

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

JEREMIAS ISMAEL NUNES FORTINI

**CARBETO DE SILÍCIO ADITIVADO COM SILÍCIO PARA APLICAÇÃO EM
BLINDAGENS INDIVIDUAIS**

**RIO DE JANEIRO
2023**

JEREMIAS ISMAEL NUNES FORTINI

CARBETO DE SILÍCIO ADITIVADO COM SILÍCIO PARA APLICAÇÃO EM
BLINDAGENS INDIVIDUAIS

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

Orientador(es): Cel. Eduardo de Sousa Lima, D.Sc.
Atair Sória Pereira, D.Sc.

Rio de Janeiro

2023

©2023

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).

Fortini, Jeremias Ismael Nunes.

CARBETO DE SILÍCIO ADITIVADO COM SILÍCIO PARA APLICAÇÃO EM BLINDAGENS INDIVIDUAIS / Jeremias Ismael Nunes Fortini. – Rio de Janeiro, 2023.

171 f.

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

Tese (doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência e Engenharia de Materiais, 2023.

1. Carbetto de Silício; Silício; Placa Balística; Sinterização; Requisito Operacional Conjunto. i. de Sousa Lima, Cel. Eduardo (orient.) ii. Sória Pereira, Atair (orient.) iii. Título

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Ten Cel QEM JEREMIAS ISMAEL NUNES FORTINI

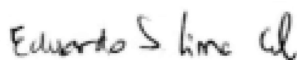
**CARBETO DE SILÍCIO ADITIVADO COM SILÍCIO PARA APLICAÇÃO EM
BLINDAGENS INDIVIDUAIS**

Tese apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

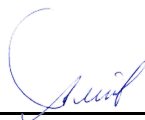
Orientador: Cel Eduardo de Sousa Lima – D.C. do IME

Coorientador: Professor Altair Soria Pereira – D.C. da UFRGS

Aprovada em 31 de outubro de 2023 pela seguinte Banca Examinadora:



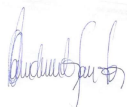
Cel Eduardo de Sousa Lima – D.C. do IME – Presidente



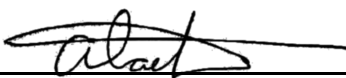
Prof. Altair Soria Pereira – D.C. da UFRGS – Coorientador



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



Prof. Claudinei dos Santos – D.C. da UERJ-FAT



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



Prof. André Ben-Hur da Silva Figueiredo – D.C. do IME

Rio de Janeiro

2023

À minha família, cujo apoio incondicional foi uma constante fonte de encorajamento e estabilidade, permitindo-me enfrentar todos os desafios apresentados ao longo desta jornada acadêmica.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, expresso minha profunda gratidão ao meu orientador, Cel Sousa Lima, cuja orientação e suporte foram fundamentais para o desenvolvimento e conclusão deste projeto de pesquisa.

Também sou grato ao meu coorientador, Professor Altair Sória Pereira, pelo inestimável suporte técnico e acesso ao Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. A colaboração dos alunos João Vitor e Frederico, assim como dos professores da UFRGS, foi vital para a execução dos experimentos e procedimentos de sinterização.

Minha gratidão se estende ao Professor José Brant de Campos, da UERJ, pela contribuição nas análises de Rietveld, e aos Servidores Cíveis Leonardo e Leandro, do Laboratório de Ensaios Mecânicos do IME, pela realização dos ensaios de dureza. Agradeço também ao Servidor Cível Danilo pela assistência nas operações de Microscopia Eletrônica de Varredura. Agradeço ainda ao Dr. Rubens e ao 1º Ten Foluke, do IPqM, pelo suporte nos ensaios de excitação por impulso.

Quero expressar meu agradecimento ao Grupo de Carbetos de Silício, especialmente aos membros Aquiles, Magno, Pedro Henrique, Camila, Karina, Marcela, Gabriel e demais, pela troca de informações e parceria ao longo do projeto.

À empresa RIMA, representada pelo Sr. Roberval e Sr. França, e à Empresa DUPONT, especificamente aos colaboradores Allan, Marcelo Borges, Adriano e Lucian, agradeço pelo fornecimento de insumos e pela execução dos testes balísticos.

Finalmente, expresso meu reconhecimento ao corpo técnico e administrativo da Seção de Engenharia de Materiais do IME e aos membros da Banca Examinadora por suas contribuições críticas e esclarecimentos que aprimoraram esta pesquisa.

O conjunto dessas colaborações foi essencial para a realização deste trabalho e merece meu mais sincero agradecimento.

RESUMO

O desenvolvimento de materiais balísticos resistentes a novas ameaças é um tema de grande preocupação no cenário global. No Brasil, em 2018, o Ministério da Defesa estabeleceu os Requisitos Operacionais Conjuntos (ROC) para os materiais de proteção balística das Forças Armadas. A solução balística para alguns dos calibres levantados ainda não é atendida pelo mercado interno. Uma condição fundamental no desenvolvimento de equipamentos de proteção balística é que permitam uma maior mobilidade ao usuário aliada à proteção contra calibres de maior energia cinética. Nesse sentido, o presente estudo verificou a potencialidade de peças sinterizadas de carbetto de silício (SiC) aditivadas com silício (Si), para servir como parte de uma solução balística de produção nacional, do tipo Sistema de Blindagem Multicamadas (SBM), para compor placas *stand alone* em coletes de assalto. Apesar do SiC ser largamente utilizado na fabricação de materiais de proteção balística, e o Si ser comumente utilizado na fabricação de placas balísticas de compósito SiC-Si, produzidas pelo método *Reaction Bonded Silicon Carbide* (RBSC), pouquíssimas alternativas de adição de Si ao SiC são encontradas na literatura. Não foram encontrados estudos que tratem da sinterização do compósito SiC-Si em presença de fase líquida. Neste trabalho, foram produzidas peças sinterizadas a partir de misturas de pós nas quais Si foi adicionado ao SiC puro ou foi adicionado a uma mistura de SiC com outros aditivos. As amostras sem outros aditivos, não apresentaram boa densificação nem boas propriedades mecânicas. As amostras com outros aditivos, além do Si apresentaram boa densificação (entre 82% e 95%) e boas propriedades mecânicas, como módulo de elasticidade acima de 250 GPa, Resistência à Flexão acima de 200 MPa, dureza HV05 acima de 20 GPa e impedância de choque acima de $25,23 \times 10^6 \text{ kg/m}^2\text{s}$). O desempenho balístico dos sistemas onde o Si foi adicionado ao SiC previamente misturado com outros aditivos foi satisfatório para diversas espessuras do material cerâmico. Assim o Si pode ser considerado como um promissor aditivo para aplicação balística, em virtude da significativa redução de densidade dos corpos de provas sinterizados com maiores percentuais de Si.

Palavras-chave: Carbetto de Silício; Silício; Placa Balística; Sinterização; Requisito Operacional Conjunto.

