A

Os ensaios de Dureza Rockwell A foram realizados conforme trabalho anterior do grupo de pesquisa do IME (37), em conformidade com a norma ASTM E18-20. Os ensaios foram realizados no durômetro Sussen Wolpert tipo Testor HT1a.

### 3.5.2 Dureza Vickers e Knoop

Os ensaios de Dureza Vickers (HV) foram realizados conforme trabalhos anteriores do grupo de pesquisa do IME (36, 35), em conformidade com a norma ASTM C 1327-15. Assim como Saleiro(36), os ensaios de Dureza Knoop (HK) foram realizados com base na norma ASTM C 1326-13. Os ensaios foram realizados utilizando o microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G, pertencente ao IME.

### 3.5.3 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ) foi determinada por intermédio dos modelos formulados por Niihara(73) e Liang, Orange e Fantozzi(66), conforme trabalhos anteriores do grupo de pesquisa do IME (7, 36, 35). Utilizou-se o microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G, pertencente ao IME.

### 3.5.4 Flexão biaxial

Os ensaios de flexão biaxial foram realizados baseados na norma ISO 6872-2015, apenas nas amostras do grupo 2100. O equipamento utilizado nos ensaios foi a Máquina Universal de Ensaio EMIC DL10000 acoplado com dispositivo de flexão biaxial B3B, pertencente ao IME. Na Figura 15 pode-se observar tais unidades.



Figura 15 – Máquina Universal de Ensaio com o dispositivo de ensaio de flexão biaxial B3B.

Fonte: Autor

### 3.5.5 Corpos de prova para ensaio balístico

Para o ensaio balístico, apresentado no item 3.5.6, foram confeccionadas 7 placas hexagonais de *SiC* com a mistura M15, uma vez que apresentou melhor resultado na caracterização dos materiais sinterizados. Para tal, foi utilizada uma matriz hexagonal com 28 mm de aresta. Todavia, apenas 4 placas de M15 e 3 placas de Densitec foram sinterizadas devido à capacidade do forno.

### 3.5.6 Ensaio balístico

As placas hexagonais foram avaliadas através do ensaio balístico de profundidade de penetração no MDF, executado no Laboratório de ensaios balísticos do IME.

Para os testes balísticos, foi utilizado um rifle de pressão Airforce Texan com um supressor de ruído Padrão Armas. O projétil, de chumbo, possui calibre .45 e uma massa estimada de 14,4 g. Para a determinação da energia de impacto, um cronógrafo balístico Air Chrony modelo MK3, com precisão de 0,15 m/s, foi usado para medir a velocidade do impacto.

O rifle de ar foi posicionado a 5 m de distância do alvo (Figura 16), consistindo em uma placa hexagonal de *SiC* apoiado a uma placa de MDF e alinhado perpendicularmente ao rifle. As chapas de MDF foram utilizadas como anteparos, pois o MDF é um material homogêneo, plano e denso. O cronógrafo balístico foi colocado a 10 cm antes do alvo.



Figura 16 – Sistema utilizado para os ensaios balísticos

Fonte: Autor

### 3.5.7 Análise estatística

A análise estatística utilizada foi a de variância ANOVA complementada pelo teste de Tukey, e foram realizadas utilizando o Minitab Statistical Software.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Caracterização dos pós

#### 4.1.1 Fases cristalinas

Para identificação das fases cristalinas foi realizado DRX em todos os pós como recebidos. Na Figura 17 estão apresentados os difratogramas dos pós utilizados neste estudo.

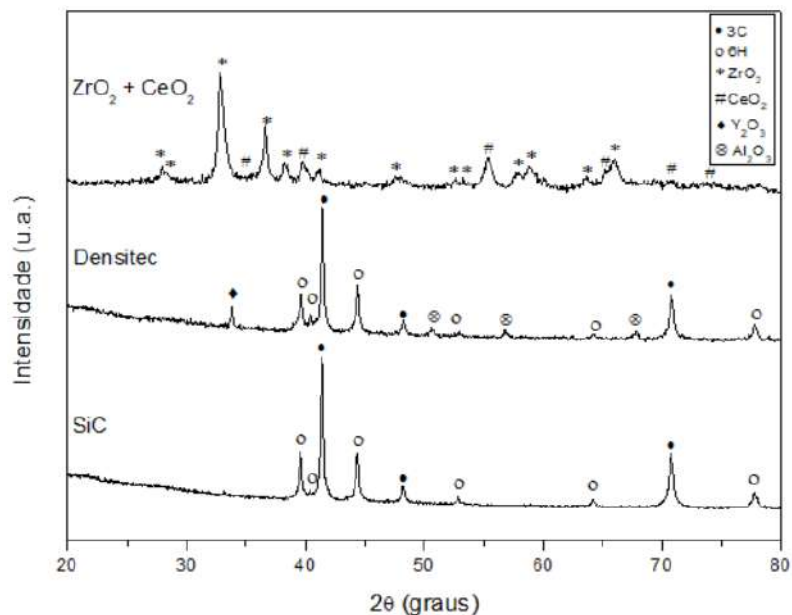


Figura 17 – Difratograma dos pós conforme recebidos

Fonte: Autor

O presente estudo utilizou o método de Rietveld para a quantificação de fases dos pós como recebidos, com a exceção do pó comercial Densitec. Conforme demonstrado na Tabela 10 e nas Figuras 52 e 53, o pó de *SiC* 15C apresenta dois dos polítipos mais comuns, 6H ( $\alpha$  - *SiC*) e 3C ( $\beta$  - *SiC*), com a predominância do primeiro. O fornecedor não especifica qual *SiC* está presente no pó.

Ao analisar o pó de aditivo conforme recebido pode-se verificar que o mesmo possui 72,7% de Baddeleyite ( $ZrO_2$ ) e 27,3% de Cerianite ( $CeO_2$ ), resultado que confirma as informações passadas pelo fornecedor (75%  $ZrO_2$  e 25%  $CeO_2$ ) conforme descrito no item 3.1. A curva azul nas Figuras 52 e 53 indica os dados experimentais e a vermelha, os dados calculados. A linha cinza mostra a diferença entre os dados experimentais e



calculados. Como se pode notar, essa diferença foi pequena, levando a um menor desvio na quantificação das fases.

Tabela 10 – Percentuais das fases cristalinas encontradas na análise de Rietveld dos pós de *SiC* 15C e *ZrO<sub>2</sub> – CeO<sub>2</sub>* como recebidos

<i>Pó</i>	<i>Fase Cristalina</i>	<i>Percentual</i>
15C	3C	29,2
	6H	70,8
Aditivo	Baddeleyite	72,7
	Cerianite	27,3

Fonte: Autor

### 4.1.2 Morfologia

Conforme pode ser observado na micrografia apresentada na Figura 18, o aditivo apresenta duas populações, com tamanhos de partículas distintos. As análises de EDS (Figura 63) são compatíveis com a análise obtida pelo método de Rietveld. Uma vez que esse método mostrou um percentual maior do elemento zircônio em relação ao elemento cério. Avaliando a análise de EDS apresentada na Figura 19, é possível identificar a dispersão dos elementos Zr e Ce, aparentemente as maiores partículas presentes no pó são de céria.

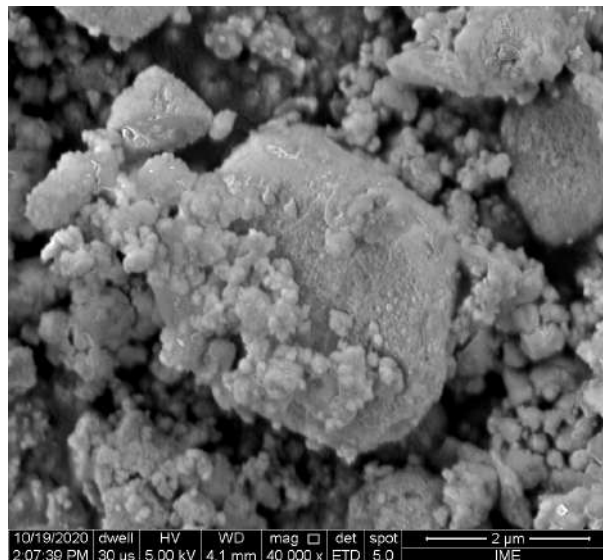


Figura 18 – Imagem obtida em MEV do pó de aditivo conforme recebido, com aumento de 40.000X, por elétrons secundários

Fonte: Autor

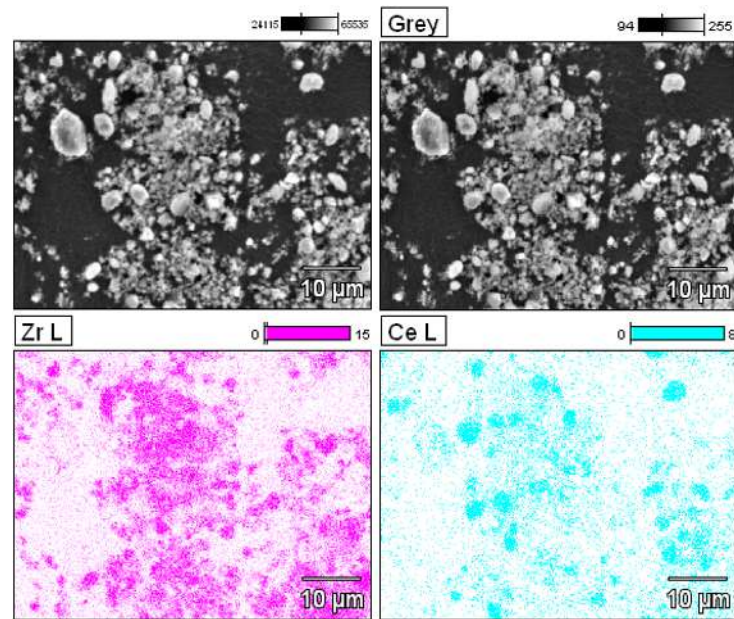


Figura 19 – Análise de EDS do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido, magnificação 2.200x

Fonte: Autor

Analisando a micrografia da Figura 20, verifica-se que o pó de  $SiC$  15C conforme recebido apresenta aspecto irregular. Já na Figura 21, o pó comercial Densitec apresenta grânulos de geometria esférica, o que corrobora com as informações passadas pelo fornecedor. Segundo Carvalho(37) o polímero utilizado como ligante é um dos responsáveis para controlar o formato do agregado composto pelos materiais do pó em questão. O autor sugere ainda que a geometria das partículas está ligada diretamente ao processamento, sendo a secagem por atomização (*Spray Dryer*) o mais conhecido. No Apêndice B há outras micrografias com diferentes magnificações disponíveis.

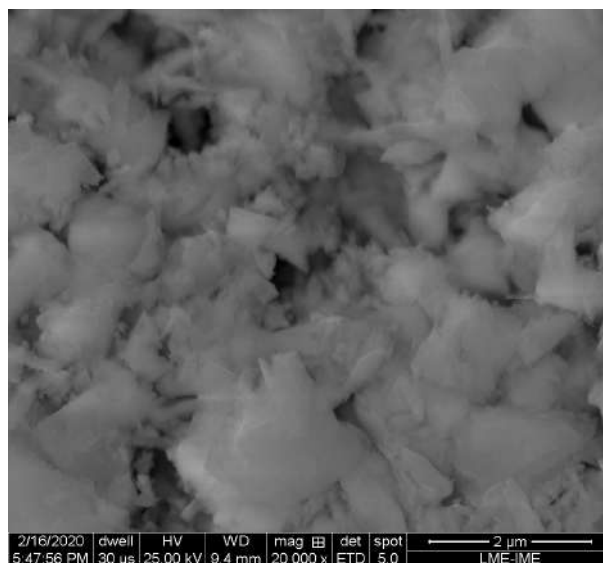


Figura 20 – Imagem obtida em MEV do pó de SiC 15C conforme recebido, com aumento de 20.000X, por elétrons secundários

Fonte: Autor

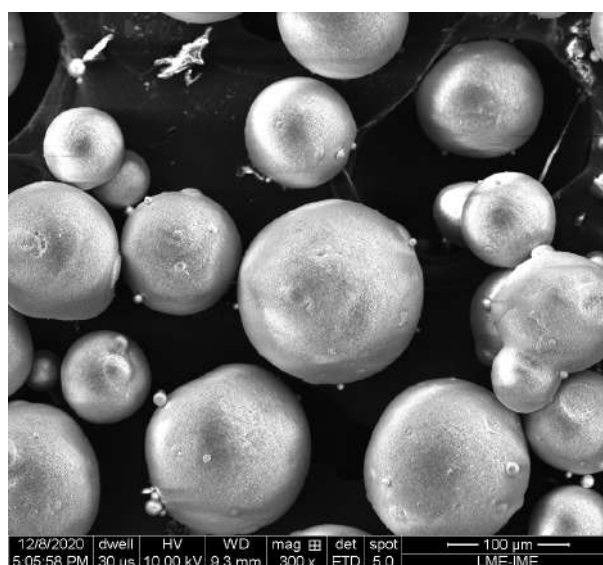


Figura 21 – Imagem obtida em MEV do pó comercial Densitec conforme recebido, com aumento de 300X, por elétrons secundários

Fonte: Autor

### 4.1.3 Distribuição granulométrica

Complementando a morfologia dos pós, foi realizado ensaio de distribuição granulométrica dos pós conforme recebido. A análise de tamanho de partícula do 15C está ilustrada na Figura 22, do aditivo na Figura 23 e do Densitec na Figura 24. O 15C possui um  $d_{50}$  de  $0,46 \mu\text{m}$ , tamanho inferior ao informado pelo fornecedor ( $0,6 \mu\text{m}$ ), e o aditivo

apresenta um  $d_{50}$  de  $0,49 \mu\text{m}$  e, como pode ser observado na Figura 18, é composto por duas populações. Analisando a Figura 23, é possível constatar que a população de maior quantidade é a de partículas menores, este resultado apresenta compatibilidade com o resultado de EDS (Figura 19), o que indica que as partículas menores observadas na Figura 18 são de  $ZrO_2$ , concernindo com a análise de Rietveld do aditivo (Figura 53). O pó de Densitec revelou um  $d_{50}$  de  $0,22 \mu\text{m}$ , e um diâmetro médio de  $0,26 \mu\text{m}$  valor esse não informado pelo fornecedor, sendo disponibilizado apenas o tamanho médio dos grânulos,  $100 \mu\text{m}$ .

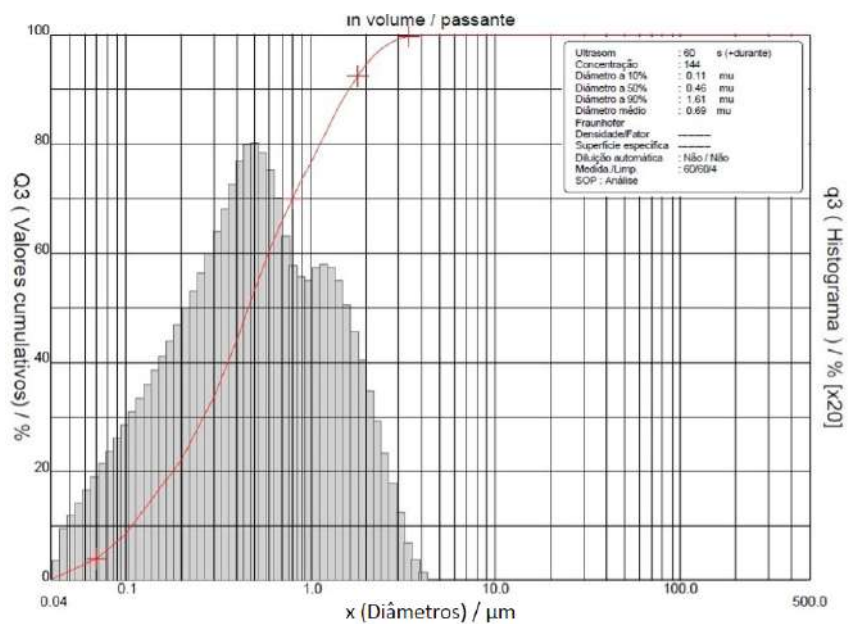


Figura 22 – Histograma do pó de SiC (15C) conforme recebido

Fonte: Autor

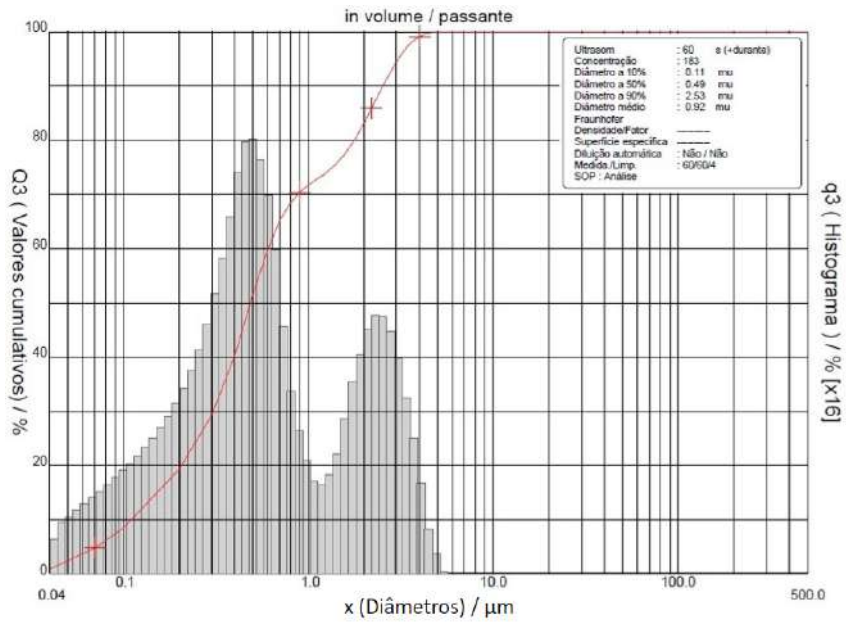


Figura 23 – Histograma do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido

Fonte: Autor

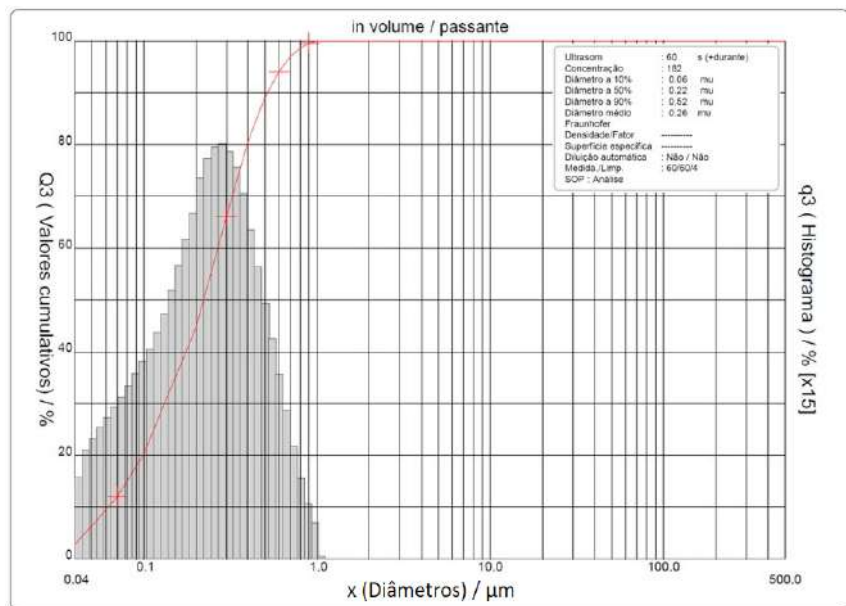


Figura 24 – Histograma do pó comercial, Densitec, conforme recebido

Fonte: Autor

#### 4.1.4 Densidade aparente

O resultado da picnometria de gás He para os pós conforme recebidos está disposto na Tabela 11, indicando os valores de densidade aparente ( $\rho_p$ ) e densidade teórica ( $\rho_t$ ). Pôde-se notar que a densidade aparente obtida no 15C foi levemente superior a densidade

teórica. Acredita-se que as impurezas contidas nos pós (2%) foram as responsáveis. As densidades aparentes obtidas no aditivo e no Densitec foram compatíveis com as densidades teóricas informadas pelos fornecedores.