ABSTRACT

The development of ballistic materials resistant to new threats is a matter of significant concern on the global stage. In Brazil, in 2018, the Ministry of Defense established the Joint Operational Requirements (JOR) for the ballistic protection materials of the Armed Forces. A ballistic solution for some of the calibers identified is not yet available from the domestic market. A fundamental condition in the development of ballistic protection equipment is that it allows for greater mobility for the user while providing protection against higher kinetic energy calibers. In this regard, the current study examined the potential of sintered silicon carbide (SiC) parts with added silicon (Si), to act as part of a national production ballistic solution, such as the Multilayer Armor System (MAS), for use in stand-alone plates in assault vests. Although SiC is widely used in the manufacture of ballistic protection materials, and Si is commonly used in the production of composite SiC-Si ballistic plates, produced by the Reaction Bonded Silicon Carbide (RBSC) method, very few alternatives for adding Si to SiC are found in the literature. No studies were found addressing the sintering of the SiC-Si composite in the presence of a liquid phase. In this work, sintered parts were produced from powder mixtures in which Si was added to pure SiC or to a mixture of SiC with other additives. Samples without additional additives did not exhibit good densification or mechanical properties. The samples with additional additives, including Si, showed good densification (between 82% and 95%) and favorable mechanical properties, such as an elastic modulus above 250 GPa, flexural strength over 200 MPa, HV05 hardness greater than 20 GPa, and shock impedance above $25,23 \times 10^6$ kg/m²s. The ballistic performance of the systems where Si was added to SiC previously mixed with other additives was satisfactory for various thicknesses of the ceramic material. Thus, Si can be considered a promising additive for ballistic applications, due to the significant reduction in the density of the sintered test specimens with higher percentages of Si.

Keywords: Silicon Carbide; Silicon; Ballistic Plate; Sintering; Joint Operational Requirement.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Armadura romana.	26
Figura 2.2 – Proteção balística coreana do século XVIII.	27
Figura 2.3 – Modelo de colete e capacete balístico utilizado pela tripulação em bombardeios.	28
Figura 2.4 – Coletes balísticos com insertos de materiais cerâmicos utilizados pelos americanos na Guerra do Vietnã.	29
Figura 2.5 – Colete balístico modelo PASGT.	29
Figura 2.6 – Vestimenta antibombas.	30
Figura 2.7 – Colete modular americano IOTV.	31
Figura 2.8 – Colete de assalto americano SPCS.	31
Figura 2.9 – Imagem frontal (e) e dorsal (d) do colete adotado pelo EB.	32
Figura 2.10–Configuração do teste balístico conforme a NIJ.	38
Figura 2.11–Verificação do desempenho balístico através da medida do trauma em um material de apoio (plastilina).	39
Figura 2.12–Equipamento Tumbler utilizado na avaliação de coletes balísticos pela NIJ 0101.06.	41
Figura 2.13–Simulação da realização de um teste para avaliar o limite balístico de um material.	43
Figura 2.14–Gráfico correlacionando o módulo de elasticidade específico com o limite de resistência à tração específico das principais fibras do mercado.	44
Figura 2.15–Evolução das fibras balísticas conforme o desempenho de V50.	46
Figura 2.16–Composição do SBM com fibras naturais.	47
Figura 2.17–Diferentes estágios associados ao impacto entre projétil e material cerâmico de blindagem: a) estágio da quebra; b) estágio da erosão; c) estágio da captura.	51
Figura 2.18–Placas balísticas cerâmicas de SiC em forma de (1) mosaico e (2) monolítica.	52
Figura 2.19–Diagrama de fases Si-C.	54
Figura 2.20–Sítio tetraédrico do SiC, com o átomo de Si no centro e os átomos de C nos vértices.	54
Figura 2.21–Sequência de empilhamento dos politipos mais comuns de SiC.	55
Figura 2.22–Ligação por reação de SiC.	58
Figura 2.23–Micrografia em MEV de um componente fabricado por ligação por reação (<i>reaction bonding</i>).	58
Figura 2.24–Placas balísticas de SiC monolíticas fabricadas por RBSC.	60
Figura 2.25–Representação esquemática do reator CVD.	61

Figura 2.26–Imagem em MEV da seção transversal de SiC depositado por CVD sobre Si.	61
Figura 2.27–Principais precursores do SiC via conversão polimérica.	62
Figura 2.28–Imagens de SEM do (a) Compósito SiCf/SiC, com matriz obtida por PDC e (b) aumento na interface do compósito.	63
Figura 2.29–Prensagem uniaxial a frio de ação (a) simples e (b) dupla.	64
Figura 2.30–Processo de prensagem a frio: (a) <i>dry bag</i> e (b) <i>wet bag</i>	65
Figura 2.31–Esquema de redução da energia superficial de partículas: (a) Densificação seguida por crescimento de grão; (b) Crescimento de partículas (“ <i>coarsening</i> ”).	66
Figura 2.32–Sinterização em estado sólido.	67
Figura 2.33–Representação esquemática da sinterização por fase sólida: (a) contato tangencial entre as partículas; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário; (d) estágio final.	67
Figura 2.34–Sinterização com presença de fase líquida.	68
Figura 2.35–Forno de prensagem a quente: (a) HP e (b) HIP.	69
Figura 2.36–Configuração de um sistema de SPS.	71
Figura 2.37–Diagrama da adição de Al_2O_3 - Y_2O_3 em SiC.	73
Figura 2.38–Gráfico tensão (σ) vs. deformação (ϵ).	78
Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais. Legenda: PM – Perda de Massa; Retr – Retração	79
Figura 3.2 – Matriz cilíndrica com 15 mm de diâmetro.	86
Figura 3.3 – Matriz de seção reta hexagonal.	87
Figura 3.4 – Forno elétrico tubular.	88
Figura 3.5 – Taxa de aquecimento e resfriamento da retirada de ligantes.	89
Figura 3.6 – Forno com elemento aquecedor de grafite e atmosfera de Ar.	90
Figura 3.7 – Amostras dispostas sobre o leito de SiC no cadinho de grafite.	90
Figura 3.8 – Montagem do SBM utilizados nos testes balísticos.	92
Figura 3.9 – Amostras no interior da autoclave.	92
Figura 3.10–Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers. (a) Trinca radial-mediana e (b) Trinca de Palmqvist	97
Figura 3.11–Equipamento utilizado para a realização do ensaio de excitação por impulso.	100
Figura 3.12–Componentes utilizados no teste balístico: (a) SBM; (b) Massa de Plastilina Roma® Nr 1; (c) provete utilizado para o disparo do projétil 5,56 x 45 mm SS109; (d) SBM fixado sobre RP1.	101
Figura 3.13–Esquema de realização do ensaio balístico.	102
Figura 4.1 – Difractogramas de Si e Si (moído).	104
Figura 4.2 – Difractograma do pó S1.	104