Tabela 11 – Valores de densidade aparente ( $\rho_p$ ) e densidade teórica ( $\rho_t$ ) para o pó de *SiC* como recebido

<i>Pó</i>	$\rho_p(g/cm^3)$	$\rho_t(g/cm^3)$	<i>DP</i>
15C	3,5056	3,2074	0,0038
<i>Aditivo</i>	6,3447	6,4213	0,0054
<i>Densitec</i>	3,2043	3,2100	0,0015

Fonte: Autor

## 4.2 Processamento

### 4.2.1 Curva de Compactação

Foram realizados testes de compactação com 2, 4 e 6% de ligante, para definir uma pressão ótima. Para tal foi confeccionado 1 corpo verde para cada pressão investigada. Não obstante, só os percentuais 4 e 6 foram considerados, uma vez que os corpos verdes com 2% se mostraram mecanicamente pouco resistentes, sofrendo danos durante seu manuseio.

Foram realizados testes qualitativos de resistência mecânica, a fim de auxiliar na escolha do percentual de ligante a ser utilizado nas misturas. A mistura com 6% de ligante apresentou boa resistência mecânica. Entretanto, como a mistura de 4% exibiu resultado satisfatório e uma densidade a verde superior (Figura 25), a mesma foi priorizada, já que o ligante é eliminado na sinterização. Além disso, um percentual maior de ligante implica em maior porosidade nessa etapa, o que pode influenciar a densificação final da peça. Conforme indicado na Figura 26, os corpos verdes com 28 e 111 MPa apresentaram delaminações, portanto, apenas as pressões de 56 e 83 MPa foram avaliadas. A pressão escolhida para confecção dos corpos verdes foi de 56 MPa, por não estar próxima ao platô, como a pressão de 83 MPa, e também ser compatível com as pressões utilizadas na literatura.

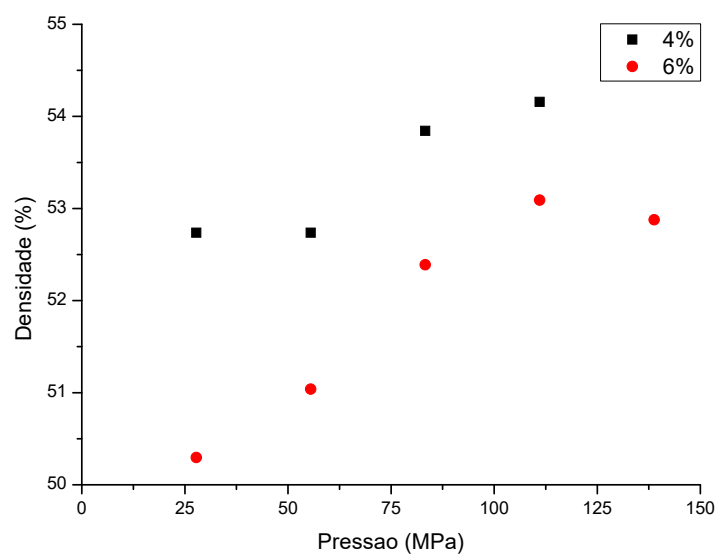


Figura 25 – Curva de compactação correspondente as misturas de SiC com 4% e 6% de ligante

Fonte: Autor

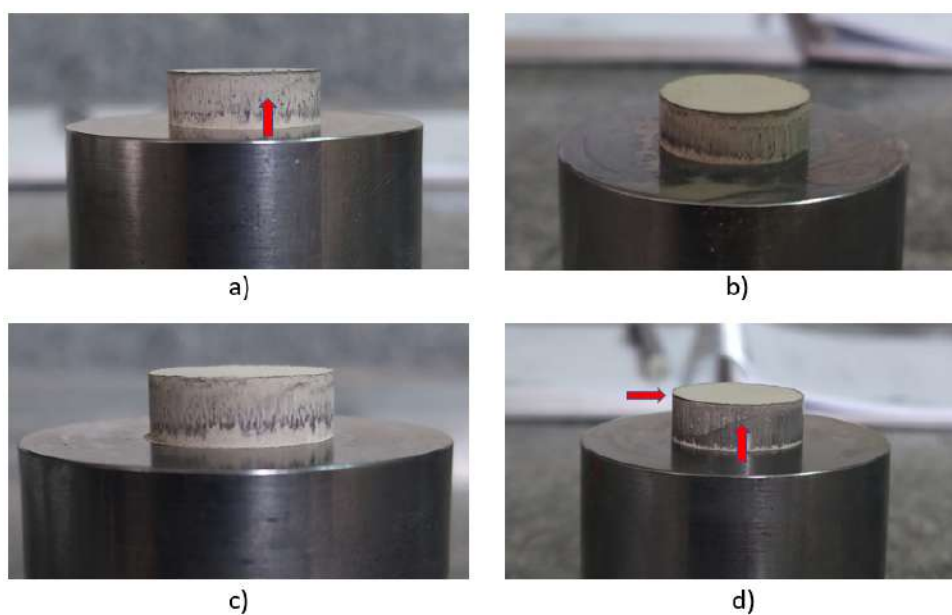


Figura 26 – Corpo verde compactado com 4% de ligante (a) 28 MPa (b) 56 MPa (c) 83 MPa (d) 111 MPa

Fonte: Autor

### 4.2.2 Densidade a verde

A densidade a verde, ou seja, a densidade geométrica dos corpos verdes foi mensurada utilizando a razão da densidade a verde sobre a teórica, conforme Equação 3.2. Estão dispostos os valores obtidos de densidade a verde e densidade percentual nas Figuras 27 e 28.

As amostras do grupo 2000 apresentaram resultados inferiores nas duas densidades mensuradas, quando comparadas aos demais grupos. As amostras dos grupos 1900 e 2100 obtiveram resultados semelhantes de Densidade a verde, com uma pequena diferença nas amostras M15. O aumento na densidade com o aumento da aditivação de  $ZrO_2 - CeO_2$ , exibido na Figura 27, era esperado, uma vez que esses óxidos possuem uma densidade maior que a do  $SiC$ , conforme destacado nos itens 2.4.2 e 2.4.3. Dessa forma, com o incremento de aditivo obtém-se uma densidade superior.

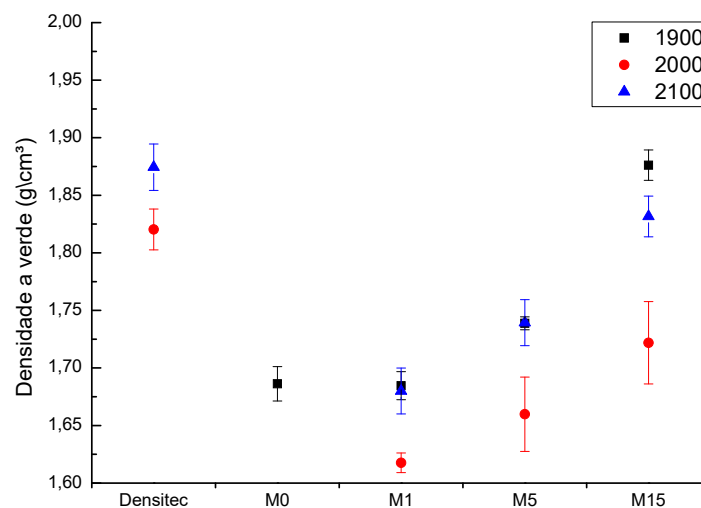


Figura 27 – Densidade a verde média ( $g/cm^3$ ) obtida nos grupos 1900, 2000 e 2100

Fonte: Autor

Ao analisar os dados anteriores estatisticamente utilizando o método ANOVA e comparando os resultados através do teste Tukey, Tabela 12, foi possível equiparar as médias obtidas de cada grupo e inferir que aquelas que não compartilham a mesma letra são significativamente diferentes. Isto posto, confirma-se que a densidade a verde alcançada pela mistura M15 do grupo 1900 foi a mais elevada dentre as amostras aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$ , quando comparadas com o Densitec do grupo 2100 nota-se que as densidades a verde são semelhantes. Por sua vez, a densidade do Densitec do grupo 2000 obteve médias iguais ao M15 do grupo 2100. As densidades das misturas, M0 e M1 do grupo 1900, M5 do grupo 2000 e M1 do grupo 2100 são semelhantes.



Tabela 12 – Teste Tukey: Densidade a verde ( $g/cm^3$ ) das amostras

<i>Grupo</i>	<i>Mistura</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>Agrupamento</i>
1900	M0	1,686	0,017	D E
	M1	1,685	0,014	D E
	M5	1,739	0,006	C
	M15	1,876	0,015	A
2000	Densitec	1,820	0,018	B
	M1	1,618	0,009	F
	M5	1,660	0,032	E F
	M15	1,722	0,036	C D
2100	Densitec	1,874	0,020	A
	M1	1,680	0,020	E
	M5	1,739	0,020	C
	M15	1,832	0,018	B

Fonte: Autor

Na Figura 28 são apresentados os valores de densificação percentual média (%) obtida na compactação dos corpos verdes dos grupos 1900, 2000 e 2100. Analisando esta Figura é possível observar que o comportamento encontrado nas densificações e nas densidades, como apresentado na Figura 27, foram semelhantes. Tendo em vista que os grupos 1900 e 2000 utilizaram a mesma quantidade de material e pressão para confecção das amostras, variando apenas a metodologia de preparo das misturas e o ligante, é plausível avaliar qual a metodologia obteve um melhor desempenho na prensagem. Aparentemente, a utilização do ligante (PEG) durante o processo de mistura dos pós foi superior a adição do ligante (Cetarch) após esta etapa. Entretanto, o ligante também é um fator decisivo neste processo. Não obstante, quando comparamos os grupos 2000 e 2100, que utilizaram a mesma metodologia e ligante, variando apenas a quantidade de material utilizado nas amostras, observa-se resultados discrepantes, semelhantes à comparação anterior, o que induz que o tempo de secagem das amostras do grupo 2000 não foi lenta o suficiente para a quantidade de material utilizado. Por sua vez, é notória a superioridade do percentual de densificação obtido pelas amostras Densitec. Acredita-se que essa vantagem se dá pela adição de aditivos que facilitam a prensagem, entretanto o fornecedor não informa quais aditivos estão presentes no pó.

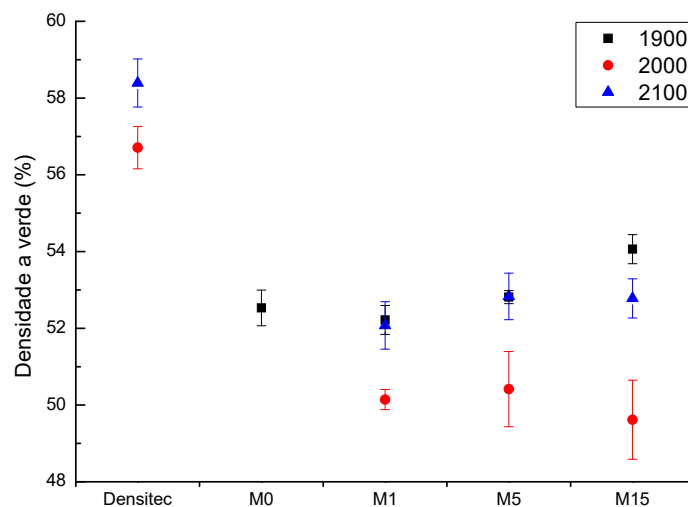


Figura 28 – Densificação percentual média (%) obtida na compactação dos corpos verdes dos grupos 1900, 2000 e 2100

Fonte: Autor

Avaliando os dados estatisticamente conforme a Tabela 13 nota-se que o percentual de densificação foi o mesmo para as amostras dentro do grupo 2000, ou seja, as amostras M1, M5 e M15 obtiveram um mesmo resultado. O grupo 1900 obteve um resultado semelhante, com a exceção das amostras M15 que obtiveram uma média superior às demais. Em contrapartida o grupo 2100 as amostras ficaram mais heterogêneas. Ainda, é possível observar que as amostras M0, M1 e M5 do grupo 1900 apresentaram densificação percentual iguais as amostras M5 e M15 do grupo 2100. As amostras Densitec do grupo 2100 exibiram médias superiores, seguidas pelas amostras Densitec do grupo 2000 e amostras M15 do grupo 1900.

Tabela 13 – Teste Tukey: Densificação percentual (%) dos corpos verdes

<i>Grupo</i>	<i>Mistura</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>Agrupamento</i>
1900	M0	52,530	0,520	D E
	M1	52,217	0,422	D E
	M5	52,813	0,192	D E
	M15	54,063	0,425	C
2000	Densitec	56,708	0,553	B
	M1	50,143	0,264	F
	M5	50,415	0,980	F
	M15	49,617	1,030	F
2100	Densitec	58,393	0,627	A
	M1	52,074	0,618	E
	M5	52,831	0,606	D
	M15	52,780	0,510	D E

Fonte: Autor

### 4.3 Caracterização das propriedades físicas

#### 4.3.1 Difração de raios X

As medições de DRX foram realizadas em todas as amostras para avaliação de fase semiquantitativa e o Método de Rietveld foi aplicado para quantificação de fase como exposto na Tabela 14 e nas Figuras 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61 (Apêndice A).

Tabela 14 – Percentuais das fases cristalinas encontradas na análise de Rietveld das amostras sinterizadas dos grupos 1900 e 2100

<i>Grupo</i>	<i>Mistura</i>	<i>SiC – 3C</i>	<i>SiC – 4H</i>	<i>SiC – 6H</i>	<i>ZrO<sub>2</sub> – Tetra</i>	<i>ZrO<sub>2</sub> – Mono</i>	<i>CeO<sub>2</sub></i>	<i>ZrC</i>	<i>β – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>	<i>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>
1900	M0	66,74	3,69	29,57						
	M1	59,97	4,20	35,83						
	M5	50,64	5,82	41,37	0,22	1,45	0,49			
	M15	20,21	3,65	58,95			2,42	14,67		
	Densitec	27,30	20,73	46,85					3,47	1,64
2100	M1	49,79	6,26	42,19		0,57		1,20		
	M5	50,83	4,93	36,57		3,13	0,56	3,99		
	M15	20,21	3,75	58,95			2,42	14,67		

Fonte: Autor

Nas amostras do grupo 1900 pode-se observar que com a variação da aditivção ocorreu uma alteração na quantificação das fase do SiC: com o aumento da aditivção há a redução da quantidade do politipo 3C e o aumento do politipo 6H. Segundo Khodaeia et al.(28) a transformação de  $\beta - SiC$  para  $\alpha - SiC$  ocorre em altas temperaturas e está ligada a impurezas, material de partida, atmosfera e pressão utilizados. Outro ponto considerado foi a formação de ZrC nas amostras com 15% em peso de aditivo. A formação dessa fase também foi identificada por Santos e Costa(14). Não foi observado a presença

de  $ZrO_2$  nas amostras M15, o que indica que toda zircônia foi consumida para a formação de  $ZrC$ . Na Figura 29 é possível analisar os difratogramas das amostras do grupo 1900.

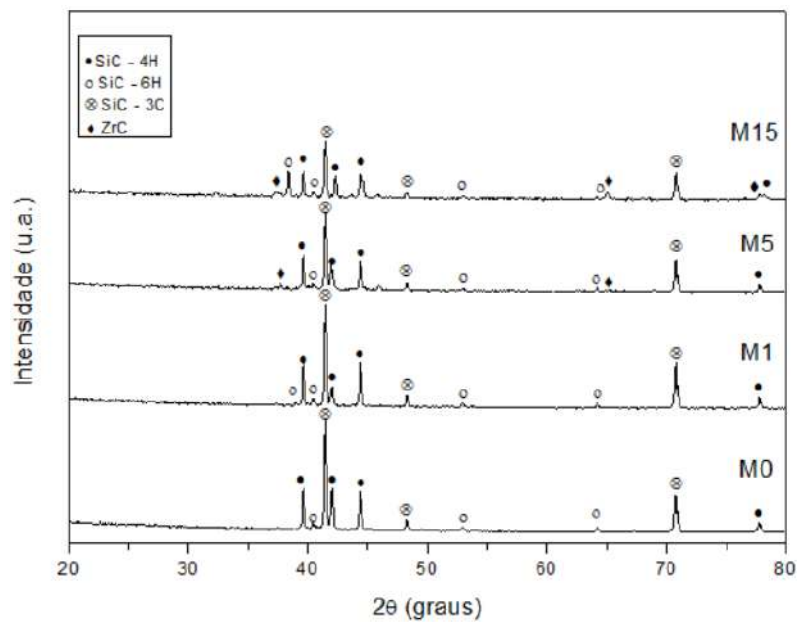


Figura 29 – Difratogramas das amostras sinterizadas do grupo 1900

Fonte: Autor

Assim como nas amostras do grupo 1900 também foi identificado a existência do polítipo 4H de  $SiC$  nas amostras do grupo 2000. Não foi detectado a presença de  $ZrO_2$  em nenhuma das amostras deste grupo, contudo, nas amostras M5 e M15 foi constatado a formação de  $ZrC$ . Nas amostras Densitec foram observados dois picos, os quais não foram identificados, sendo que os mesmos não ocorreram nas amostras do grupo 2100. Os difratogramas das amostras sinterizadas do grupo 2000 estão dispostos na Figura 30.

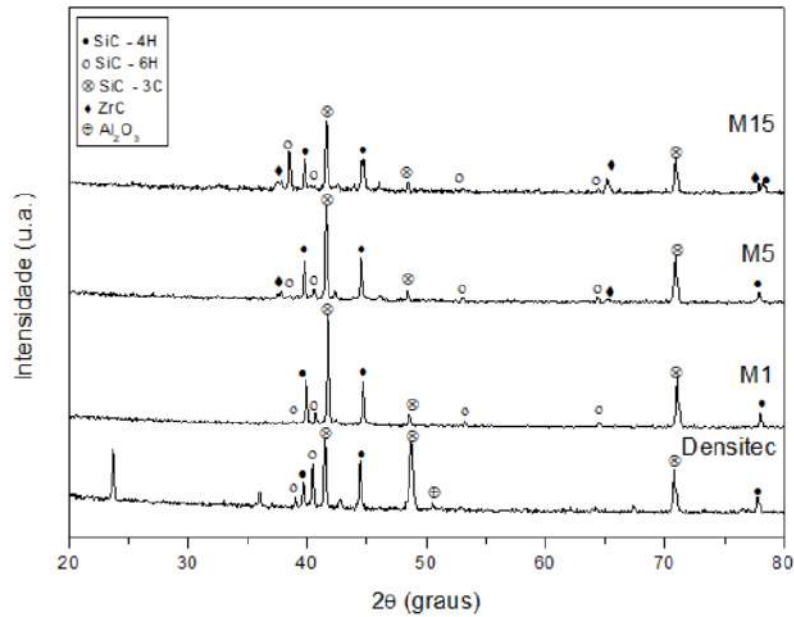


Figura 30 – Difratomogramas das amostras sinterizadas do grupo 2000

Fonte: Autor

Bem como nas amostras dos grupos 1900 e 2000 também foi identificado a presença do politipo 4H de  $SiC$ , não existente no pó de partida. Entretanto, para o grupo 2100 não houve a redução do politipo 3C com o aumento da aditivção, da mesma maneira que nas amostras do grupo 1900, como pode ser observado na Tabela 14. Uma vez que as amostras M5 obtiveram uma maior quantidade de 3C que as amostras M1. A formação do  $ZrC$  foi constatada em todas as amostras aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$  do grupo 2100. Diferentemente das amostras M1 do grupo 1900, as amostras M1 do grupo 2100 foi captado a fase monoclnica de  $ZrO_2$ . As amostras M15 do grupo 2100 apresentaram as mesma fases e percentuais, com a exceção do politipo 4H, das amostras M15 do grupo 1900. Para as amostras sinterizadas do grupo 2100 os difratogramas estão exibidos na Figura 31.

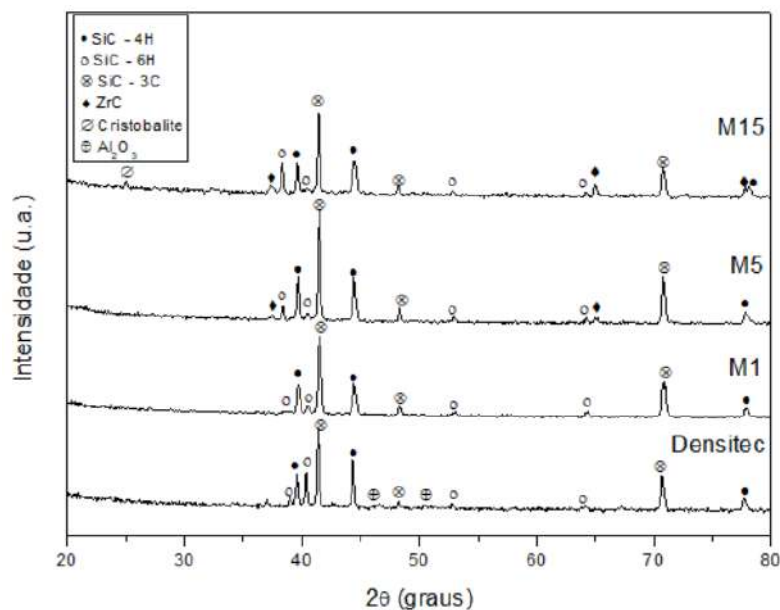


Figura 31 – Difratogramas das amostras sinterizadas do grupo 2100

Fonte: Autor

### 4.3.2 Densidade e Porosidade

A Densidade de massa aparente (Figura 32) assim como a porosidade aparente (Figura 33) das amostras foram mensuradas com base no princípio de Arquimedes. Para tal utilizou-se a norma ABNT NBR 16661:2017. Todas as amostras do grupo 1900 apresentaram delaminações, portanto não foram ensaiadas como previsto na norma. Delaminações geralmente estão ligadas a defeitos no processo de conformação das peças. Como as amostras prensadas com ligante (Cetarch) inserido após a etapa das misturas dos pós não apresentaram essas imperfeições é plausível identificar este processo como o mais viável, mesmo apresentando uma densidade a verde mais baixa.

Como pode ser observado na Figura 32, com o aumento da aditivação houve um aumento na densidade de massa aparente. Entretanto, quando comparada com a amostra padrão, Densitec, o resultado calculado foi 30,5% inferior para o grupo 2000 e 33,5% para o grupo 2100. As Densidades de massa aparente mensuradas dos grupos 2000 e 2100 foram próximas, todavia, constatou-se uma leve superioridade do grupo 2000 nas amostras M15. A diferença de 15 minutos no patamar de sinterização pode ter influência direta nesse resultado, uma vez que os grãos permanecem menos tempo expostos à energia necessária para facilitar a difusão entre si.

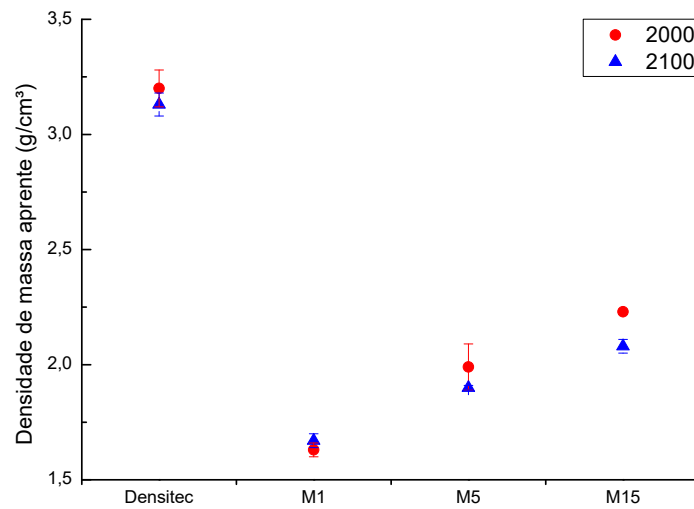


Figura 32 – Densidade de massa aparente ( $g/cm^3$ ) dos grupos 2000 e 2100

Fonte: Autor

Avaliando os dados anteriores estatisticamente utilizando o método ANOVA e comparando os resultados através do teste Tukey, Tabela 15, confirmou-se que a densidade alcançada pela mistura M15 do grupo 2000 foi a mais elevada e as densidades das misturas, M5 do grupo 2000 e M15 do grupo 2100 são semelhantes.

Tabela 15 – Teste Tukey: Densidade de massa aparente ( $g/cm^3$ ) dos grupos 2000 e 2100

Grupo	Mistura	Média	DP	Agrupamento
2000	Densitec	3,204	0,089	A
	M1	1,627	0,034	E
	M5	1,994	0,110	C
	M15	2,227	0,0128	B
2100	Densitec	3,128	0,055	A
	M1	1,669	0,025	E
	M5	1,896	0,0127	D
	M15	2,080	0,029	C

Fonte: Autor

Como mencionado no item 3.4.2, nas amostras que apresentaram delaminações a densidade aferida foi a geométrica, dispostas na Tabela 16. A fim de realizar uma comparação, todas as amostras foram aferidas geometricamente. Utilizando este método a densidade encontrada na mistura M15 do grupo 2000 também foi superior as demais, sendo semelhantes às misturas M15 dos grupos 1900 e 2100 assim como à mistura M5 do grupo 2000, comprovadas pelos métodos ANOVA e Tukey.

Tabela 16 – Teste Tukey: Densidade geométrica ( $g/cm^3$ ) das amostras sinterizadas

<i>Grupo</i>	<i>Mistura</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>Agrupamento</i>
1900	M0	1,643	0,010	F
	M1	1,642	0,010	F
	M5	1,667	0,019	F
	M15	2,008	0,012	D
2000	Densitec	3,035	0,068	A
	M1	1,635	0,007	F
	M5	1,971	0,079	D E
	M15	2,208	0,011	C
2100	Densitec	2,836	0,099	B
	M1	1,640	0,040	F
	M5	1,863	0,031	E
	M15	2,051	0,119	D

Fonte: Autor

As porosidades aferidas empregando a ABNT NBR 16661:2017 estão dispostas na Figura 33. Analisando estes dados e ponderando com os valores obtidos de densidade de massa aparente apresentados na Figura 32, é plausível afirmar que as amostras M15 do grupo 2000 apresentaram uma melhor densificação, entretanto, apresentaram elevada porosidade, 95% superior às amostras Densitec. Nota-se também que com o incremento da aditivação de  $ZrO_2 - CeO_2$  não houve uma redução na porosidade nas amostras do grupo 2100, ou seja, para a temperatura de sinterização de 2.100 °C a porosidade se manteve a mesma independente da quantidade de aditivo presente nas amostras. Estatisticamente os resultados encontrados das amostras M1, M5 e M15 do grupo 2100, assim como da amostra M5 do grupo 2000, são considerados equivalentes, como demonstrado na Tabela 17.



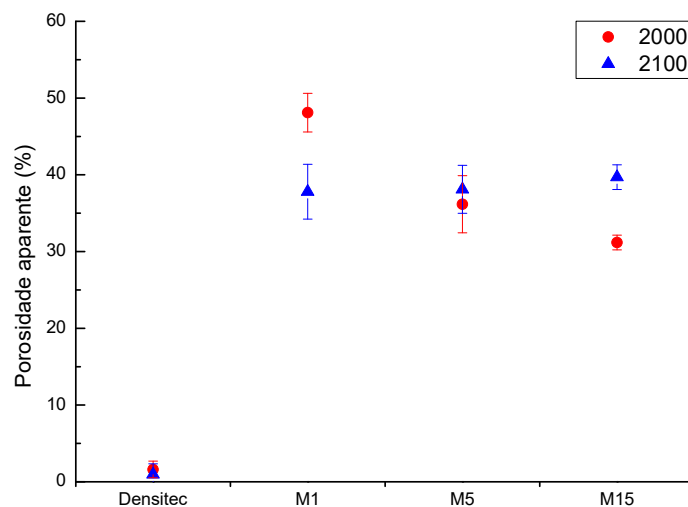


Figura 33 – Porosidade aparente (%) dos grupos 2000 e 2100

Fonte: Autor

Tabela 17 – Teste Tukey: Porosidade aparente (%) dos grupos 2000 e 2100

Grupo	Mistura	Média	DP	Agrupamento
2000	Densitec	1,61	1,09	D
	M1	48,10	2,52	A
	M5	36,16	3,72	B C
	M15	31,175	0,96	C
2100	Densitec	0,96	1,38	D
	M1	37,80	3,57	B
	M5	38,11	3,12	B
	M15	39,70	1,61	B

Fonte: Autor

### 4.3.3 Retração e perda de massa

A retração linear (%) e a perda de massa (%) observada nas amostras foram calculadas e estão apresentadas nas Figuras 34 e 35, respectivamente. A retração das amostras Densitec foram compatíveis com as informadas pelo fornecedor (19%). As amostras M15 do grupo 2000 apresentaram a maior retração linear, o que já era esperado, uma vez que apresentou maior densidade de massa aparente e menor porosidade. A análise estatística confirmou a semelhança entre as amostras M15 do grupo 2100 e as amostras M5 do grupo 2000, assim como a igualdade das amostras M15 do grupo 1900 e as amostras M5 do grupo 2000, como demonstrado na Tabela 18

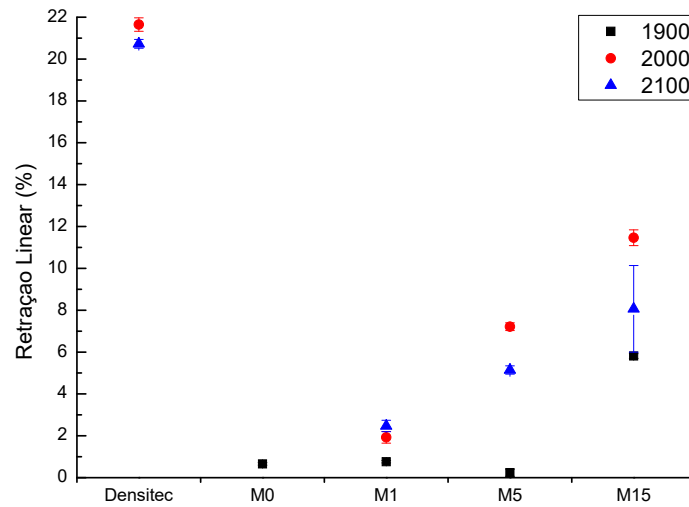


Figura 34 – Retração linear, diâmetro (%)

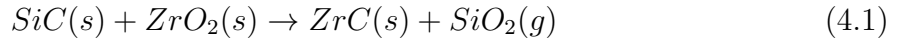
Fonte: Autor

Tabela 18 – Teste Tukey: Retração linear (%) das amostras sinterizadas

Grupo	Mistura	Média	DP	Agrupamento
1900	M0	0,656	0,059	G
	M1	0,761	0,058	G
	M5	0,239	0,169	G
	M15	5,81	0,113	D E
2000	Densitec	21,645	0,321	A
	M1	1,925	0,279	F G
	M5	7,214	0,188	C D
	M15	11,464	0,376	B
2100	Densitec	20,728	0,210	A
	M1	2,472	0,272	F
	M5	5,144	0,197	E
	M15	8,066	2,071	C

Fonte: Autor

Segundo Santos e Costa(14), a reação (Equação 4.1) predominante na formação do  $ZrC$  é a reação de decomposição do  $SiC$ . Reação esta que corrobora com a reação (Equação 2.1) apresentada por Liang et al.(15), justificando a intensificação na perda de massa com o aumento da aditivção. A perda de massa de cada amostra foi a mesma em todos os grupos, ou seja, a perda de massa das amostras M15 independentemente do grupo (1900, 2000 ou 2100) foram as mesmas, como demonstrado na Tabela 19.



Acredita-se que a perda de massa observada nas amostras M0 e M1 do grupo 1900 e M1 do grupo 2000 corresponde apenas ao percentual de ligante adicionado nos corpos verdes. As amostras M5 dos grupos 1900 e 2000 e M1 do grupo 2100 também apresentam quase que em sua totalidade apenas a evaporação dos ligantes.

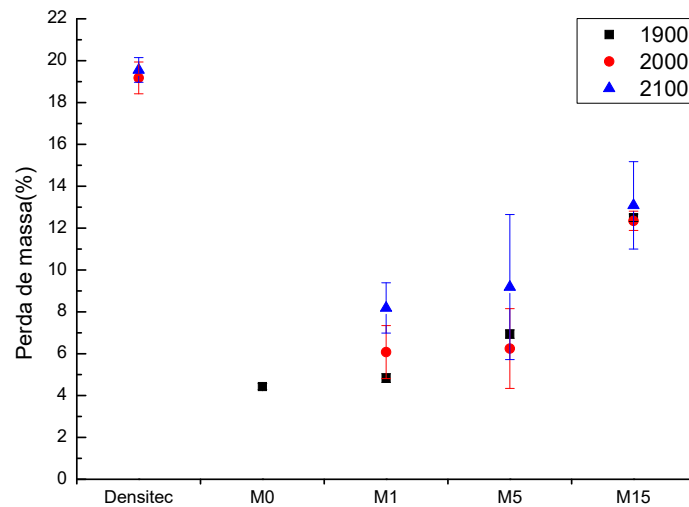


Figura 35 – Perda de massa (%)

Fonte: Autor

Tabela 19 – Teste Tukey: Perda de massa (%) das amostras sinterizadas

Grupo	Mistura	Média	DP	Agrupamento
1900	M0	4,426	0,145	F
	M1	4,839	0,210	E F
	M5	6,939	0,201	D E F
	M15	12,497	0,179	B C
2000	Densitec	19,180	0,759	A
	M1	6,077	1,267	D E F
	M5	6,245	1,905	D E F
	M15	12,349	0,460	B C
2100	Densitec	19,557	0,590	A
	M1	8,186	1,199	D E
	M5	9,180	3,470	C D
	M15	13,090	2,087	B

Fonte: Autor

### 4.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens obtidas por MEV possibilitaram analisar a estrutura dos grãos assim como os poros presentes nas amostras sinterizadas. Observando as amostras M0 do grupo 1900 apresentadas na Figura 36a é possível constatar a formação de grãos hexagonais surpreendentemente grandes, entretanto, estes grãos só foram observados ao longo da superfície das amostras, geralmente no interior de grandes poros. Segundo Noviyanto e Yoon(74), a presença de grãos muito grandes é típica em *SiC* sinterizado em estado sólido, enquanto o tamanho de grão para sinterização de fase viscosa é geralmente mais fino e uniforme. Analisando a Figura 36b verifica-se a ocorrência de grandes regiões de vazio por toda a amostra o que corrobora a densidade obtida. Todavia, pode-se identificar evidências da consolidação entre as partículas, sendo plausível afirmar que a sinterização ocorreu em estado sólido.

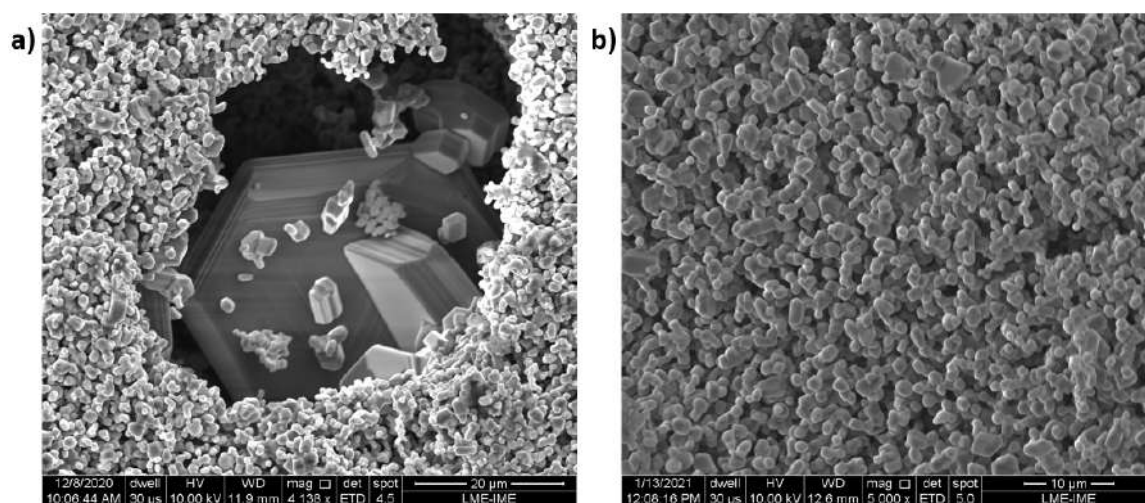


Figura 36 – Amostra M0 do grupo 1900 após sinterização: a) Superfície com aumento de 4.138X e b) interior da amostra com aumento de 5.000X

Fonte: Autor

Analisando as imagens de MEV utilizando elétrons retroespalhados (Figura 37) pode-se notar a presença de alguns pontos brancos, outros cinza claros e outros mais escuros, sendo esses os aditivos, a matriz de *SiC* e os poros, respectivamente. É possível ainda observar a boa dispersão dos aditivos nas amostras M1 dos grupos 1900 (Figura 37a), 2000 (Figura 37b) e 2100 (Figura 37c) o que indica que ambas preparações aplicadas foram eficientes para essa quantidade de aditivo. Ainda comparando as imagens é apropriado afirmar que as amostras M1 dos grupos 1900 e 2000 apresentam poros menores e mais dispersos que as amostras M1 do grupo 2100. Contudo, as amostras M1 do grupo 2100 apresentaram um menor percentual de poros comparadas com as amostras M1 do grupo 2000 como demonstrado na Tabela 17.