Figura 4.3 – Difratoograma do pó S2.	105
Figura 4.4 – Difratoogramas do leito de SiC inicial e final.	105
Figura 4.5 – Imagem do interior do cadinho antes (a) e após (b) as sinterizações das pastilhas de SiC-Si com leito de SiC.	106
Figura 4.6 – Distribuição acumulada do tamanho de partícula do Si em função do tempo de moagem, em escala logarítmica, obtido pela técnica de espelhamento de luz conforme item 3.2.2.	107
Figura 4.7 – Micrografias de S2 com aumento de (a) 15.000X e (b) 5.000X.	108
Figura 4.8 – Micrografias de S2 com aumento de (a) 300X e (b) 100X.	108
Figura 4.9 – Micrografia do Si peneirado como recebido, com aumento de (a) 300X e (b) 100X.	109
Figura 4.10–Micrografia do Si moído, com aumento de (a) 5.000X e (b) 300X.	109
Figura 4.11–Densificação dos corpos verdes em relação à densidade teórica.	110
Figura 4.12–Indexação dos picos da amostra S1.15_1600.	112
Figura 4.13–Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15 (pó).	112
Figura 4.14–Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1600, da Etapa 1 de processamento.	113
Figura 4.15–Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1800, da Etapa 1 de processamento.	113
Figura 4.16–Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1950, da Etapa 3 de processamento.	114
Figura 4.17–Refinamento de Rietveld da amostra S2.25_1950.	114
Figura 4.18–Identificação dos picos de DRX da amostra S1.15_1950, da Etapa 3 de processamento.	114
Figura 4.19–Micrografia de (a) S1.00_1600 °C e (b) S1.00_1800 °C, com aumento de 10.000x.	116
Figura 4.20–Micrografia de (a) S1.05_1600 °C e (b) S1.05_1800 °C, com aumento de 10.000x.	116
Figura 4.21–Superfície de fratura do CP S1.05_1800 °C, com aumento de 70x.	117
Figura 4.22–Micrografia de (a) S1.15_1600 °C e (b) S1.15_1800 °C, com aumento de 10.000x	117
Figura 4.23–Micrografia de S1.15_1800 °C, com aumento de 20.000x.	118
Figura 4.24–Micrografia de (a) S1.25_1600 °C e (b) S1.25_1800 °C, com aumento de 10.000x.	118
Figura 4.25–Micrografia de S1.25_1800 °C, observada em detector de elétrons retro- espalhados, com aumento de 140x.	119
Figura 4.26–Micrografia de (a) S2.15_1600 °C e (b) S2.15_1800 °C, com aumento de 10.000x.	119
Figura 4.27–Micrografia de S1.15_1950 °C, com aumento de 10.000x.	120

Figura 4.28–Superfície da amostra S1.15 com (a) 50x de aumento e (b) 400x de aumento.	120
Figura 4.29–Micrografia da superfície de fratura de S2.00_1950 °C, com aumento de 10.000x.	121
Figura 4.30–Micrografia de S2.00_1950 °C, observada em detector de elétrons retro-espalhados, com aumento de 5.000x.	121
Figura 4.31–Micrografia da superfície da amostra S2.00_1950, com aumento de 400x.	122
Figura 4.32–Micrografia da superfície de fratura de S2.05_1950 °C, com aumento de 10.000x.	123
Figura 4.33–Micrografia de S2.05_1950 °C, observada em detector de elétrons retro-espalhados, com aumento de 2.500x.	123
Figura 4.34–Micrografia de S2.05_1950 °C, observada com aumento de 20.000x. . .	124
Figura 4.35–Micrografia da superfície da amostra S2.05_1950, com (a) aumento de 50x e (b) aumento de 200x.	124
Figura 4.36–Micrografia da superfície de fratura de S2.15_1950 °C, com aumento de 20.000x.	125
Figura 4.37–Micrografia da superfície de fratura de S2.25_1950 °C, com aumento de 1.000x.	126
Figura 4.38–Resultados da tensão média de flexão para amostras sinterizadas à 1950 °C na Etapa 2 de sinterizações.	135
Figura 4.39–Valores do Módulo de Elasticidade (E) obtidos pelo ensaio de excitação por impulso.	135
Figura 4.40–Resultados de dureza HV 0,5.	137
Figura 4.41–Intentação HV 0,5 em amostra S1.15.	137
Figura 4.42–(a) trincas radiais apresentadas na amostra S2.05 e (b) deformação nas arestas apresentadas na amostra S2.25.	138
Figura 4.43–Resultados de dureza Knoop para as amostras (a) S2.00, (b) S2.05, (c) S2.15 e (d) S2.25.	139
Figura 4.44–Resultados de dureza HRA para as amostras fabricadas a partir do pó S2.	140
Figura 4.45–Gráfico da relação dureza/densidade de cerâmicas de aplicação balística.	141
Figura 4.46–Teste balístico da amostra S1.15.	143
Figura 4.47–Teste realizado na placa de polietileno de ultra alto peso molecular, sem o inserto cerâmico.	144
Figura 4.48–(a) placa SBM após os impactos balísticos e (b) penetração BFD no material de apoio PR1.	145
Figura A.1–S1 (pó) – S1.00	161
Figura A.2–Si	161
Figura A.3–Si (moído)	161
Figura A.4–S1_1600 °C	161

Figura A.5–S1_1800 °C	161
Figura A.6–S1.05_1600 °C	162
Figura A.7–S1.05_1800 °C	162
Figura A.8–S1.15_1600 °C	162
Figura A.9–S1.15_1800°C	162
Figura A.10–S1.25_1600 °C	162
Figura A.11–S1.25_1800 °C	163
Figura A.12–Leito de pó (inicial)	163
Figura A.13–Leito de pó (final)	163

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Documentos elaborados na fase de Formulação Conceitual.	33
Tabela 2.2 – Níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.04.	37
Tabela 2.3 – Níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.06.	40
Tabela 2.4 – Níveis de proteção propostos para a NIJ 0123.00.	42
Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais em comparação com a fibra de aramida.	48
Tabela 2.6 – Relação de fabricantes de cerâmicas de SiC para placas balísticas. . . .	53
Tabela 2.7 – Propriedades das principais cerâmicas avançadas.	56
Tabela 2.8 – Características de algumas cerâmicas balísticas comerciais de SiC. . . .	57
Tabela 2.9 – Aditivos de sinterização do SiC.	72
Tabela 2.10–Velocidade sônica das principais cerâmicas de aplicação balística. . . .	77
Tabela 3.1 – Dados fornecidos pelo fabricante sobre o grau de pureza de S1.	80
Tabela 3.2 – Dados fornecidos pelo fabricante sobre o grau de pureza de S2.	80
Tabela 3.3 – Distribuição do tamanho de partículas de Si como recebido.	81
Tabela 3.4 – Valor da densidade teórica das misturas dos corpos verdes calculado por regra das misturas.	84
Tabela 3.5 – Condições de descontaminação do vaso e corpos moedores.	85
Tabela 3.6 – Condições de moagem.	86
Tabela 3.7 – Listagem das condições das amostras e as suas abreviações.	91
Tabela 3.8 – Condições de sinterização das Etapas 1, 2 e 3.	91
Tabela 3.9 – Condições de processamento e sinterização dos testes complementares com o pó S1.	94
Tabela 3.10–Calibres ensaiados nos testes balísticos.	102
Tabela 4.1 – Percentual (%) em volume de fases determinadas pelo refinamento de Rietveld nos difratogramas dos pós.	103
Tabela 4.2 – Área associada à superfície específica dos pós.	106
Tabela 4.3 – Percentuais de fases refinadas pelo método de Rietveld.	111
Tabela 4.4 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.00_1950 °C.	122
Tabela 4.5 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.05_1950 °C.	124
Tabela 4.6 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.15_1950 °C.	125
Tabela 4.7 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.25_1950 °C.	126
Tabela 4.8 – Resultados de Arquimedes e densificação para a Etapa 1 de Sinterização.	127
Tabela 4.9 – Comparação da densificação de S2.15_1800 com dados da literatura. .	127
Tabela 4.10–Resultados de Arquimedes para a Etapa 2 de Sinterização.	128
Tabela 4.11–Resultados ρ_g e densidade relativa (ρ_g/ρ_m) dos CP sinterizados na Etapa 3.	129