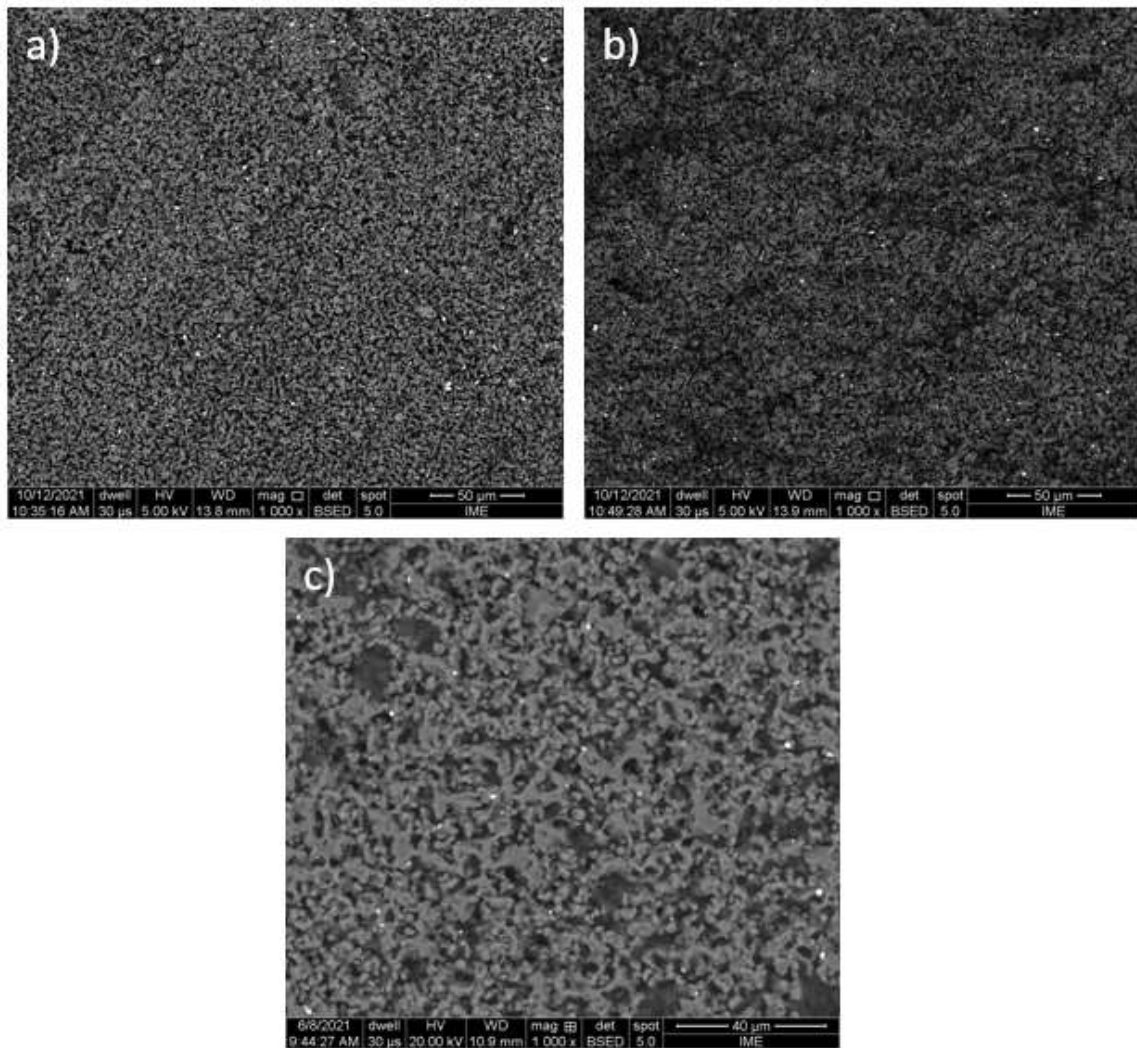


Figura 37 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M1 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

Assim como as amostras M0 as amostra M1 apresentaram partículas consolidadas, grãos grandes e a presença de muitos poros, o que indica que a sinterização se deu em estado sólido, como pode ser observado na Figura 38. Com o aumento da temperatura de sinterização de 1.900 °C para 2.000 °C houve o crescimento dos grãos e uma pequena redução das regiões de vazios, como pode ser visto nas Figuras 38, a e b.

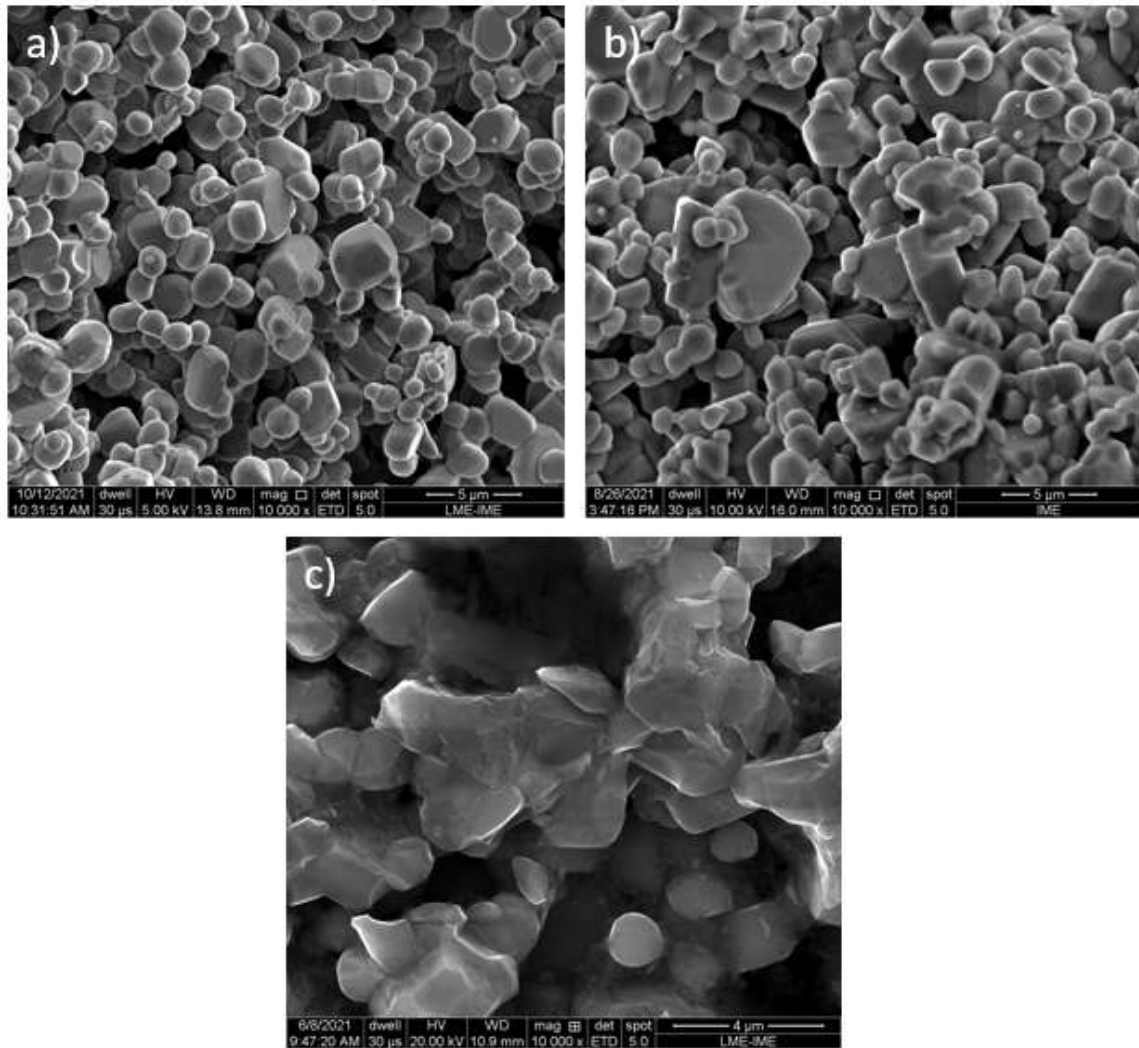


Figura 38 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas M1 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

As imagens das amostras M5 dos grupos estão apresentadas na Figura 39. Para esse percentual de aditivo nota-se que a segunda preparação (Figura 39 b e c) deixou os aditivos um pouco mais dispersos que a primeira (Figura 39a). É possível observar que os grupos 2000 e 2100 apresentaram tamanho de poros semelhantes, sendo esses maiores que o grupo 1900, resultado esse que corrobora com os percentuais listados da Tabela 17.

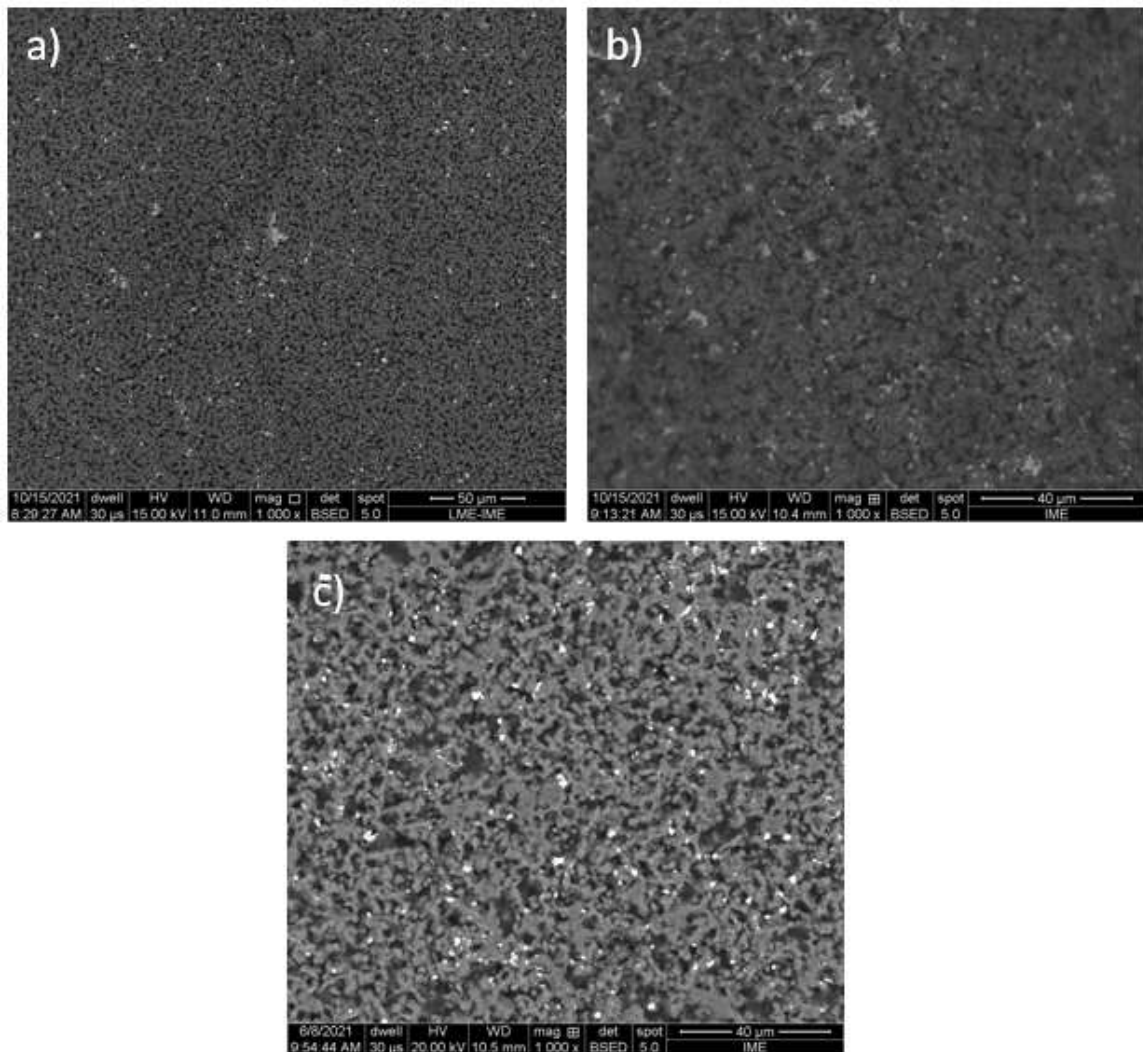


Figura 39 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M5 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

Na Figura 40a pode-se verificar o aparecimento de grãos grandes e vários grãos menores, assim como a presença de partículas consolidadas, o que indica que a quantidade de aditivo não foi suficiente para promover a LPS por toda a amostra. Quando comparadas as Figuras 40b e 38b é possível identificar a redução considerável dos grãos o que indica que a sinterização ocorreu em meio viscoso. Analisando a Figura 40c verifica-se a presença de grãos com tamanhos mais homogêneos em relação os demais grupos, sendo plausível afirmar que a sinterização deu-se em meio viscoso. Confrontando as Figuras 40 a, b e c nota-se que os poros da área analisada do grupo 1900 são os maiores, e os poros do grupo 2000 são os menores.

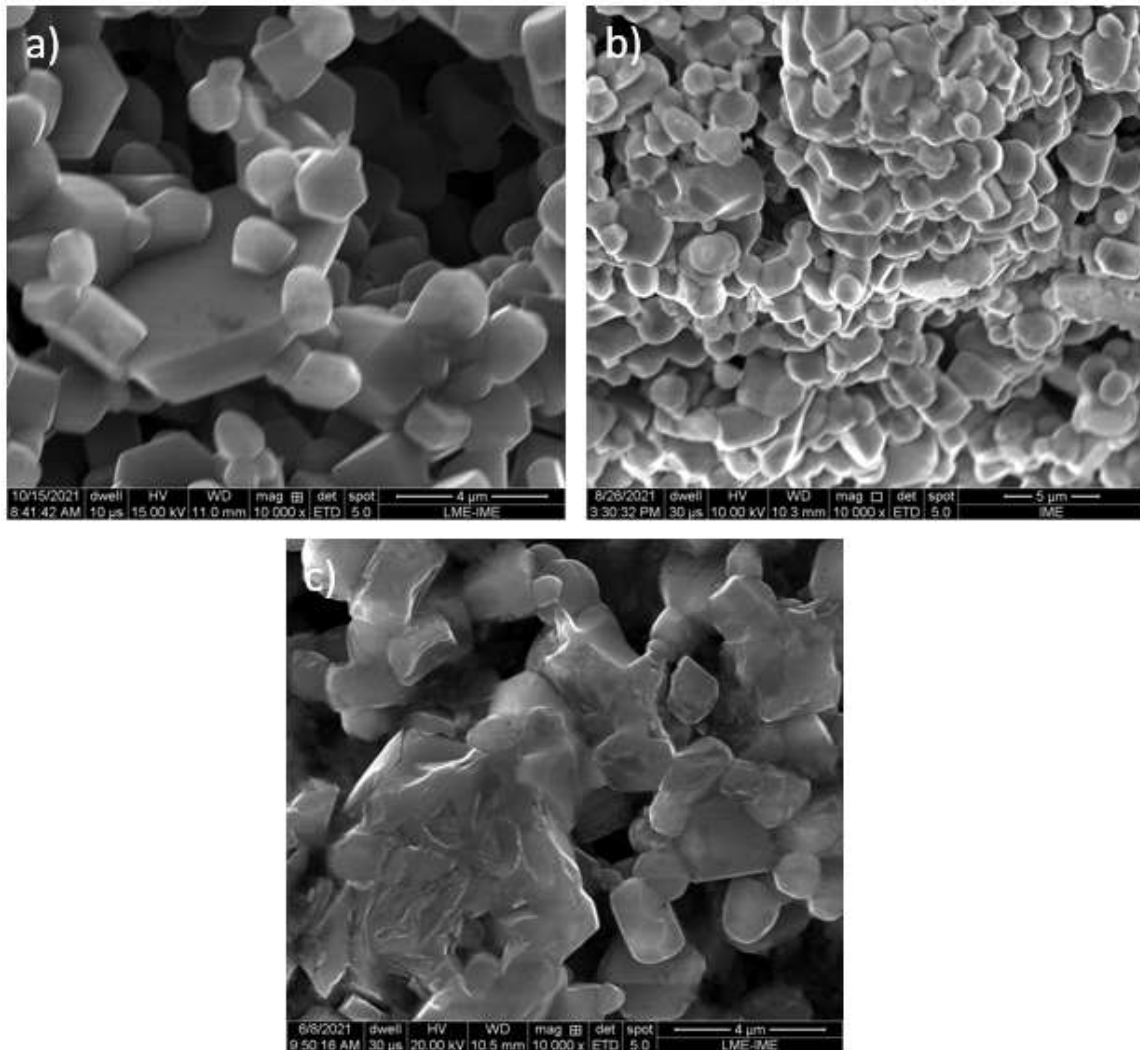


Figura 40 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostras sinterizadas M5 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

Avaliando a preparação das misturas não se pode especificar qual apresentou uma melhor dispersão, pois quando comparadas nas Figuras 41 a e b, verifica-se a boa dispersão dos aditivos, entretanto, na Figura 41c é possível observar uma dispersão heterogênea com a existência de alguns aglomerados. As amostras M15 do grupo 2100 apresentaram um maior percentual de porosidade quando comparadas com as amostras do grupo 2000, Tabela 17, sendo confirmada nas Figuras 41 b e c.



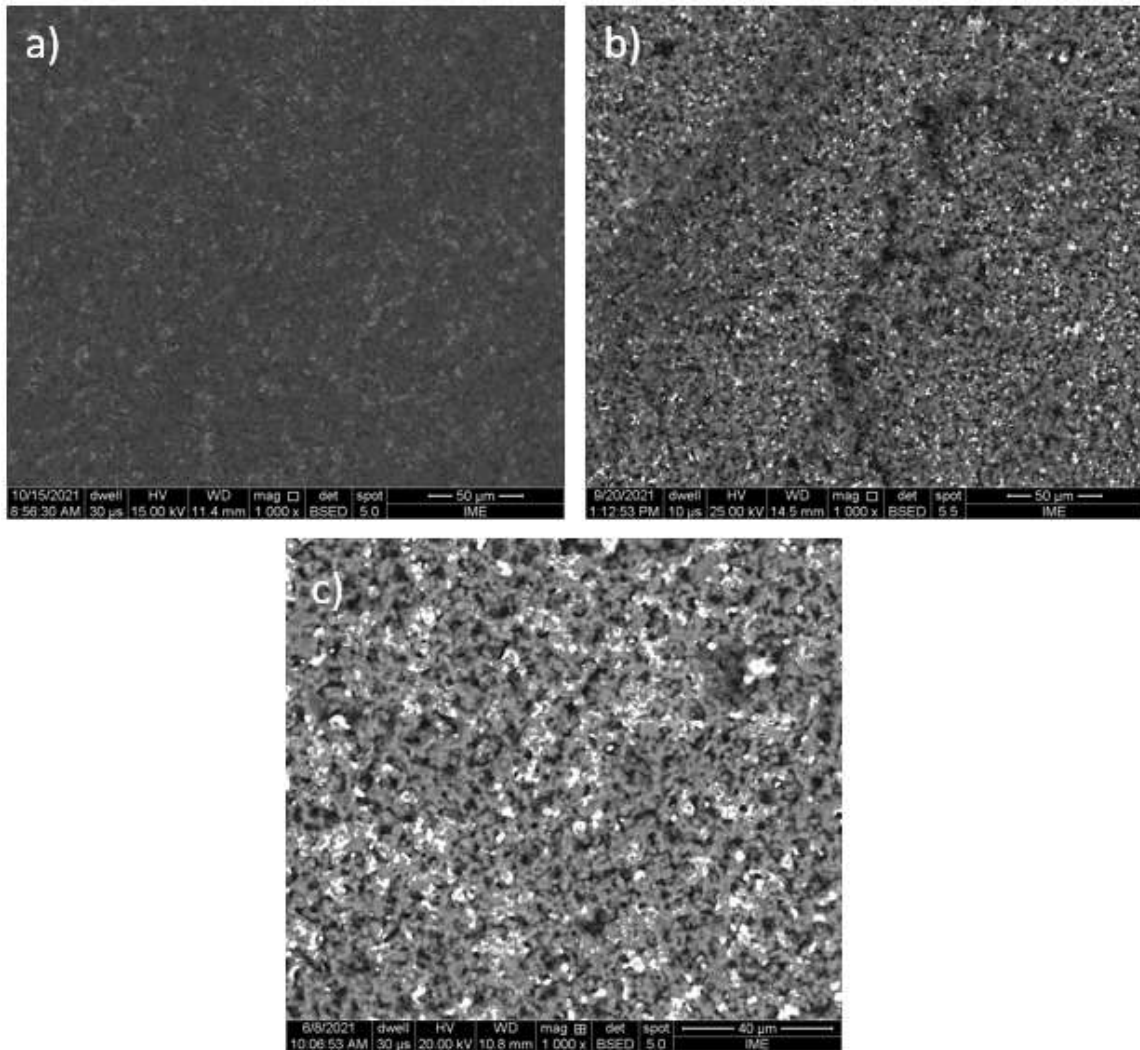


Figura 41 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas M15 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

Analisando as imagens de MEV apresentadas na Figura 42 é plausível afirmar que a sinterização em todos os grupos ocorreu em meio viscoso, uma vez que os grãos observados estão mais uniformes, entretanto ainda é possível observar a presença de partículas consolidadas. Na Figura 42b nota-se a presença de grãos maiores, porém alongados também característicos da LPS (74). Assim como as demais, as amostras M15 apresentaram percentual de porosidade elevado como pode ser observado nas Figuras 42 a, b e c.

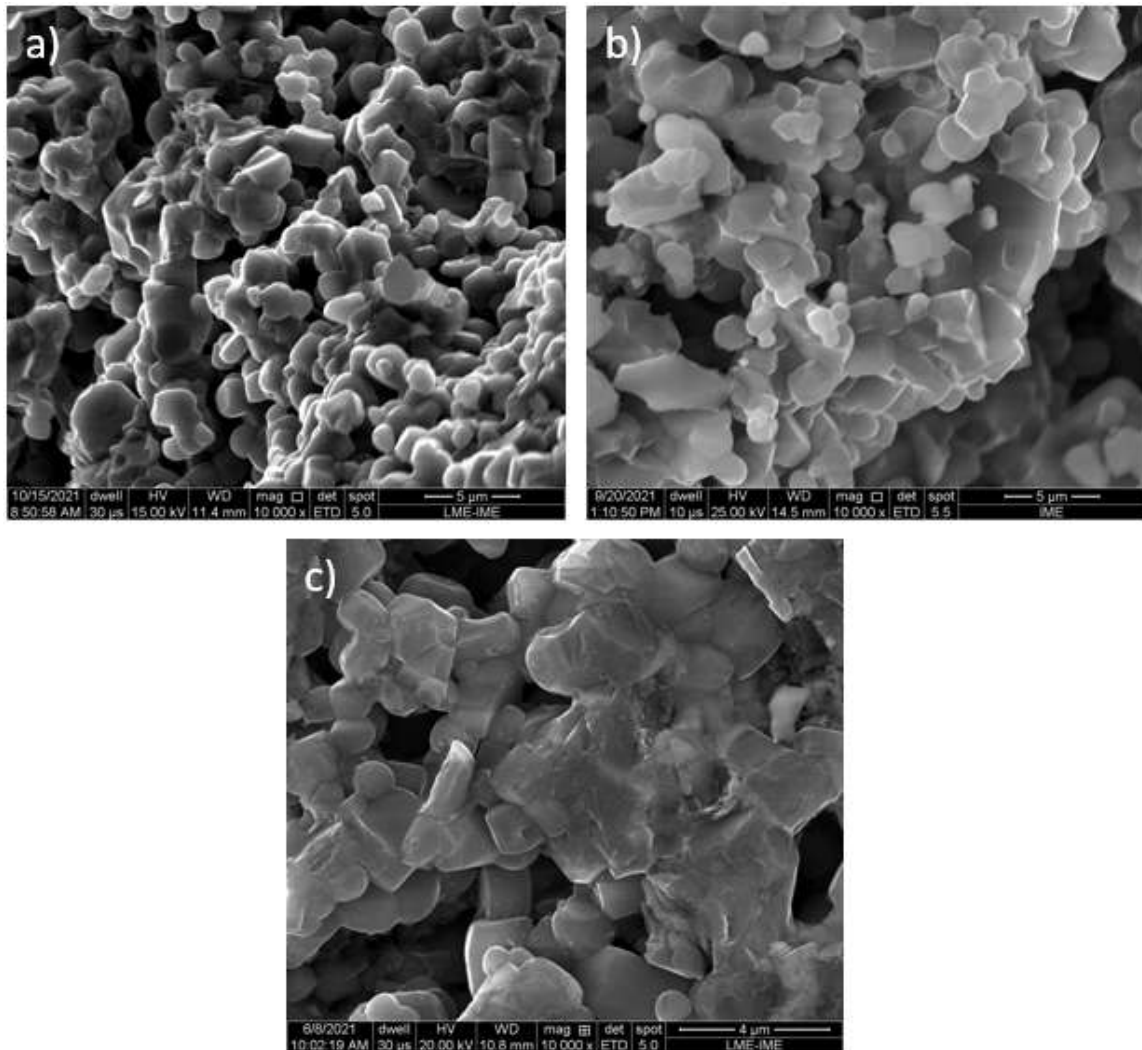


Figura 42 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostras sinterizadas M15 dos grupos a) 1900, b) 2000 e c) 2100

Fonte: Autor

As amostras utilizando o pó comercial Densitex, obtiveram resultados de porosidade aparente bem abaixo das aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$ , como relatado na Figura 33 e observado na Figura 43. Apesar de ser o mesmo pó o grupo 2100 apresenta uma melhor dispersão dos aditivos (Figura 43b). A porosidade observada é semelhante em ambas as condições, com a presença de poucos poros isolados.

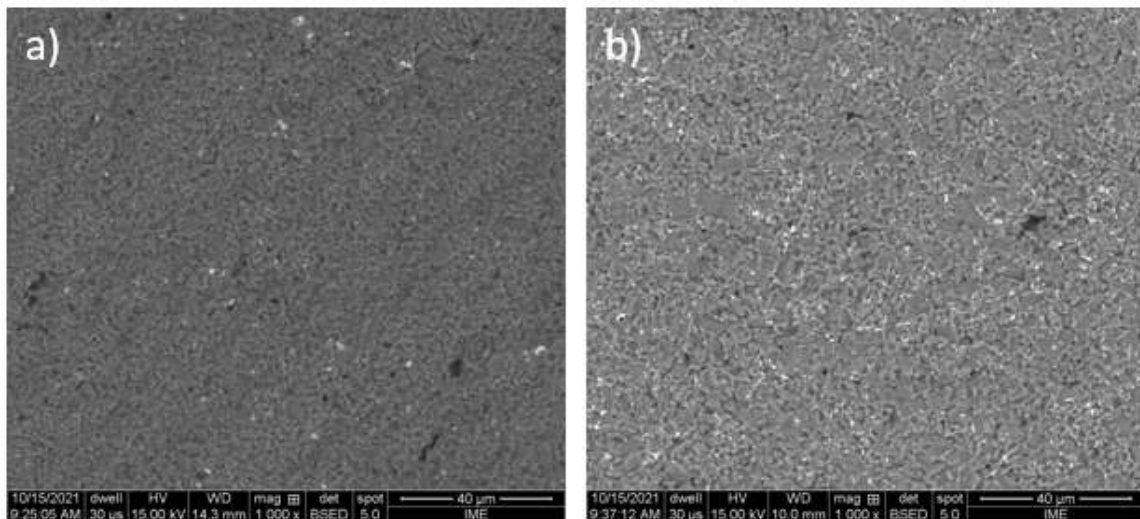


Figura 43 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados com aumento de 1.000X das amostra sinterizadas Densittec dos grupos a) 2000 e b) 2100

Fonte: Autor

É possível observar na Figura 44 grãos menores e uniformes além de pequenos poros. A semelhança de ambos os grupos nas imagens de MEV já era esperado, uma vez que os resultados de densidade de massa aparente, porosidade, retração linear e perda de massa encontrados foram iguais.

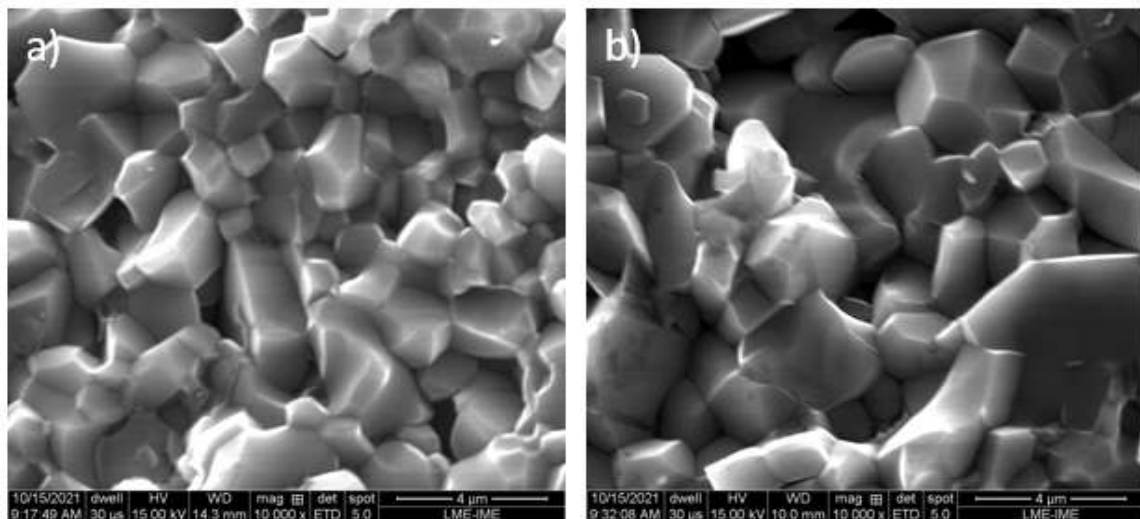


Figura 44 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários com aumento de 10.000X das amostra sinterizadas Densittec dos grupos a) 2000 e b) 2100

Fonte: Autor

Analisando as imagens de MEV das amostras M15, bem como os resultados obtidos de suas densidades e porosidades, que por sua vez foram os mais qualificados, com as

amostras Densitec nota-se uma grande diferença nas propriedades mensuradas. Alguns pontos devem ser considerados, tais como: o aditivo pode não ter tido a capacidade de molhar a matriz cerâmica de  $SiC$ , considerando que de acordo com Barsoum(24), o aditivo que não possui boa molhabilidade, durante a sinterização sua fase viscosa se acumulará nos poros e exclusivamente os mecanismos da sinterização em estado sólido estarão presentes. Segundo Noviyanto e Yoon(74), óxidos de metais de transição podem formar silicatos e/ou carbeto metálicos através da decomposição do  $SiC$ , essa reação pode ser um dos motivos prováveis da baixa densificação da peça. A decomposição do  $SiC$  pela  $ZrO_2$  presente no aditivo formou o carbeto metálico  $ZrC$ , o que pode explicar a baixa densificação do  $SiC$ .

## 4.4 Caracterização das propriedades mecânicas

### 4.4.1 Dureza e Tenacidade à fratura

Realizou-se ensaio de dureza Rockwell A em todas as amostras dos grupos 1900 e 2000, entretanto, apenas as amostras do grupo 2000 puderam ser consideradas, uma vez que as amostras do grupo 1900 fraturaram durante a execução do ensaio. De tal maneira, a dureza Rockwell A mensurada para as amostras dos grupos 2000 estão dispostas na Figura 45. Como esperado as amostras Densitec obtiveram um resultado superior as amostras M15, sendo essas a de maior dureza dentre as amostras aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$ .

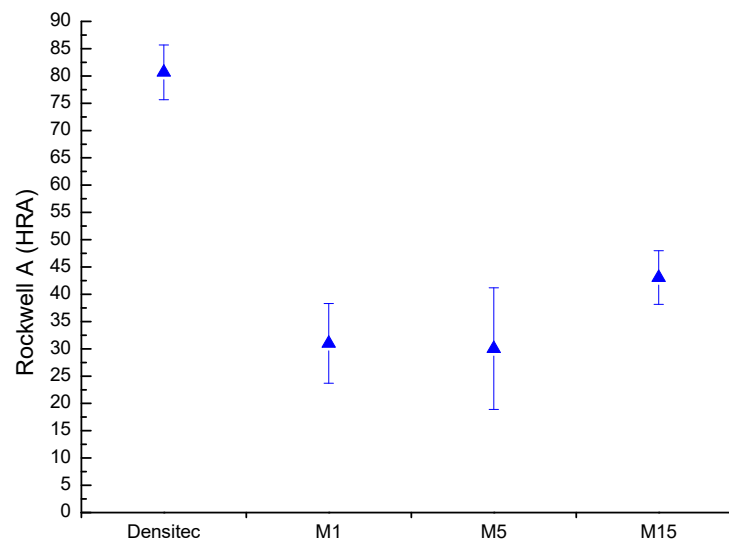


Figura 45 – Dureza Rockwell A das amostras do grupo 2000

Avaliando os dados de dureza estatisticamente, nota-se que houve um ganho de 30% na dureza com o aumento da aditivção, possivelmente devido à redução da porosidade, como pode ser observado na Tabela 20. O teste de Tukey identificou que as médias das amostras M1 e M5 são estatisticamente iguais.

Tabela 20 – Teste Tukey: Dureza Rockwell A (HRA) das amostras do grupo 2000

<i>Mistura</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>Agrupamento</i>
Densitec	80,67	5,02	A
M1	31,00	7,30	C
M5	30,04	11,14	C
M15	43,06	4,91	B

Fonte: Autor

Devido a alta porosidade das amostras não foi possível mensurar as durezas Vickers e Knoop. A Figura 46 apresenta uma indentação realizada em uma amostra M15 do grupo 1900, todavia, a mesma não pode ser visualizada. Como a dureza Vickers não foi mensurada, a tenacidade à fratura também não pode ser avaliada uma vez que a mesma seria medida com os dados obtidos no ensaio de dureza. Mesmo nas amostras Densitec não foi possível mensurar a dureza Knoop, como pode ser observado na Figura 47.

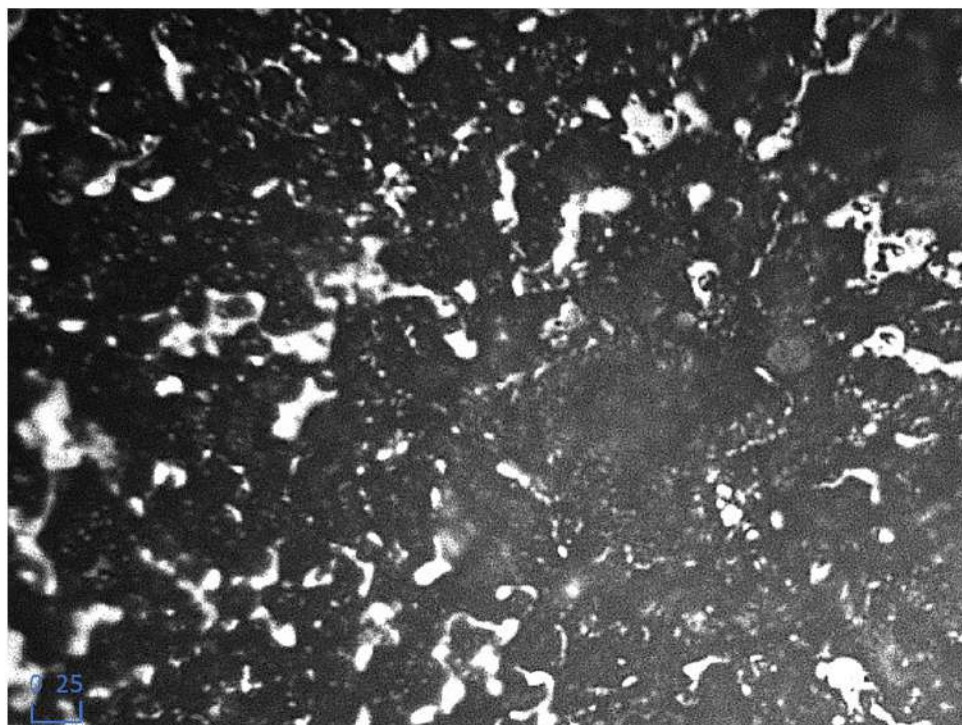


Figura 46 – Indentação Vickers realizada em uma das amostras M15 do grupo 1900

Fonte: Autor

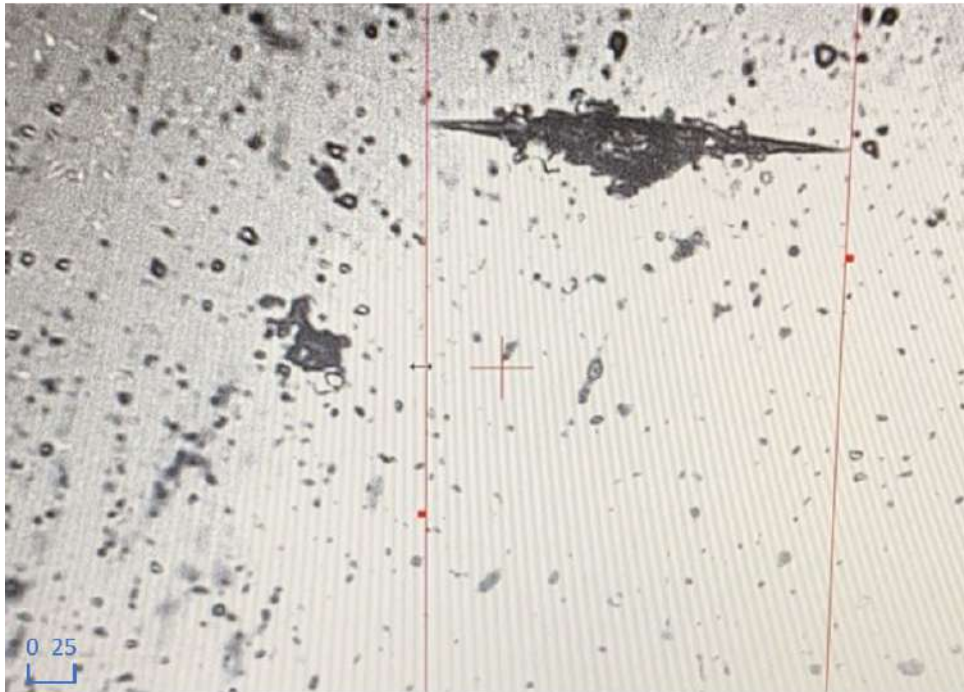


Figura 47 – Indentação Knoop realizada em uma das amostras Densitac do grupo 2100

Fonte: Autor

#### 4.4.2 Flexão biaxial

De acordo com o item 3.5.4, o ensaio de flexão biaxial B3B foi realizado apenas nas amostras do grupo 2100. Para a realização do referido ensaio as amostras devem possuir um diâmetro de  $14 \pm 2$  mm e uma espessura de  $1,5 \pm 0,5$  mm, desse modo estas amostras foram produzidas já nas medidas específicas para realização do ensaio. A resistência à flexão calculada para as amostras do grupo 2100 estão ilustradas na Figura 48.