Tabela 4.12–Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 1.	130
Tabela 4.13–Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 2.	131
Tabela 4.14–Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 3.	132
Tabela 4.15–Resultados de variação volumétrica e perda de massa dos testes complementares com mistura a partir de S1.	134
Tabela 4.16–Valores obtidos para velocidade sônica longitudinal das amostras. . . .	136
Tabela 4.17–Resultados de K_{IC} para as amostras testadas.	142
Tabela 4.18–Penetração BFD em milímetros para os ensaios balísticos sob o calibre 7,62x39 mm MSC (M43).	143
Tabela 4.19–Penetração BFD em milímetros para os ensaios balísticos sob o calibre 5,56 x 45 mm SS109.	143
Tabela 4.20–Peso SBM (kg) para cada espessura de solução de inserto cerâmico desenvolvido.	146
Tabela 4.21–Placas <i>stand alone</i> disponíveis no mercado.	146
Tabela 4.22–Resumo dos principais resultados obtidos.	147

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BFD	<i>backface deformation</i>
BFS	<i>backface signature</i>
CAEx	Centro de Avaliações do Exército
CMC	Compósito de matriz cerâmica
COBRA	Sistema Combatente Brasileiro
COLOG	Comando Logístico
COMOP	Compreensão das Operações
CONDOP	Condicionantes Doutrinárias e Operacionais
COTER	Comando de Operações Terrestres
CVD	Deposição química por vapor
DCT	Departamento de Ciência e Tecnologia
EB	Exército Brasileiro
EDS	Espectrometria de dispersão de energia
EME	Estado Maior do Exército
FA	Forças Armadas
IME	Instituto Militar de Engenharia
HIP	Prensagem isostática a quente
HIPSiC	Carbeto de silício sinterizado por prensagem isostática a quente
HP	Prensagem a quente
IOTV	<i>Improved Outer Tactical Vest</i>
MAPATEC	Mapa de Tecnologias
MD	Ministério da Defesa
MEM	Material de Emprego Militar
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

ODG	Órgão de Direção Geral
ODOp	Órgão de Direção Operacional
ODS	Órgãos de Direção Setorial
OTV	<i>Outer Tactical Vest</i>
PR1	Plastilina Roma® nº 1
RBSC	<i>Reaction Bonded Silicon Carbide</i>
RO	Requisitos Operacionais
ROC	Requisitos Operacionais Conjuntos
RTLI	Requisitos Técnicos, Logísticos e Industriais
RTO	Restritos
S1	SiC sem aditivos comerciais da empresa Fiven
S2	SiC com aditivos comerciais da empresa Fiven
SBM	Sistema de Blindagem Multicamadas
SHS	Síntese por Combustão Auto-Sustentada a Alta Temperatura
SMEM	Sistemas e Materiais de Emprego Militar
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
cm	centímetro
E	Módulo de Elasticidade
g	grama
GPa	Giga Pascal
K	grau Kelvin
kg	quilograma
K_{IC}	tenacidade à fratura
m	metro
Mea	massa específica aparente
mm	milímetro
MPa	Mega Pascal
m_u	massa saturada
ρ_a	densidade aparente medida Arquimedes
ρ_g	densidade geométrica
ρ_i	densidade em peso fase i
dma	massa aparente
ρ_{mr}	densidade percentual
s	segundo
w_i	percentual em peso da fase i
$\alpha\text{-SiC}$	carbeto de silício hexagonal e romboédrico
$\beta\text{-SiC}$	carbeto de silício cúbico
v_a	volume aparente
m_i	massa imersa

ρ_r densidade teórica pelo método de Rietveld

μm micrômetro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	22
1.1	OBJETIVOS	24
1.2	HIPÓTESE	24
1.3	JUSTIFICATIVA	24
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
2.1	PROTEÇÃO BALÍSTICA INDIVIDUAL	26
2.1.1	COLETE DE PROTEÇÃO BALÍSTICA NACIONAL	31
2.1.2	NORMAS DE ENSAIOS BALÍSTICOS	36
2.1.3	FIBRAS BALÍSTICAS DE ALTO DESEMPENHO	43
2.2	MATERIAIS CERÂMICOS	48
2.2.1	BLINDAGENS BALÍSTICAS	48
2.2.2	BLINDAGENS MULTICAMADAS	51
2.3	O CARBETO DE SILÍCIO	52
2.4	PROCESSAMENTO DO SIC	57
2.4.1	LIGAÇÃO POR REAÇÃO	57
2.4.2	DEPOSIÇÃO QUÍMICA A VAPOR	60
2.4.3	MÉTODO DE CONVERSÃO POLIMÉRICA	62
2.5	CONFORMAÇÃO DO SIC	63
2.5.1	PRENSAGEM UNIAXIAL A FRIO	63
2.5.2	PRENSAGEM ISOSTÁTICA A FRIO	64
2.6	MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO	65
2.6.1	SINTERIZAÇÃO EM FASE SÓLIDA	66
2.6.2	SINTERIZAÇÃO EM FASE LÍQUIDA	67
2.7	MÉTODOS DE SINTERIZAÇÃO	68
2.7.1	PRENSAGEM A QUENTE UNIAXIAL OU ISOSTÁTICA	68
2.7.2	SINTERIZAÇÃO EM FORNO RESISTIVO	69
2.7.3	SINTERIZAÇÃO VIA FORMAÇÃO DE PLASMA POR CENTELHAMENTO	70
2.7.4	SINTERIZAÇÃO DO SIC	71
2.8	O SILÍCIO	73
2.9	COMPORTAMENTO DINÂMICO DOS MATERIAIS	76
3	MATERIAIS E MÉTODOS	79
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	80
3.1.1	CARBETO DE SILÍCIO "S1"	80
3.1.2	CARBETO DE SILÍCIO "S2"	80

3.1.3	SILÍCIO	81
3.1.4	LIGANTES	81
3.2	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	81
3.2.1	ÁREA ASSOCIADA À SUPERFÍCIE ESPECÍFICA	81
3.2.2	TAMANHO DE PARTÍCULA	82
3.2.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	82
3.2.4	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	83
3.3	PROCESSAMENTO	83
3.3.1	PREPARAÇÃO DAS MISTURAS	84
3.3.2	PRENSAGEM DOS CORPOS VERDES	86
3.3.2.1	DENSIDADE A VERDE	87
3.3.2.2	RETIRADA DOS LIGANTES E PRÉ-SINTERIZAÇÃO	88
3.3.3	SINTERIZAÇÃO DAS MISTURAS SIC-SI	89
3.3.4	PREPARAÇÃO DO SBM	91
3.3.5	TESTES COMPLEMENTARES COM O PÓ S1	93
3.4	DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS	94
3.4.1	DENSIDADE E POROSIDADE	94
3.4.2	RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA	95
3.5	DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	95
3.5.1	ENSAIOS DE DUREZA	95
3.5.2	ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA	96
3.5.3	ENSAIO DE FLEXÃO BIAXIAL	98
3.5.4	EXCITAÇÃO POR IMPULSO	99
3.6	ENSAIOS BALÍSTICOS	100
3.7	ANÁLISE ESTATÍSTICA	102
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	103
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	103
4.1.1	FASES CRISTALINAS	103
4.1.2	ÁREA ASSOCIADA À SUPERFÍCIE ESPECÍFICA	106
4.1.3	TAMANHO DE PARTÍCULA	107
4.1.4	MORFOLOGIA	107
4.1.5	DENSIDADE DOS CORPOS VERDES	110
4.2	PROPRIEDADES FÍSICAS DOS CPS SINTERIZADOS	111
4.2.1	FASES CRISTALINAS	111
4.2.2	MICROESTRUTURA	115
4.2.3	DENSIDADE E POROSIDADE	126
4.2.4	RETRAÇÃO E PERDA DE MASSA	129
4.2.5	RESISTÊNCIA À FLEXÃO	134
4.2.6	MÓDULO DE ELASTICIDADE	135

4.2.7	DUREZA VICKERS	136
4.2.8	DUREZA KNOOP	138
4.2.9	DUREZA ROCKWELL A	139
4.2.10	RELAÇÃO DUREZA/DENSIDADE	140
4.2.11	TENACIDADE À FRATURA	141
4.2.12	TESTES BALÍSTICOS	142
4.2.13	RESUMO DOS RESULTADOS OBTIDOS	147
5	CONCLUSÕES	148
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	150
	REFERÊNCIAS	151
	APÊNDICE A – DIFRATOGRAMAS REFINADOS PELO MÉTODO DE RIETVELD	161
	APÊNDICE B – ANÁLISE DE VARIÂNCIA E TESTE DE TUKEY	164
B.1	DUREZA HV0,5	164
B.2	ARQUIMEDES	166
B.3	DENSIDADE DO CP VERDE	167
B.4	ENSAIO DE FLEXÃO	168
B.5	TENACIDADE À FRATURA - MÉTODO NIIHARA	169
B.6	TENACIDADE À FRATURA - MÉTODO ANSTIS	170
B.7	TENACIDADE À FRATURA - MÉTODO LIANG	171

1 INTRODUÇÃO

A trajetória da humanidade está intrinsecamente ligada às disputas e conflitos que marcaram diferentes civilizações ao longo da história, e nesse contexto, os avanços científicos e tecnológicos desempenharam um papel crucial na inclinação da balança do poder. Os Persas estabeleceram um dos primeiros marcos na área de proteção balística individual ao adotarem coletes feitos de palha como uma defesa contra ataques corpo-a-corpo e projéteis como flechas (HENDERSON, 2019).

Ao longo dos séculos, houve inúmeras inovações nesse campo, culminando nos modernos equipamentos de proteção balística individual, como coletes e capacetes, que incorporam uma variedade de materiais em sua composição, desde metais e polímeros até cerâmicas e compósitos, incluindo fibras naturais (MAWKHLIENG; MAJUMDAR; LAHA, 2020). A eficácia desses equipamentos pode ser avaliada com base em quatro critérios principais: nível de proteção oferecido, durabilidade, peso e custo-benefício (PRAT *et al.*, 2012). Estes parâmetros são cruciais para a seleção e otimização de materiais que atendam aos requisitos operacionais de segurança sem comprometer a mobilidade e o conforto do usuário.

Os cerâmicos são extremamente duros e resistentes à compressão e ao desgaste. Quando utilizados em materiais balísticos são aplicados na camada mais externa da proteção, pois a sua elevada dureza permite a erosão e o estilhaçamento de projéteis, aumentando a área impactada entre projéteis e armaduras e dissipando a carga do impacto. Além disso, a cerâmica quebrada causa erosão mútua com os projéteis, produzindo forças laterais que impactam deslocamento e impedem a maior penetração do projétil (ANDRASKAR; TIWARI; GOEL, 2022).

Os materiais cerâmicos mais utilizados em blindagens balísticas individuais são alumina (Al_2O_3), carbetos de boro (B_4C), carbetos de silício (SiC) e nitreto de silício (Si_3N_4), que possuem grandes variações em suas propriedades e custos de processamento (MEDVEDOVSKI, 2010a; MEDVEDOVSKI, 2010b). Entre esses, a alumina foi o primeiro material cerâmico a ser utilizado com finalidades balísticas, mas, embora seu processamento tenha evoluído muito no decorrer dos anos e o custo de fabricação seja inferior aos demais, a sua densidade de $3,95 \text{ g/cm}^3$ é significativamente superior às dos outros materiais cerâmicos ($2,33 \text{ g/cm}^3$ do B_4C , $3,21 \text{ g/cm}^3$ do SiC e $3,44 \text{ g/cm}^3$ do Si_3N_4) (ZHAO *et al.*, 2020). Os materiais cerâmicos podem ser aplicados em conjunto com materiais com maior ductilidade, como lâminas de fibras de aramida (como por exemplo o Kevlar®) ou lâminas de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) (FIGUEIREDO *et al.*, 2018). As fibras e polímeros têm maior tenacidade, força específica, módulo específico, resistência à fadiga, resistência ao desgaste e absorção de choque em comparação com

os cerâmicos, e, quando usadas como material na parte traseira das placas cerâmicas, agem em conjunto, retardando a tração do material cerâmico, servindo de suporte para os estilhaços e possibilitando uma maior dissipação de energia cinética (JR *et al.*, 2019).

O SiC é um dos materiais cerâmicos mais utilizados nos diversos ramos da engenharia. As suas propriedades se destacam entre os demais materiais cerâmicos, como: alta dureza, alta condutividade térmica, resistência significativa à oxidação em temperaturas de até 1500 °C, inércia química, resistência à corrosão e resistência à radiação (ZHITNYUK; MAKAROV; GUSEVA, 2014). A sua densidade é 2,5 vezes menor que a do aço. No entanto, a sinterização de cerâmicas à base de carbetos de silício exige altas temperaturas, entre 1.900 e 2.200 °C. Fruto dessas elevadas temperaturas, faz-se necessária a inovação de processos, desenvolvimento de aditivos em composições eutéticas e a descoberta de novos aditivos, de forma a minimizar a energia gasta no processo (SHEN *et al.*, 2019). Além de emprego em blindagens, o SiC é usado como selo mecânico, tubos de suporte de termopares, mancais, bicos de vaporizador e válvulas (SALEIRO *et al.*, 2018).

Na aplicação em coletes balísticos o SiC é utilizado em placas balísticas, que podem ser do tipo stand alone, que são as placas que oferecem a proteção balística quando utilizadas independentemente, ou conjugadas, quando existe a necessidade da utilização de painéis balísticos flexíveis para fornecer a proteção pretendida. As placas stand alone tendem a ser mais pesadas do que as conjugadas, no entanto elas permitem ao material uma maior versatilidade de configurações de uso, de acordo com a missão a ser empregada (BHATNAGAR, 2018). O SiC sinterizado com pressão possui alto desempenho quando submetido a testes balísticos com as munições 7,62 × 39 mm, 7,62 × 51 mm NATO Ball FMJ (*full metal jacket*) e 7,62 × 54R LPS (*light steel core bullet*), mesmo após múltiplos impactos (6 tiros em cada placa) (MEDVEDOVSKI, 2010a).

Diversos países possuem as suas normas de classificação de níveis de proteção balística e de realização dos ensaios balísticos. As normas que possuem maior reconhecimento neste cenário são as normas do Instituto Nacional de Justiça dos Estados Unidos (NIJ - *National Institute of Justice*). No entanto, essas normas são direcionadas para materiais balísticos a serem utilizados por Órgãos de Segurança Pública e Privada, não abrangendo possíveis ameaças em que as FA podem ser empregadas nos variados Teatros Operacionais, tanto que as diferentes FA dos Estados Unidos possuem as suas normas específicas (CROUCH, 2019). Até 2018, as FA brasileiras utilizavam apenas as normas NIJ para definição dos níveis de proteção a serem adotados. No entanto, por meio da Portaria Normativa nº 14/MD, de 23 de março de 2018 (BRASIL, 2018), foram definidos os Requisitos Operacionais Conjuntos (ROC) para os materiais balísticos a serem adotados pelas 3 Forças (Exército, Marinha e Aeronáutica) (FILHO, 2019).