A resistência à flexão é diretamente dependente da porosidade (34), o que explica a diferença significativa entre a resistência do Densitac e das demais amostras. Estatisticamente as médias das amostras M15 e M5 são iguais, assim como a amostra M5 são semelhantes a M1, como demonstrado na Tabela 21. Analisando as amostras aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$ , pode-se afirmar que houve um ganho significativo na resistência à flexão com o aumento da aditivação, levando em conta que a porosidade aparente é a mesma para todas as amostras (Tabela 17). Comparando a resistência das amostras M15 com das amostras M1, nota-se uma melhora de 53%.

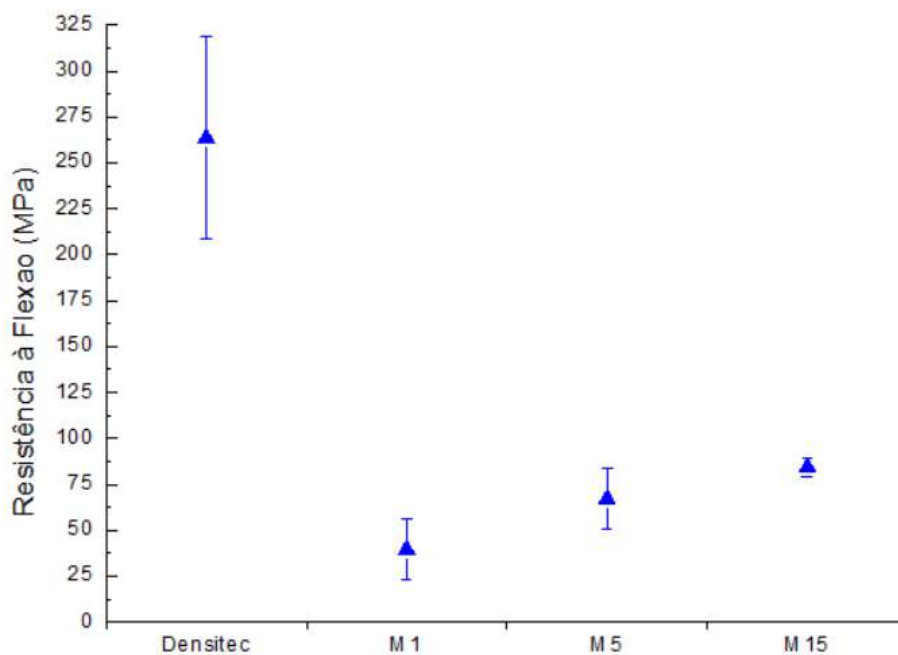


Figura 48 – Resistência à flexão das amostras do grupo 2100

Fonte: Autor

Tabela 21 – Teste Tukey: Resistência à flexão B3B amostras do grupo 2100

<i>Mistura</i>	<i>Média</i>	<i>DP</i>	<i>Agrupamento</i>
Densitec	263,49	55,05	A
M1	39,51	16,42	B
M5	67,15	16,36	B C
M15	84,38	5,18	C

Fonte: Autor

Comparando a amostra M15, que obteve uma média mais elevada dentre as demais, com outras cerâmicas porosas à base de  $SiC$  encontradas na literatura (Tabela 22), é razoável afirmar que a produção de  $SiC$  aditivado com  $ZrO_2 - CeO_2$  pode levar a vantagens significativas para a aplicação de filtros, uma vez que a resistência à flexão obtida com os aditivos foi compatível com a literatura, sendo superior em alguns casos. Não há indicação do tipo de conformação utilizada nos trabalhos listados na Tabela 22, exceto na referência (34), onde o autor informa que utilizou a prensagem uniaxial com 30 MPa de pressão.

A prensagem uniaxial utilizada nesta pesquisa é a forma mais imediata e mais conservadora de se obter corpos cerâmicos em relação as demais técnicas, por exemplo, à prensagem isostática. Desse modo, o valor apresentado indica a eficiência da metodologia adotada, uma vez que nas referências apresentadas na Tabela 22, empregaram no mínimo a mesma técnica.

Tabela 22 – Valores de resistência à flexão encontrados na literatura

<i>Materiais</i>	<i>Porosidade (%)</i>	<i>Resistência à flexão (MPa)</i>	<i>Ensaio</i>	<i>Referência</i>
<i>SiC – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiO<sub>2</sub></i>	42,8	71,2	quatro pontos	Yun et al.(34)
<i>SiC reforçado c/ Nanotubos de carbono</i>	21,01	33,91	três pontos	Nan et al.(75)
<i>SiC-mulita</i>	45,4	66,02	três pontos	Xing et al.(76)
<i>SiC – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – C</i>	33	39,63	três pontos	Das et al.(77)
<i>SiC c/ Argila, CaCO<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Na-Carboximetilcelulose</i>	33	39,1	três pontos	Dey et al.(78)

Fonte: Autor

Na Figura 49 é possível observar um exemplar de cada amostra com as respectivas composições, tratando-se de corpo verde, corpo de prova após a sinterização, e posteriormente o mesmo fraturado após o ensaio de flexão. O padrão de fratura predominante foi o mesmo em todas as condições, conforme evidenciado na Figura 50.

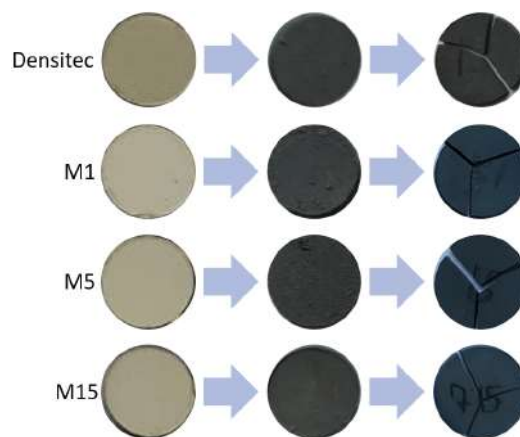


Figura 49 – Etapas de processamento das amostras: Corpo verde, sinterizada e fraturada

Fonte: Autor



Figura 50 – Amostras fraturadas no ensaio B3B

Fonte: Autor



Imagens de MEV foram realizadas na superfície fraturada (Figura 51) com o intuito de analisar a morfologia e identificar os mecanismos de fratura existentes. Nas amostras aditivadas com  $ZrO_2 - CeO_2$  o mecanismo de fratura foi intergranular, ou seja, a fratura se deu nos contornos de grãos, sendo esta fratura de baixa energia. Já o mecanismo de fratura predominante observado na amostra Densitec foi o transgranular, em outras palavras, a fratura ocorreu no interior dos grãos.

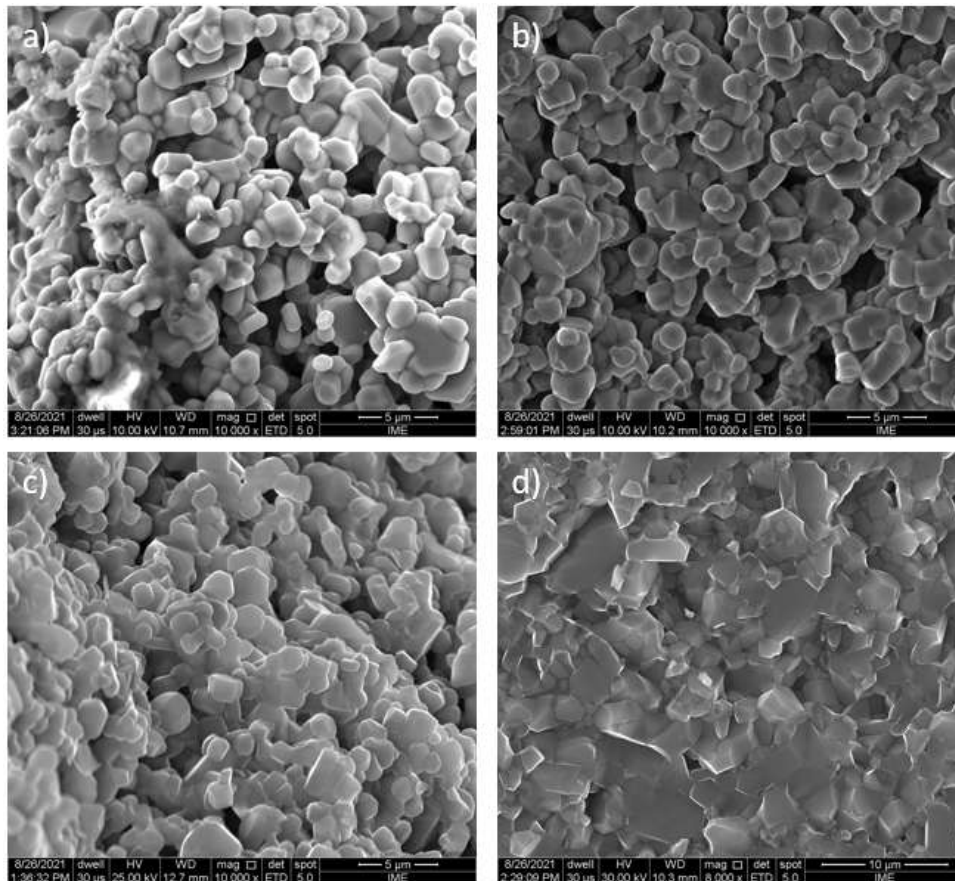


Figura 51 – Morfologia da fratura das amostras: a) M1; b) M5; c) M15 e d) Densitec após o ensaio B3B

Fonte: Autor

#### 4.4.3 Ensaio balístico

Segundo Figueiredo et al.(79) para projéteis ogivais, a profundidade de penetração (PP) no anteparo depende da massa do projétil e da velocidade de impacto. Uma vez que o peso da blindagem é um fator relevante, Figueiredo et al.(79) sugeriram uma equação (Equação 4.2) para avaliar a blindagem proposta, denominada *figure of merit* (FM), fator de mérito.

$$FM = 100 / (PP \times M_c) \quad (4.2)$$

Os valores médios da massa das placas hexagonais ( $M_c$ ), massa do projétil ( $m_p$ ), velocidade média de impacto ( $v_i$ ), profundidade de penetração (PP) e fator de mérito (FM) de cada composição estão dispostos na Tabela 23. A profundidade de penetração de cada amostra foi obtida pela média das profundidades de penetração das réplicas. Em cada experimento foi realizado um tiro. Todos os disparos penetraram completamente as placas, sendo 3 placas de Densitec e 4 placas de M15.

Tabela 23 – Ensaio de profundidade de penetração

<i>Amostra</i>	$M_c$ (g)	$m_p$ (g)	$v_i$ (m/s)	PP (mm)	FM ( $mm^{-1}g^{-1}$ )
Sem amostra	-	$14,57 \pm 0,11$	$244,10 \pm 0,15$	$27,63 \pm 0,80$	-
Densitec	$29,59 \pm 0,15$	$14,60 \pm 0,13$	$235,50 \pm 1,56$	$11,38 \pm 5,83$	$0,35 \pm 0,14$
M15	$28,34 \pm 0,70$	$14,61 \pm 0,07$	$234,60 \pm 1,85$	$7,89 \pm 2,30$	$0,48 \pm 0,16$

Fonte: Autor

Analisando estatisticamente, as amostras M15 obtiveram desempenho semelhante em termos de PP e de FM (Tabela 24), o que não era esperado, dado que as amostras de Densitec apresentaram propriedades superiores às amostras M15, tanto em resistência à flexão quanto em porosidade aparente. Em apenas uma das placas de Densitec foi mensurada PP nas demais placas, incluindo as M15, foi medido apenas uma indentação, o que justifica os resultados encontrados.

Tabela 24 – Teste Tukey: Profundidade de penetração e fator de mérito

Amostra	PP	Agrupamento	FM	Agrupamento
Densitec	11,38	A	0,35	A
M15	7,89	A	0,48	A

## 5 CONCLUSÕES

Esta dissertação foi pioneira na sinterização do *SiC* com adições dos óxidos de zircônio e cério, uma vez que não foram encontrados registros na literatura. Os resultados indicaram que o aumento da aditivção foi benéfica para a sinterização.

As metodologias adotadas para a preparação das misturas se mostraram eficazes, dado que nas imagens de MEV das amostras sinterizadas apresentaram boa dispersão dos aditivos de sinterização. Entretanto a adição do ligante após realização da mistura se mostrou mais viável, pois os corpos de prova não apresentaram trincas ou delaminações.

O presente estudo teve como objetivo principal avaliar a quantidade (1, 5 e 15%) de aditivo, composto pelos óxidos de zircônio e cério, suficiente para a sinterização de *SiC*. O aditivo proposto não foi capaz de promover a densificação completa do carbetto de silício, entretanto, quando comparado suas propriedades com outras cerâmicas porosas à base de *SiC* observou-se que o referido aditivo pode levar a vantagens significativas para a aplicação em filtros de gases quentes, uma vez que a resistência à flexão obtida nas amostras, com 15% em peso do mesmo, foi compatível com a literatura, sendo superior em alguns casos.

O DRX mostrou a presença de fases cristalinas pré e pós-sinterização. Foi observado a transformação de  $\beta$ -*SiC* para  $\alpha$ -*SiC*, sendo intensificada com o aumento da aditivção. Assim como reportado na literatura, a fase ZrC formada entre o óxido de zircônio e o *SiC* foi identificada, posto que todo o  $ZrO_2$  foi consumido para a formação desta fase.

A perda de massa e a retração linear aumentaram consideravelmente com o aumento percentual de aditivo. Em alguns casos a perda de massa mensurada corresponde ao percentual de ligante adicionado a mistura, dado que, os ligantes utilizados são orgânicos e possuem baixo ponto de ebulição.

Na preparação ceramográfica empregou-se procedimentos padrões, entretanto devido aos altos percentuais de porosidade não foi possível medir a dureza e a tenacidade à fratura.

O aumento da aditivção levou à melhoria das propriedades mecânicas da cerâmica em até 53%. As amostras preparadas com 1% em peso de  $ZrO_2 - CeO_2$  exibiram resistência à flexão de 39,51 MPa a 37,80% de porosidade, e a resistência subiu para 84,38 MPa a 39,70% de porosidade aumentando a aditivção para 15% em peso.

No ensaio balístico utilizando um projétil de calibre 45, as amostras aditivadas com 15% em peso de  $ZrO_2 - CeO_2$  obtiveram o mesmo desempenho que as amostras Densitec.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Acredita-se que para uma melhor avaliação e comparação dos resultados em trabalhos futuros deva-se realizar a quantificação das fases cristalinas utilizando o método de Rietveld no pó de Densitec e em todas as amostras sinterizadas. A utilização do EDS nas análises de MEV também traz uma boa contribuição. Assim como o estudo e o desenvolvimento da técnica de preparação semelhante a empregada na preparação do pó comercial Densitec. Uma vez que os melhores resultados apresentados ocorreram com o maior percentual utilizado, sugere-se estudar um compósito com maiores quantidades de aditivo. Considerando os resultados positivos encontrados na literatura dos aditivos  $Al_2O_3 - CeO_2$  e  $Al_2O_3 - Y_2O_3 - ZrO_2$ , indica-se considerar a adição de  $Al_2O_3$  no presente aditivo.

## REFERÊNCIAS

- 1 CARTER, C. B.; NORTON, M. G. *Ceramic Materials*. [S.l.]: Springer, 2013.
- 2 RAHAMAN, M. N. *Ceramic Processing*. [S.l.]: CRC Press, 2006.
- 3 ABDERRAZAK, H.; HMIDA, E. S. B. H. Properties and applications of silicon carbide. *InTech*, 2011.
- 4 LIU, C.-Y.; TUAN, W.-H.; CHEN, S.-C. Ballistic performance of liquid-phase sintered silicon carbide. *Ceramics International*, v. 39, p. 8253–8259, 2013.
- 5 SILVA, V. M.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. *Cerâmica*, v. 60, p. 323–331, 2014.
- 6 KHODAEIA, M.; YAGHOBIZADEH, O.; ALHOSSEINI, S. H. N.; ESMAEELI, S.; MOUSAVI, S. R. The effect of oxide, carbide, nitride and boride additives on properties of pressureless sintered SiC: A review. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 39, n. 7, p. 2215–2231, 2019.
- 7 LIMA, E. de S. *Sinterização do SiC com adição do composto  $Al_2O_3 - YAG$* . 226 p. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006.
- 8 RAJU, K.; YOON, D.-H. Sintering additives for SiC based on the reactivity: A review. *Ceramics International*, v. 42, n. 16, p. 17947–17962, 2016.
- 9 IZHEVSKYI, V. A.; GENOVA, L. A.; BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. Review article: Silicon carbide. structure, properties and processing. *Cerâmica*, v. 46, n. 297, p. 4–13, 2000.
- 10 USGS, U. S. G. S. *Mineral commodity summaries 2019*. U.S. Geological Survey, 2020. 179 - 203 p. Disponível em: <<https://doi.org/10.3133/mcs2020>>.
- 11 SALEIRO, G. T.; GONÇALVES, D. C.; NETO, C. A. da C.; CAMPOS, J. B. de; LIMA, E. de S. Comportamento mecânico do SiC aditivado com  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$  produzidos pela síntese por combustão autossustentável à alta temperatura. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, v. 15, n. 2, p. 96–102, 2018.
- 12 GONÇALVES, D. C.; SALEIRO, G. T.; MATIAS, P. C.; GOMES, A. V.; RAMOS, V.; CAMPOS, J. B. de; MELO, F. C. L. de; LIMA, E. de S. Microstructural characterization and influence of ceramography method on the microhardness of sintering agents added silicon carbide. *Materials Research*, v. 20, 2017.
- 13 MATIAS, P. C.; PINHEIRO, W. A.; FERIA, G. S.; TEIXEIRA, G.; LIMA, E. de S. Produção de compósitos de carbetto de silício reforçados com óxido de grafeno. *Revista Militar de Ciência e Tecnologia*, v. 35, n. 3, p. 45–48, 2018.
- 14 SANTOS, M. A. P. dos; COSTA, C. A. Efeito da zircônia na sinterização de SiC com adições de  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$ . *Cerâmica*, v. 52, p. 180–183, 2006.

- 15 LIANG, H.; YAO, X.; ZHANG, J.; LIU, X.; HUANG, Z. Low temperature pressureless sintering of  $\alpha$ -SiC with  $Al_2O_3$  and  $CeO_2$  as additives. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 34, n. 3, p. 831–835, 2014.
- 16 ORTIZ, A. L.; SÁNCHEZ-BAJO, F.; CUMBRERA, F. L.; GUIBERTEAU, F. The prolific polytypism of silicon carbide. *Journal of Applied Crystallography*, v. 46, n. 1, p. 242–247, 2013.
- 17 TELLE, R. Boride and carbide ceramics. In: \_\_\_\_\_. *Materials Science and Technology*. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9783527603978.mst0120>: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, 2006. p. 180–182.
- 18 SADDOW, S. E. Silicon carbide overview. In: \_\_\_\_\_. *Advances in Silicon Carbide Processing and Applications*. [S.l.]: Artech House, Inc., 2004. p. 8–11.
- 19 RODRIGUES, C. G.; FERRACIOLI, R. T. Mobilidade anisotrópica no semicondutor 6H – SiC. *Tecnia*, v. 5, n. 1, p. 213–240, 2020.
- 20 ALBERO, J. L. A. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial parte I: O preenchimento das cavidades do molde. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 5, p. 23–28, 2000.
- 21 ALBERO, J. L. A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial parte II: A compactação. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 6, p. 14–20, 2000.
- 22 ALBERO, J. L. A. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial parte IV: Extração da peça e resistência mecânica a verde. *Cerâmica Industrial*, v. 6, n. 2, p. 46–50, 2001.
- 23 KANG, S.-J. L. *Sintering Densification, Grain growth & Microstructure*. 1. ed. Great Britain: Elsevier, 2005. 280 p.
- 24 BARSOUM, M. W. Sintering and grain growth. In: \_\_\_\_\_. *Fundamentals of Ceramics*. London: Institute of Physics Publishing, 2003. p. 438–454.
- 25 RAHAMAN, M. N. *Sintering of Ceramics*. [S.l.]: CRC Press, 2007.
- 26 MORAIS, A. P.; MARTINS, Y. B.; CARVALHO, B. E. O.; FURTUOSO, G. D. V.; SCHEEREN, G. V.; SANTOS, J. L.; COSTA, P. H. A.; JORGE, V. D.; GOMES, A. V. Estudo da densificação da alumina com adição de nióbia e fluoreto de lítio com variação do tempo de sinterização. *Revista Militar de Ciência e Tecnologia*, v. 34, n. 3, p. 8–9, 2017.
- 27 ATKINSON, A. Diffusion in ceramics. In: \_\_\_\_\_. *Materials Science and Technology*. <https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0122>: Wiley-VCH, 2006. p. 297–337.
- 28 KHODAEIA, M.; YAGHOBIZADEH, O.; SHAHRAKI, A. A.; ESMAEELI, S. Investigation of the effect of  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ -CaO (ayc) additives on sinterability, microstructure and mechanical properties of sic matrix composites: A review. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 78, p. 9–26, 2019.
- 29 LIANG, H.; YAO, X.; LIU, X.; HUANG, Z. The effect of powder bed on the liquid phase sintering of  $\alpha$ -sic. *Materials and Design*, v. 56, p. 1009–1013, 2014.