Considerando os novos requisitos estabelecidos pelo Ministério da Defesa, onde é prevista a adoção de coletes balísticos resistentes aos calibres: 5,56 x 45 mm SS 109 e 7,62

x 39 mm MSC (*mild steel core*) (M43), com dimensões e peso definidos, neste trabalho foi investigada a potencialidade de peças sinterizadas de SiC-Si para servir como parte de uma solução balística de produção nacional, do tipo Sistema de Blindagem Multicamadas (SBM). Especificamente, essas peças atuariam como placas *stand alone*, que seriam a primeira camada de proteção em coletes de assalto. As peças sinterizadas investigadas foram produzidas por sinterização à pressão ambiente (sem aplicação simultânea de pressão) a partir de misturas de pós nas quais Si foi adicionado a dois tipos de pós de SiC: um sem outros aditivos e outro com os aditivos Al_2O_3 e Y_2O_3 . Dessa forma, se procurou obter um produto que atenda aos Requisitos Operacionais Conjuntos com grande parte dos insumos nacionais e produzido através de um processo de fabricação 100% nacional.

1.1 Objetivos

O objetivo primordial desta investigação científica consiste em avaliar as potencialidades de materiais sinterizados a partir da mistura de pós de carvão de silício e silício, para serem empregados como componente primário em Sistemas de Blindagem Multicamadas resistentes aos calibres 5,56 x 45 mm SS 109 e 7,62 x 39 mm MSC (M43). Para a consecução deste objetivo maior, são estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- a) Conduzir a conformação e sinterização de corpos de prova (CP) utilizando SiC enriquecido com variadas proporções volumétricas de Si;
- b) Executar uma análise abrangente das propriedades físicas e mecânicas dos corpos de prova após o processo de sinterização; e
- c) Projetar, fabricar e submeter a ensaios balísticos os SBM visando proteção balística contra os calibres especificados nos Requisitos Operacionais Conjuntos.

1.2 Hipótese

Com base nos Requisitos Operacionais Conjuntos estabelecidos pelo Ministério da Defesa para proteção individual, postula-se que é viável desenvolver placas balísticas sinterizadas a partir de uma composição de pós de SiC e Si, que proporcionem proteção balística para as munições 5,56 x 45 mm SS 109 e 7,62 x 39 mm MSC (M43).

1.3 Justificativa

A motivação para esta pesquisa é fundamentada na necessidade de desenvolver uma solução balística que esteja em conformidade com os Requisitos Operacionais Conjuntos do Ministério da Defesa, conforme estipulado na Portaria Normativa nº 14/MD, de 23 de março de 2018. Nesse contexto, a sinterização de SiC com adição de Si, em um processo

sem aplicação de pressão externa, representa uma contribuição original ao campo, ainda não explorada na literatura científica existente.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta uma revisão sobre a evolução da proteção balística individual, destacando os materiais empregados para essa finalidade, com ênfase na aplicação de materiais cerâmicos. O capítulo aborda também as normas utilizadas para a classificação e testes balísticos a nível mundial e no Brasil.

2.1 Proteção Balística Individual

Ao longo dos séculos, as guerras foram determinantes para a expansão ou a extinção de inúmeras nações, sendo responsáveis diretamente pela evolução da humanidade em diversos campos, principalmente nas descobertas científicas (LESKE, 2018).

Com a evolução dos cenários de batalhas o homem sentiu a necessidade de cada vez mais aprimorar a sua proteção. Os Persas desenvolveram coletes de palha, que serviam para proteção contra flechas e impactos, que foram aprimorados pelos gregos e romanos que utilizaram cobre e bronze (Figura 2.1). Essas armaduras, que sofreram evoluções na Europa medieval e pelos samurais, em determinadas situações ofereciam proteção inclusive contra armas de fogo (DAVID; GAO; ZHENG, 2009).



Figura 2.1 – Armadura romana.

Fonte: Bella (2017).

A primeira versão de equipamento para proteção balística, que se assemelha aos modelos atuais, dando mobilidade ao usuário, é datada do século XVIII, na Coreia, onde foi desenvolvida uma vestimenta a partir de camadas de algodão em quantidade suficiente o bastante para proteger das armas de fogo da época, como observado na 2.2 (ROMERO, 2009). No Japão, foram produzidas peças com trinta camadas de seda que

proporcionavam proteção contra projéteis disparados por armas que utilizavam pólvora negra como propelente (HENDERSON, 2019). Em 1870 o criminoso Ned Kelly confeccionou uma vestimenta completa com cerca de quarenta quilogramas de metal, para a proteção da sua quadrilha, e acabou sendo alvejado na região dos braços, onde não era coberto pela proteção (LAMMLE, 2010; ROWEL, 2011).



Figura 2.2 – Proteção balística coreana do século XVIII.

Fonte: Site The Metropolitan Museum of Art

Em 1902 em Chicago nos Estados Unidos da América, foi desenvolvida uma vestimenta que era composta por uma mescla de chapas de metal de 1,6 mm de espessura entre quatro camadas de seda. Esse dispositivo tinha peso inferior a um quilograma e fornecia proteção para calibre .44 (LAMMLE, 2010). Esse produto se tornou um sucesso para a época, mas, o calor e o alto custo, devido à quantidade de seda aplicada, fizeram com que o Exército Norte Americano desaprovasse tal equipamento para uso de suas tropas (ROWEL, 2011).

Na Primeira Guerra Mundial os americanos equiparam os seus soldados com uma peça combinada que cobria o torso e a cabeça, o *Brewster Body Shield*, um equipamento construído à base de uma liga metálica de cromo e níquel que fornecia proteção contra tiros de rifle, mas pesava cerca de vinte quilos (ROWEL, 2011).

Em 1918, se tem a primeira notícia da aplicação de materiais cerâmicos com finalidade balística. O Major inglês Neville Monroe Hopkins descobriu que a aplicação de uma fina camada de esmalte na superfície do aço laminado aumentava a resistência à penetração das placas balísticas (HAZELL, 2021).

Na Segunda Guerra Mundial os tripulantes de bombardeiros utilizaram um colete que protegia todo torso e o assento dos militares (Figura 2.3)



Figura 2.3 – Modelo de colete e capacete balístico utilizado pela tripulação em bombardeios.

Fonte: Morris (2008)

Os soldados americanos que foram enviados para as guerras da Coreia e do Vietnã fizeram o uso das *flak Jackets*, que eram jaquetas acolchoadas, confeccionadas de placas de fibra de vidro em lâminas, nylon e alumínio, e tinham por objetivo defender os militares dos estilhaços de granadas. No entanto, a pouca eficácia e o grande peso tornaram este equipamento inviável após a criação de materiais mais leves e eficientes como o Kevlar (HENDERSON, 2019; DAVID; GAO; ZHENG, 2009).

Foram os norte-americanos os pioneiros no emprego da proteção balística para forças policiais. O aumento dos casos de homicídios de agentes de segurança na década de 1960 motivou o governo dos Estados Unidos, através do *National Institute of Justice* (NIJ), a desenvolver um colete de proteção balística para uso policial. A NIJ se tornou desde então o órgão de referência mundial na classificação dos níveis de proteção balística, bem como em testes e instruções normativas acerca de coletes balísticos e blindagem (HENDERSON, 2019; DAVID; GAO; ZHENG, 2009).

Na década de 1960, ainda, surgiram as fibras artificiais de aramida para aplicação balística, que foram responsáveis pela revolução dos equipamentos de proteção balística. Os laboratórios da empresa norte-americana DuPont® desenvolveram o Nomex® para substituir o metal em pneus de carros de corrida e em seguida o Kevlar® que chegou ao mercado em 1970, sendo essa a fibra sintética mais utilizada em proteção balística até os dias atuais. A aramida combina resistência, baixa massa específica e flexibilidade, o que possibilitou um avanço sem precedentes na produção dos coletes balísticos modernos.

Na década de 1970, foram desenvolvidos materiais cerâmicos para proteção balística que tinham como objetivo reduzir o peso das blindagens individuais e de aeronaves (Figura

2.4). Nessa ocasião, foram desenvolvidas placas balísticas à base de alumina e de carbeto de boro obtidas por prensagem a quente e por sinterização em presença de fase líquida.



Figura 2.4 – Coletes balísticos com insertos de materiais cerâmicos utilizados pelos americanos na Guerra do Vietnã.

Fonte: Site US Army Collectors

Na década de 1980, foram desenvolvidas placas cerâmicas maiores com aplicação em proteção veicular. Nessa década foi desenvolvido pelo exército americano o *Personnel Armor System for Ground Troops* (PASGT, ou Sistema de Blindagem Pessoal para Tropas Terrestres), que foi um importante sistema de proteção balística utilizado pelos americanos nas décadas de 1980 e 1990 (Figura 2.5).



Figura 2.5 – Colete balístico modelo PASGT.

Fonte: IWM Museum (2023).

Na década de 1990, os coletes com placas de alumina eram amplamente utilizados pelas principais FA, sendo progressivamente substituídos por placas de carbeto de silício

e carbeto de boro nos modelos mais recentes dos coletes de proteção balística, fruto das suas menores massas específicas (MEDVEDOVSKI, 2010a; MEDVEDOVSKI, 2010b).

Os modelos de coletes atuais, por meio do aperfeiçoamento das suas matérias primas, se adaptam à missão a qual o militar será empregado, podendo oferecer uma maior ou menor área coberta, e níveis maiores ou menores de proteção, contrapondo sempre com a mobilidade necessária no combate, pois quanto maior a área coberta e o nível de proteção, menor a mobilidade do militar. Tanto que os materiais utilizados por agentes de grupos antibombas protegem o corpo inteiro (Figura 2.6), enquanto os operadores de tropas especiais, adotam os coletes de assalto, que possuem apenas insertos de alto nível de proteção balística frontal e dorsal.



Figura 2.6 – Vestimenta antibombas.

Fonte: Security Pro USA (2023)

Nesse contexto, o Exército Norte Americano utiliza o conceito de colete modular, denominado *Improved Outer Tactical Vest (IOTV)*, podendo agregar ou retirar acessórios conforme o tipo de operação (Figura 2.7). Para missões onde exigem o máximo de mobilidade é utilizado o *Soldier Plate Carrier System (SPCS)* (Figura 2.8), que foi idealizado para reduzir o peso carregado pelos militares em missões específicas.



Figura 2.7 – Colete modular americano IOTV.

Fonte: Lopez (2017).



Figura 2.8 – Colete de assalto americano SPCS.

Fonte: Armor Express (2023).

2.1.1 Colete de Proteção Balística Nacional

O modelo de colete balístico adotado desde 2004 pelo Exército Brasileiro (EB) e pelas demais FA brasileiras é do tipo *Outer Tactical Vest* (OTV) que é o modelo anterior ao IOTV adotado pelas tropas norte americanas e que foi desenvolvido nos anos 2000 pelos americanos em substituição ao modelo PASGT (LI; FAN; GAO, 2022).

O colete adotado pelo EB possui o sistema de abertura frontal, conforme Figura 2.9, sendo composto de uma capa, um painel balístico frontal esquerdo, um painel balístico frontal direito, um painel balístico dorsal, uma placa balística frontal e uma placa balística dorsal. Podem compor ainda o colete, como acessórios, protetor de pescoço (ou gola), protetor pélvico, protetor glúteo e protetores de ombros.



Figura 2.9 – Imagem frontal (e) e dorsal (d) do colete adotado pelo EB.

A proteção especificada para o colete do EB é de nível III da NIJ 0101.04 (na seção 2.1.2 os níveis de proteção são detalhados), sendo este nível obtido por meio da atuação conjunta dos painéis e das placas balísticas. Os painéis balísticos isoladamente proporcionam o nível de proteção III-A, não sendo permitido a utilização das placas balísticas sem o uso dos painéis. Os painéis balísticos (flexíveis) são inseridos em bolsos internos da capa, enquanto as placas (rígidas) são inseridas nos bolsos externos da capa do colete.

A solução balística a ser desenvolvida neste trabalho pode ser aplicada nas placas stand alone, que podem ser utilizadas nos coletes de assalto (Figura 2.8), onde a razão entre a área de cobertura e a mobilidade é diminuída, mas, em compensação, buscam-se maiores níveis de proteção para a região coberta. Esse tipo de colete é denominado por muitos como *Plate Carrier* ou Porta Placa. Esse formato é muito utilizado por tropas que são empregadas em ações de iminente enfrentamento com o inimigo, como no caso de tropas de Forças Especiais em missões de assalto e resgate.

A definição das características dos equipamentos adotados pelos militares do EB, deve seguir os requisitos elaborados pelos Órgãos de Direção Geral (ODG) em consulta e coordenação com os Órgãos de Direção Setorial (ODS) e o Órgão de Direção Operacional (ODOp). O colete balístico é considerado um Material de Emprego Militar (MEM). Assim ele deve obedecer ao previsto pelo Ciclo de Vida dos Sistemas e Materiais de Emprego Militar (SMEM), normatizado pela Portaria do Comandante do Exército nº 233, de 15 de março de 2016, que aprovou as Instruções Gerais para a Gestão do Ciclo de Vida dos Sistemas e Materiais de Emprego Militar (EB10-IG-01.018), 1ª Edição, 2016. O processo de desenvolvimento de um novo material se concentra na 1ª e 2ª fase das quatro previstas do Ciclo de Vida do MEM, que são: - 1ª fase: formulação conceitual; - 2ª fase: obtenção; - 3ª fase: produção, utilização e manutenção; e - 4ª fase: desativação.

Na Tabela 2.1 são apresentados sumariamente os principais documentos previstos na EB10-IG-01.018 para a 1ª fase do Ciclo de Vida do SMEM.

Tabela 2.1 – Documentos elaborados na fase de Formulação Conceitual.