- 30 LIANG, H.; YAO, X.; HUANG, Z.; ZENG, Y.; SU, B. Effect of sintering techniques on the microstructure of liquid-phase-sintered SiC ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 36, p. 1863–1871, 2016.
- 31 SANTOS, A. C.; RIBEIRO, S. Liquid phase sintering and characterization of SiC ceramics. *Ceramics International*, v. 44, p. 11048–11059, 2018.
- 32 KHODAEI, M.; YAGHOBIZADEH, O.; BAHARVANDI, H. R.; ESMAEELI, S.; JAVI, H. The effect of  $Cr_2O_3$  additions on sinterability and mechanical properties of liquid-phase sintered SiC ceramics. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 829, p. 154501, 2020.
- 33 RIBEIRO, S.; GÊNNOVA, L. A.; RIBEIRO, G. C.; OLIVEIRA, M. R.; BRESSIANI, A. H. A. Effect of temperature and heating rate on the sintering performance of  $SiC - Al_2O_3 - Dy_2O_3$  and  $SiC - Al_2O_3 - Yb_2O_3$  systems. *Ceramics International*, v. 43, n. 18, p. 16048–16054, 2017.
- 34 YUN, S. I.; YOUM, M. R.; NAHM, S.; PARK, S. W. Fabrication and properties of macro-porous sic using  $al_2o_3-y_2o_3-sio_2$  as bonding additives. *Ceramics International*, v. 47, n. 9, p. 11979–11988, 2021.
- 35 GONÇALVES, D. A. C. *Estudo do processamento e comportamento balístico do SiC nanométrico com adição de  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$* . 117 p. Mestrado em Ciência dos Materiais — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.
- 36 SALEIRO, G. T. *Sinterização de SiC com aditivos produzidos por SHS*. 157 p. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.
- 37 CARVALHO, M. T. *Sinterização de carbeto de silício com vitrocerâmica do sistema LAS*. 97 p. Mestrado em Ciência dos Materiais — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2020. 29 de dezembro de 2020. Disponível em: <<http://aquarius.ime.eb.br/~debiasi/dissertacao/%20Magno.pdf>>.
- 38 LEE, S. Y.; FU, C. T. The effect of rheological behavior of tape casting on the green sheet and sintered silicon carbide. *Ceramics International*, v. 30, p. 151–156, 2004.
- 39 SIMBA, B.; SANTOS, C.; BONDIOLI, M.; STRECKER, K.; LIMA, E.; SILVA, M. P. da. Strength improvement of lps-sic ceramics by oxidation treatment. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 28, p. 484–488, 2010.
- 40 BONDIOLI, M.; SANTOS, C.; STRECKER, K.; LIMA, E.; SILVA, M. P. da; MAGNAGO, R. Oxidation behavior of LPS-SiC ceramics sintered with  $AlN/Y_2O_3$  as additive. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 42, p. 246–254, 2014.
- 41 YANG, X.; WANG, X.; WANG, P.; HU, K.; LI, Z.; ZHANG, J. Spark plasma sintering of  $sic - lab_6$  composite. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 704, p. 329–335, 2017.
- 42 FENG, D.; REN, Q.; RU, H.; WANG, W.; JIANG, Y.; REN, S.; ZHANG, C. Effect of oxygen content on the sintering behaviour and mechanical properties of sic ceramics. *Ceramics International*, v. 45, p. 23984–23992, 2019.
- 43 ZHANG, W.; YAMASHITA, S.; KITA, H. Tribological properties of sic-b4c ceramics under dry sliding condition. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 40, n. 8, p. 2855–2861, 2020.

- 44 CAMPOS, H. G. *Propriedades mecânicas de compósitos à base de alumina e zircônia com adição de céria*. 74 p. Mestrado em Ciência dos Materiais — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/142465>>.
- 45 MONTE, R. D.; KASPAR, J. Nanostructured ceo<sub>2</sub>-zro<sub>2</sub> mixed oxides. *Journal of Materials Chemistry*, v. 15, p. 633–648, 2005.
- 46 OLIVEIRA, V. L. F. P. de. *Efeito da adição de fase vítrea no comportamento mecânico da zircônia*. 194 p. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2008.
- 47 BELO, Y. D.; SONZA, Q. N.; BORBA, M.; BONA, A. D. Zircônia tetragonal estabilizada por ítria: comportamento mecânico, adesão e longevidade clínica. *Cerâmica*, v. 59, n. 352, p. 633–639, 2013.
- 48 ELEMENTS, A. *Zirconium Oxide*. 2008. 23 nov. de 2020. Disponível em: <<https://www.americanelements.com/zirconium-oxide-1314-23-4>>.
- 49 CHAI, J. long; ZHU, Y.; WANG, Z.; LIU, T. S. Y.; LI, L. N. S.; YAO, C.; CUI, M.; LIU, C. Microstructure and mechanical properties of sps sintered al<sub>2</sub>o<sub>3</sub>-zro<sub>2</sub> (3y)-sic ceramic composites. *Materials Science and Engineering: A*, v. 781, p. 139197, 2020.
- 50 ZHANG, J.; ZHU, T.; SANG, S.; LI, Y.; PAN, L.; LIAO, N.; LIANG, X.; WANG, Q.; XIE, Z.; DAI, J. Microstructural evolution and mechanical properties of zro<sub>2</sub> (3y)-al<sub>2</sub>o<sub>3</sub>-sic(w) ceramics under oscillatory pressure sintering. *Materials Science and Engineering: A*, v. 819, p. 141445, 2021.
- 51 NAGA, S.; EL-MAGHRABY, H.; ELGAMHOUDY, M.; SALEH, M. Characterization and origin of failure of sic/zta composites. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, v. 73, p. 53–57, 2018.
- 52 VERDE, F. R. V.; SANTOS, P. R. dos; LOURENÇO, A. L. *Radar Tecnológico Terras Raras*. Rio de Janeiro, 2016. 13 p.
- 53 LIU, S.; ZENG, Y.; JIANG, D. Effects of CeO<sub>2</sub> addition on the properties of cordierite-bonded porous SiC ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 29, p. 1795–1802, 2009.
- 54 LIANG, H.; YAO, X.; ZHANG, J.; LIU, X.; HUANG, Z. The effect of rare earth oxides on the pressureless liquid phase sintering of α-SiC. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 34, n. 3, p. 2865–2874, 2014.
- 55 YUAN, B.; WANG, G.; LI, H.; LIU, L.; LIU, Y.; SHEN, Z. Fabrication and microstructure of porous SiC ceramics with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and CeO<sub>2</sub> as sintering additives. *Ceramics International*, v. 42, n. 11, p. 12613–12616, 2016.
- 56 GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. dos. Ensaio de dureza. In: \_\_\_\_\_. *Ensaios dos materiais*. Rio de Janeiro: LTC, 2012. p. 115–157.
- 57 SCHÖN, C. G. Plasticidade. In: \_\_\_\_\_. *Mecânica dos materiais*. Rio de Janeiro: Elsevier, 2013. p. 1113–152.



- 58 CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. [S.l.]: LTC, 2018.
- 59 QUITETE, E. B.; NAVARRO, F. C.; FRASCÁ, M. H. B. de O. Microdureza e desgaste abrasivo de rochas silicáticas de revestimento. *Brazilian Journal of Development*, v. 6, n. 7, p. 51516–51527, 2020.
- 60 ASTM. ASTM C1327-15: Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. p. 10, 2019.
- 61 ASTM. ASTM C1326-13: Standard test method for Knoop indentation hardness of advanced ceramics. p. 10, 2018.
- 62 ASTM. ASTM E18-20: Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. p. 39, 2020.
- 63 MEDVEDOVSKI, E.; SARKAR, P. Indentation testing of structural ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, v. 82, n. 12, p. 9201–9213, 2003.
- 64 HU, D.; ZHANG, Y.; SHEN, Z.; CAI, Q. Investigation on the ballistic behavior of mosaic sic/uhmwpe composite armor systems. *Ceramics International*, v. 43, n. 13, p. 10368–10376, 2017.
- 65 RAO, X.; ZHANG, F.; LUO, X.; DING, F. Characterization of hardness, elastic modulus and fracture toughness of RB-SiC ceramics at elevated temperature by Vickers test. *Materials Science & Engineering A*, v. 744, p. 426–435, 2019.
- 66 LIANG, K. M.; ORANGE, G.; FANTOZZI, G. Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials. *Journal of Materials Science*, v. 25, p. 207–214, 1990.
- 67 JIANG, D.; ZHANG, J. Properties of carbide ceramics from gelcasting and pressureless sintering. In: *Advanced Engineering Ceramics and Composites*. [S.l.]: IOP Conf.Series: Materials Science and Engineering, 2011. (Symposium).
- 68 WENDLER, M.; BELLI, R.; PETSCHL, A.; MEVEC, D.; HARRER, W.; LUBE, T.; DANZER, R.; LOHBAUER, U. Chairside cad/cam materials. part 2: Flexural strength testing. *Dental Materials*, v. 33, n. 1, p. 99–109, 2017.
- 69 DRESCH, A. B.; VENTURINI, J.; ARCARO, S.; MONTEDO, O. R.; BERGMANN, C. P. Ballistic ceramics and analysis of their mechanical properties for armour applications: A review. *Ceramics International*, v. 47, n. 7, p. 8743–8761, 2021.
- 70 FIVEN. Disponível em: <<https://www.fiven.com/>>.
- 71 BAUX, A.; NOUVIAN, L.; ARNAUD, K.; JACQUES, S.; PIQUERO, T.; ROCHAIS, D.; DAVID, P.; CHOLLON, G. Synthesis and properties of multiscale porosity TiC-SiC ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 39, n. 8, p. 2601–2616, 2019.
- 72 BAHAAADDINI, M.; BAHARVANDI, H. R.; EHSANI, N.; KHAJEHZADEH, M.; TAMADON, A. Pressureless sintering of  $LPS - SiC (SiC - Al_2O_3 - Y_2O_3)$  composite in presence of the  $B_4C$  additive. *Ceramics International*, v. 45, n. 10, p. 13536 – 13545, 2019.
- 73 NIIHARA, K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. *Journal of Materials Science Letters*, v. 2, p. 221–223, 1983.

- 74 NOVIYANTO, A.; YOON, D.-H. Rare-earth oxide additives for the sintering of silicon carbide. *Diamond & Related Materials*, v. 38, p. 124–130, 2013.
- 75 NAN, B.; LIU, Y.; YOU, Q.; WAN, J.; SHEN, Z.; LI, H.; YUAN, B.; CHENG, L.; WANG, G. Microstructure and properties of porous sic ceramics modified by cvi-sic nanowires. *Advanced Engineering Materials*, v. 21, n. 5, p. 1800653, 2019.
- 76 XING, Z.; HU, Y.; XIANG, D.; MA, Y. Porous sic-mullite ceramics with high flexural strength and gas permeability prepared from photovoltaic silicon waste. *Ceramics International*, v. 46, n. 1, p. 1236–1242, 2020.
- 77 DAS, D.; BAITALIK, S.; KAYAL, N. Properties of multiple oxide-bonded porous sic ceramics prepared by an infiltration technique. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, v. 17, n. 2, p. 476–483, 2020.
- 78 DEY, A.; KAYAL, N.; CHAKRABARTI, O.; FORTES, N. M.; INNOCENTINI, M. D. M.; MOLLA, A. R.; SINHA, P.; DALUI, S. Studies on processing of layered oxide-bonded porous sic ceramic filter materials. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, v. 18, n. 3, p. 869–879, 2021.
- 79 FIGUEIREDO, A. B.-H. da S.; JÚNIOR, Édio P. L.; GOMES, A. V.; MELO, G. B. M. de; MONTEIRO, S. N.; BIASI, R. S. de. Response to ballistic impact of alumina-uhmwpe composites. *Materials Research*, v. 21, n. 5, p. e20170959, 2018.

## APÊNDICE A – ANÁLISES DE RIETVELD

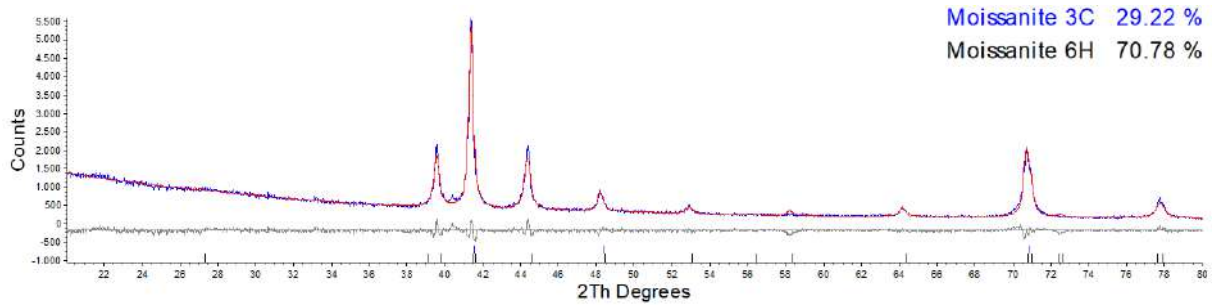


Figura 52 – Difratoograma do pó de SiC 15C conforme recebido

Fonte: Autor

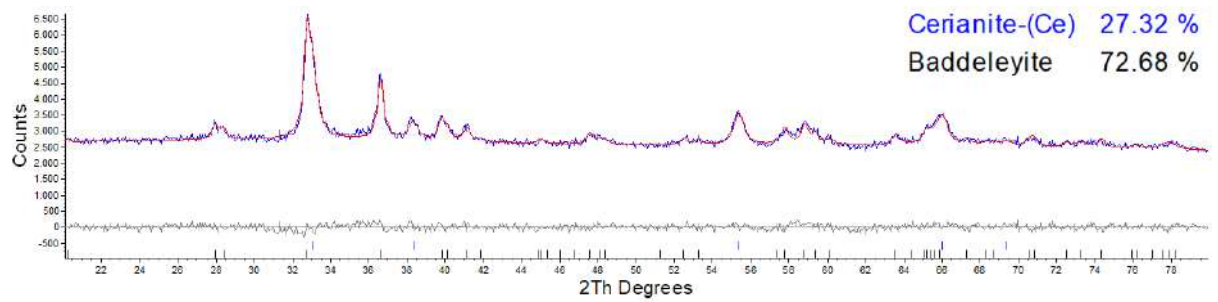


Figura 53 – Difratoograma do aditivo conforme recebido

Fonte: Autor

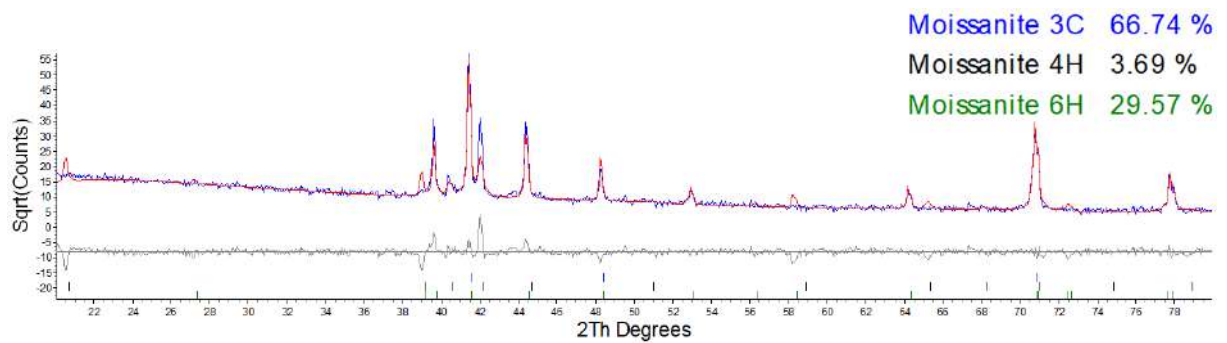


Figura 54 – Difratoograma da mistura M0, grupo 1900

Fonte: Autor

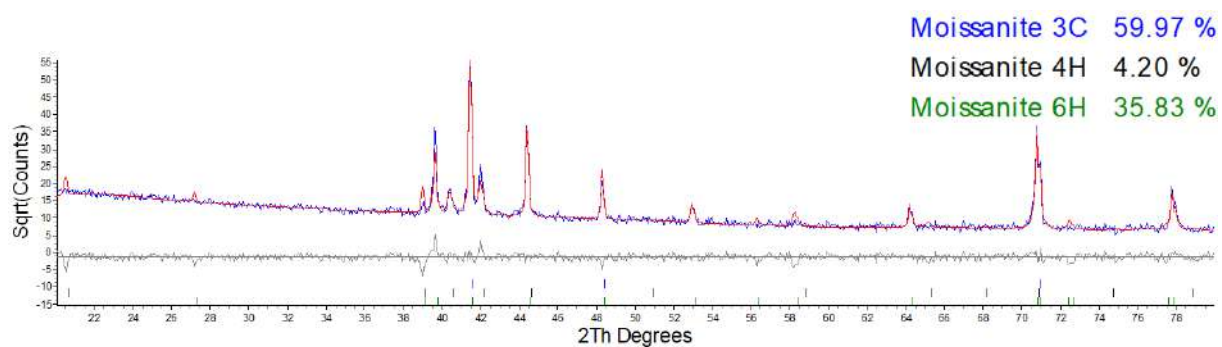


Figura 55 – Difratoograma da mistura M1, grupo 1900

Fonte: Autor

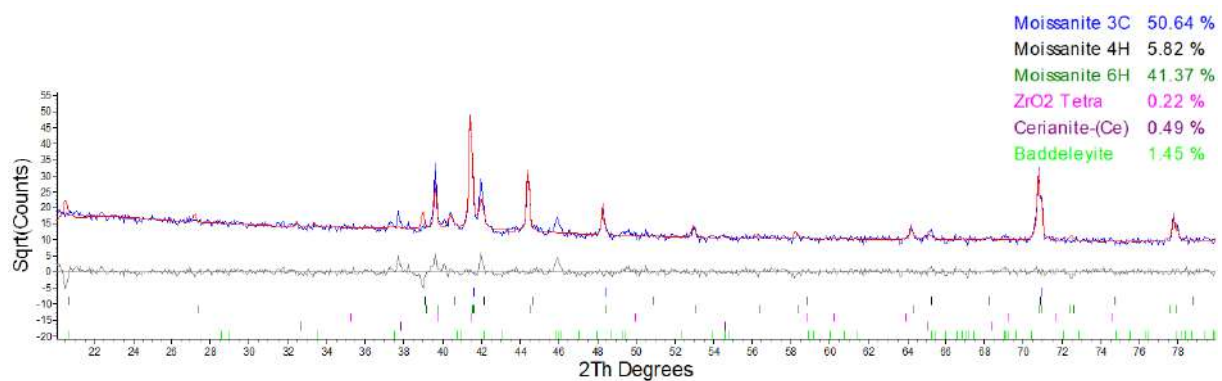


Figura 56 – Difratoograma da mistura M5, grupo 1900

Fonte: Autor

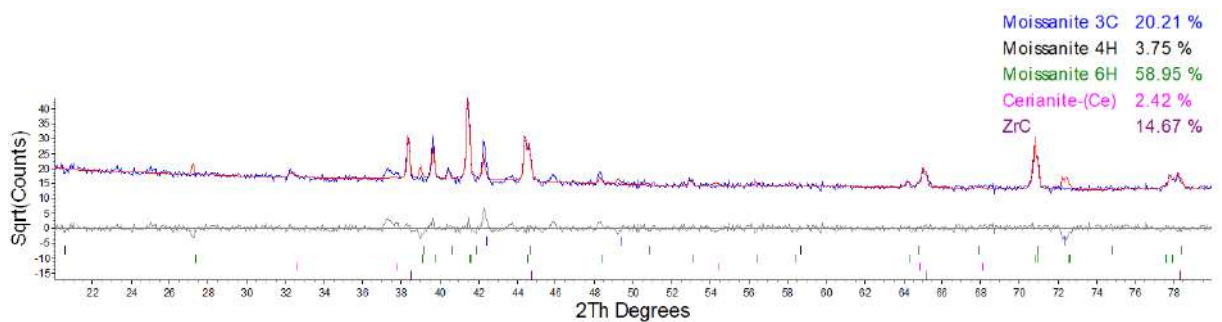


Figura 57 – Difratoograma da mistura M15, grupo 1900

Fonte: Autor

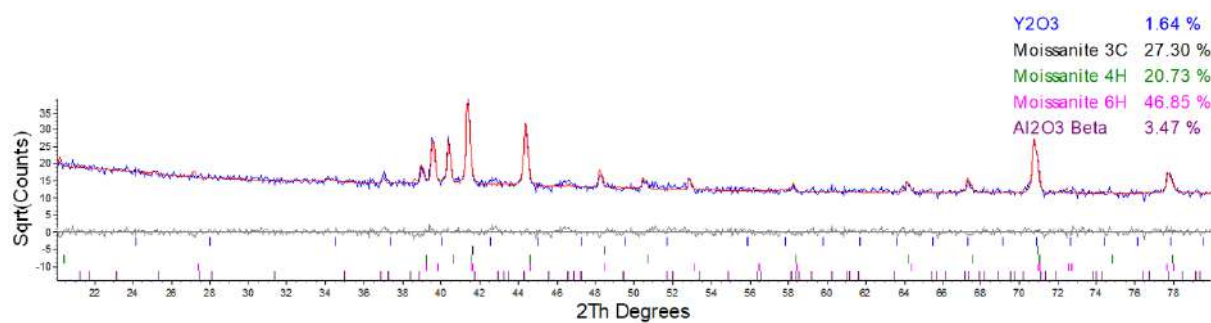


Figura 58 – Difratoograma do Densitec, grupo 2100

Fonte: Autor

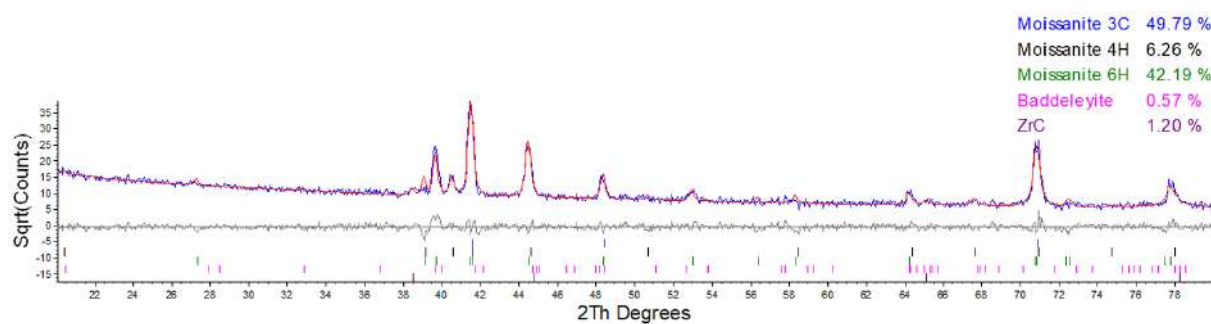


Figura 59 – Difratoograma da mistura M1, grupo 2100

Fonte: Autor

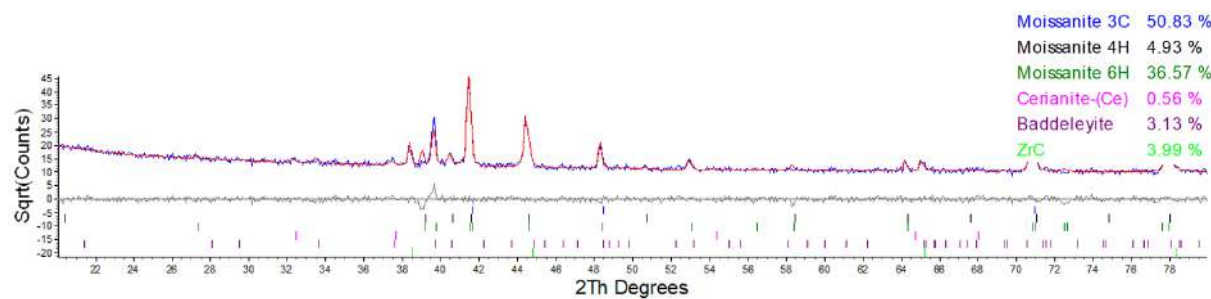


Figura 60 – Difratoograma da mistura M5, grupo 2100

Fonte: Autor

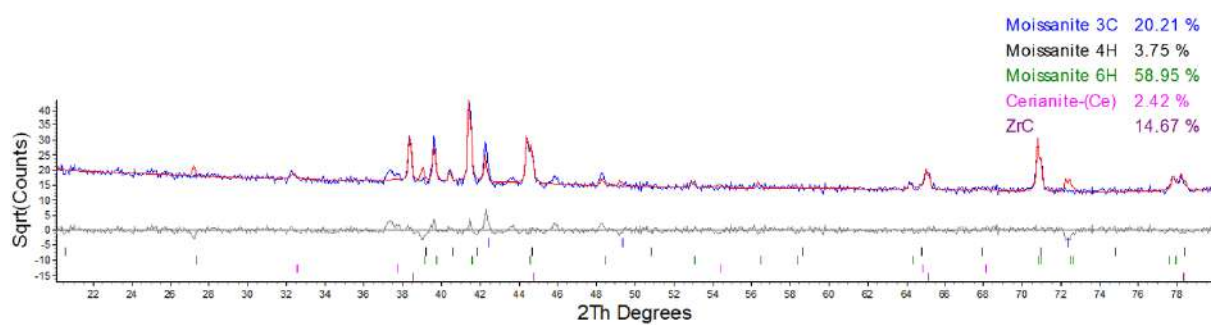


Figura 61 – Difratoograma da mistura M15, grupo 2100

Fonte: Autor

## APÊNDICE B – IMAGENS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

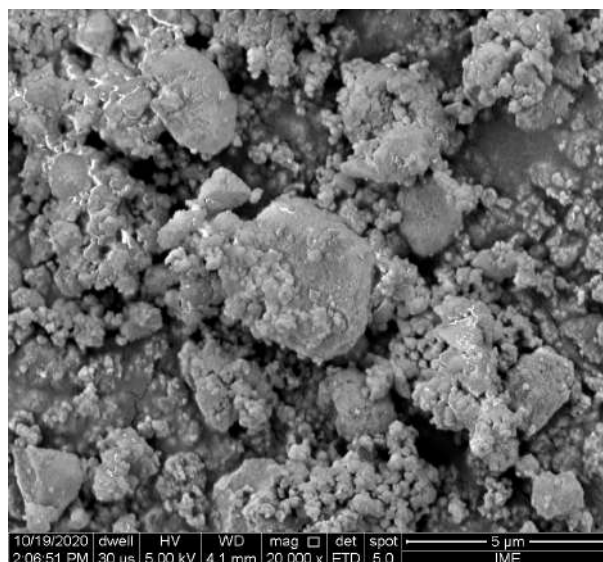


Figura 62 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de aditivo ( $ZrO_2 - CeO_2$ ) conforme recebido, magnificação 20.000x

Fonte: Autor

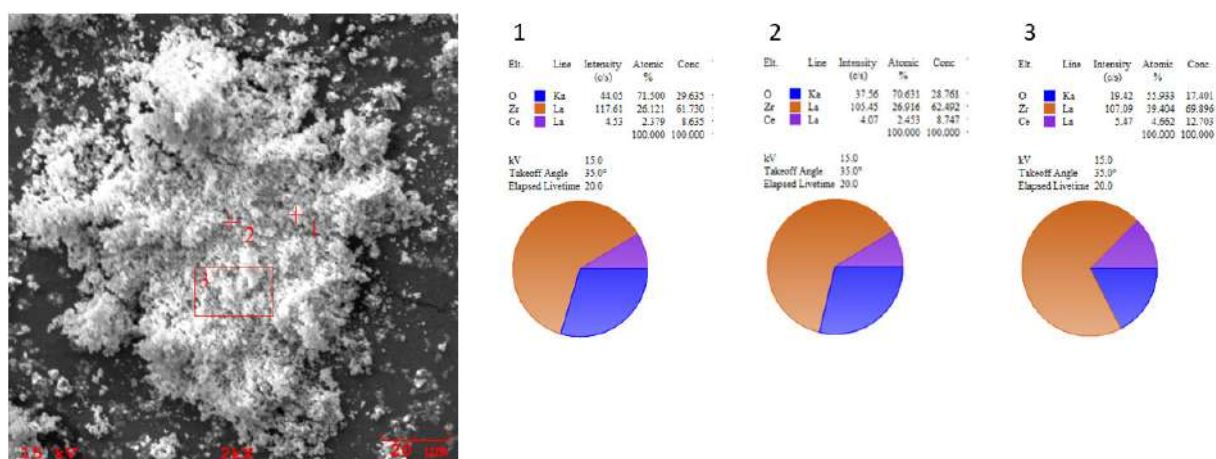


Figura 63 – Imagem obtida em MEV do pó de aditivo conforme recebido, com análises de EDS em diferentes pontos

Fonte: Autor

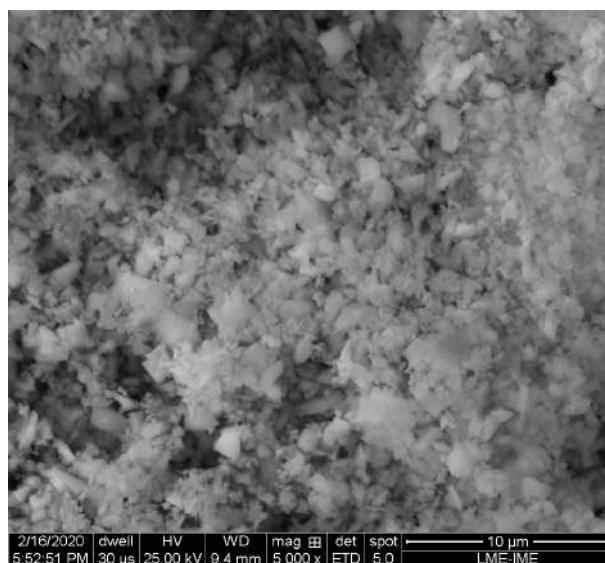


Figura 64 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de SiC 15C conforme recebido, magnificação 5.000x

Fonte: Autor

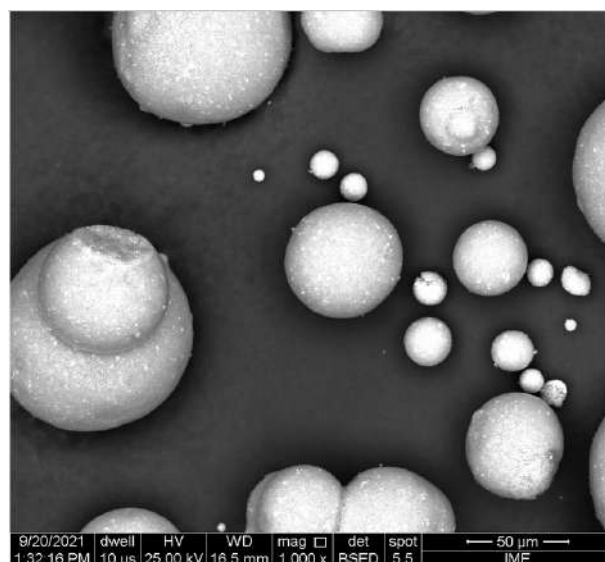


Figura 65 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 1.000x

Fonte: Autor



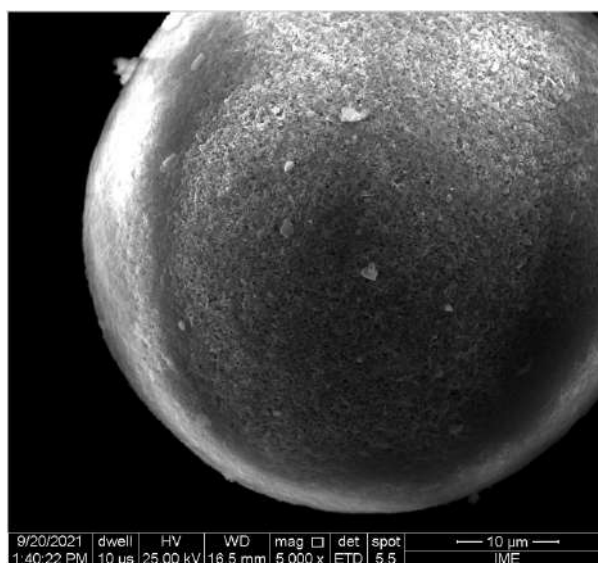


Figura 66 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 5.000x

Fonte: Autor

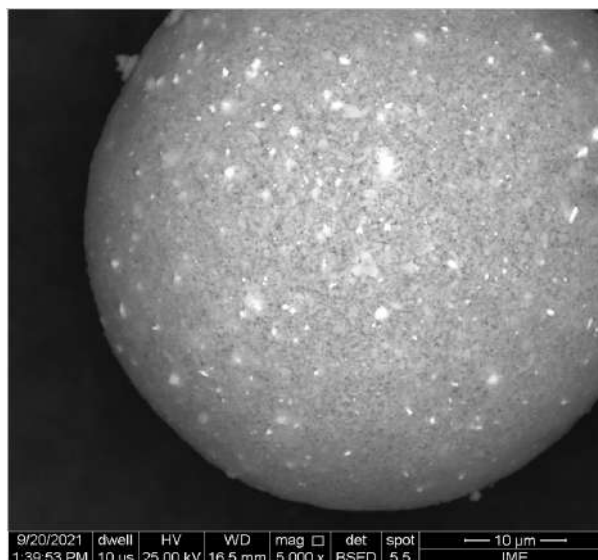


Figura 67 – Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados do pó de SiC Densitec conforme recebido, magnificação 5.000x

Fonte: Autor

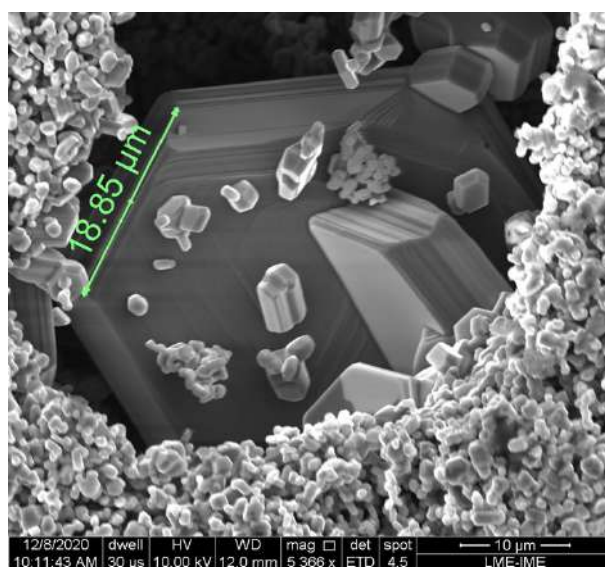


Figura 68 – Imagem de MEV utilizando elétrons secundários da superfície da amostra M0, do grupo 1900, magnificação 5.366x

Fonte: Autor

## APÊNDICE C – TABELAS

Tabela 25 – SiC com 4% de ligante

Pressão (MPa)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	DT (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade (%)
28	1,69	3,21	52,7
56	1,70	3,21	52,8
83	1,73	3,21	53,8
111	1,74	3,21	54,1

Tabela 26 – SiC com 6% de ligante

Pressão (MPa)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	DT (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade (%)
28	1,62	3,21	50,3
56	1,64	3,21	51,0
83	1,68	3,21	52,4
111	1,70	3,21	53,1
139	1,70	3,21	52,8

Tabela 27 – Densidade teórica calculada da mistura M1

	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	% em peso
SiC	3,21	99
ZrO <sub>2</sub>	5,68	0,73
CeO <sub>2</sub>	7,13	0,27
<b>Mistura</b>	<b>3,23</b>	

Tabela 28 – Densidade teórica calculada da mistura M5

	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	% em peso
SiC	3,21	95
ZrO <sub>2</sub>	5,68	3,63
CeO <sub>2</sub>	7,13	1,37
<b>Mistura</b>	<b>3,29</b>	

Tabela 29 – Densidade teórica calculada da mistura M15

	Densidade ( $g/cm^3$ )	% em peso
SiC	3,21	85
ZrO <sub>2</sub>	5,68	10,90
CeO <sub>2</sub>	7,13	4,10
<b>Mistura</b>	<b>3,45</b>	

Tabela 30 – Dados do Corpo verde da mistura M0

Espessura média (mm)	Massa (g)	Densidade (%)
5,02	1,51	53,21
5,03	1,50	52,54
5,15	1,51	51,90
5,04	1,51	52,83
5,08	1,50	52,17

Tabela 31 – Dados do Corpo verde da mistura M1

Espessura média (mm)	Massa (g)	Densidade (%)
5,09	1,50	51,83
5,04	1,52	52,80
5,01	1,50	52,54
5,06	1,50	51,90
5,10	1,51	52,08

Tabela 32 – Dados do Corpo verde da mistura M5

Espessura média (mm)	Massa (g)	Densidade (%)
4,86	1,50	53,10
4,86	1,49	52,81
4,91	1,50	52,61
4,86	1,50	53,03
4,87	1,49	52,88

Tabela 33 – Dados do Corpo verde da mistura M15

Espessura média (mm)	Massa (g)	Densidade (%)
4,56	1,52	54,60
4,55	1,50	54,00
4,58	1,53	54,59
4,58	1,50	53,68
4,54	1,51	54,59