Fase	Documento	Finalidade	Órgão responsável
Formulação Conceitual	Compreensão das Operações (COMOP)	Documento que contém informações necessárias para orientar a concepção integrada de SMEM, tais como: a missão, o ambiente operacional, os tipos de operações, as funcionalidades a serem executadas e as intenções (desempenho esperado).	EME
	Condicionantes Doutrinárias e Operacionais (CONDOP)	Documento que contém os parâmetros que definem o emprego e o desempenho esperado de determinado MEM, considerando a Doutrina Militar Terrestre. Esse documento constitui a base para a elaboração dos Requisitos Operacionais (RO)	Centro de Doutrina do Exército (C Dout Ex/ COTER)
	Requisitos Operacionais (RO)	Documento que se segue às condicionantes doutrinárias e operacionais no processo de obtenção de um MEM, que lhe consubstancia as características restritas aos aspectos operacionais.	4ª SCh do EME
	Requisitos Técnicos, Logísticos e Industriais (RTLTI)	Documento que decorre dos RO e consiste na fixação das características técnicas, logísticas e industriais que o sistema ou material deverá ter para cumprir os requisitos operacionais.	DCT e COLOG
	Mapa de Tecnologias (MAPATEC)	Documento que indica as tecnologias necessárias para obtenção de um sistema ou material por PD&I, bem como o fluxo para obtê-las, em ordem cronológica.	DCT

Após a elaboração de toda a documentação citada na Tabela 2.1, o Estado Maior do Exército (EME) convoca os ODS para realizar a 1ª Reunião Decisória (1ª RD) que determinará o prosseguimento ou não do ciclo de vida para a fase de obtenção, que terá início com a ordem emanada na 1ª RD para que seja dado prosseguimento à obtenção dos SMEM, por intermédio de projetos de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação (PD&I) e/ou aquisição, após inclusão destes no portfólio de projetos do EB.

No caso de obtenção por PDI procura-se obter um protótipo, e posteriormente, o lote piloto do sistema ou material com as características técnicas e operacionais desejadas, por meio das seguintes etapas:

- a) obtenção do protótipo;
- b) avaliação do protótipo;
- c) produção do lote piloto; e
- d) avaliação do lote piloto.

Na obtenção por aquisição, o SMEM pode ser adquirido no mercado interno ou externo, para atender às necessidades levantadas, sendo prevista uma avaliação específica, na qual se verifica a conformidade do sistema ou material a ser adquirido com os padrões e as exigências técnicas, operacionais e logísticas estabelecidas pelo EB durante a 1ª RD.

Concluída a etapa de obtenção, seja por projeto de PDI e/ou aquisição, e atestada a conformidade do sistema ou material avaliado, realiza-se a 2ª Reunião Decisória (2ª RD), que encerra essa fase, determinando a execução, ou não, da experimentação doutrinária para o sistema ou material, bem como sua adoção e o prosseguimento para a fase de produção, utilização e manutenção.

Em suma, para o desenvolvimento de um novo produto, diversos Órgãos do Exército são mobilizados, gerando em conjunto os documentos elencados na Tabela 2.1. Entre os documentos elencados destaca-se o RO, pois é nesse documento onde serão definidas as características gerais do produto, como, para o caso dos coletes balísticos, o modelo, formato, tamanho, peso, níveis de proteção entre outros, para que, basicamente, nos RTLI sejam definidas as condições de avaliação dos requisitos levantados.

Para o MEM colete de proteção balística, os seguintes documentos foram elaborados conforme previsto na EB10-IG-01.018:

- a) COMOP nº 03/2018, do Sistema Combatente Brasileiro (COBRA), publicada pela Portaria nº 156-EME, de 13 de agosto de 2018;
- b) CONDOP nº 017/2018, do Sistema Combatente Brasileiro (COBRA), publicada pela Portaria nº 090, de 20 de agosto de 2018;
- c) RO nº 32/2019 – colete balístico-tático, publicada pela Portaria nº 054-EME, de 13 de março de 2019;
- d) RTLI do colete balístico-tático, publicada pela Portaria nº 088-EME, de 27 de março de 2019; e
- e) MAPATEC do colete balístico-tático, documento interno do Departamento de Ciência e Tecnologia.

Além dos documentos listados acima, quando um produto for comum às 3 Forças Armadas, o Ministério da Defesa poderá emitir documentação para padronização de requisitos para as 3 Forças, que são denominados de Requisitos Operacionais Conjuntos (ROC). Por meio da Portaria Normativa nº 14/MD, de 23 de março de 2018, foram definidos os ROC para, entre outros materiais, colete balístico e placa balística stand alone. Dessa forma, os RO publicados em 2019 possuem praticamente os mesmos parâmetros levantados pelo ROC de 2018, com a ressalva que para a placa stand alone, até o momento, existe apenas o ROC.

Os requisitos levantados para o colete balístico e para placa no RO e/ou no ROC são divididos em Requisitos Absolutos, que são aqueles que determinado MEM deverá possuir obrigatoriamente, e Requisitos Desejáveis, que são aqueles que poderão ser solicitados ou não aos fabricantes, pelo solicitante por ocasião da obtenção. Os Requisitos Absolutos para os coletes e placas *stand alone* contemplam os seguintes calibres para proteção balística:

- a) .44 Magnum SJSP;
- b) 9 x 19 mm Luger;
- c) 5,56 x 45 mm (M193) (núcleo de chumbo);
- d) 7,62 x 39 mm FMJ (núcleo de chumbo); e
- e) 7,62 x 51mm FMJ (M80).

Tais calibres correspondem ao nível de proteção III da NIJ 0101.06 ou nível NIJ RF1 da NIJ 0123.00, conforme será visto na próxima seção. Os calibres solicitados nos Requisitos Desejáveis dos coletes e placas são os seguintes:

- a) 7,62 x 39 mm MSC (M43);
- b) 5,56 x 45 mm SS109; e
- c) 7,62 x 51 mm AP.

Os dois primeiros calibres correspondem respectivamente aos níveis especiais da NIJ 0101.06, conhecidos no mercado com III+ e III++, e ao nível NIJ RF2 da NIJ 01123.00. O terceiro é equivalente ao nível IV da NIJ 0101.06 ou nível NIJ RF3 da NIJ 0123.00.

Assim, fruto da demanda apontada pelo Ministério da Defesa e corroborada pelo Exército Brasileiro, conforme ROC e RO respectivamente, o objetivo deste trabalho foi desenvolver solução balística de fabricação nacional que atenda aos requisitos levantados para o nível NIJ RF2 da NIJ 00123.00.

Destaca-se que não existe nenhum produto de fabricação nacional que atenda aos requisitos desejáveis levantados. Os calibres que fazem parte do objeto de estudo dessa pesquisa são considerados como importantes ameaças no Teatro de Operações onde o EB é empregado. O calibre 7,62 x 39 mm MSC (M43) é utilizado pelo armamento AK47 e o 5,56 x 45 mm SS109 pode ser utilizado pelo próprio armamento de dotação do EB, o Fuzil de Assalto 5,56 IA2, que foi adotado em 2013 por meio da Portaria nº 211-EME, de 23 de outubro de 2013.

2.1.2 Normas de Ensaio Balísticos

O Decreto nº 10.030, de 30 de setembro de 2019, é o Regulamento de Produtos Controlados do Brasil. Nele, os materiais balísticos de proteção individual são classificados como Produtos Controlados pelo Exército (PCE). Já a Portaria nº 18 - D Log, de 19 de dezembro de 2006, aprova as Normas Reguladoras da avaliação técnica, fabricação, aquisição, importação e destruição dos materiais balísticos.

Na Portaria nº 18 – D Log, de 19 de dezembro de 2006, no Art. 8º, é determinado que os coletes balísticos desenvolvidos no Brasil serão avaliados no Centro de Avaliações do Exército (CAEx), baseando-se na norma do NIJ 0101.04. Já, no Art. 12º, estabelece que as placas balísticas, destinadas a proverem o nível de proteção desejado, poderão ser testadas e comercializadas, se cumprirem as dimensões mínimas previstas na NIJ 0101.04, que é o caso do material do presente estudo.

Os níveis de proteção adotados no Brasil também seguem o descrito na NIJ 0101.04 e podem ser observados na Tabela 2.2. Desta tabela, pode-se destacar que os níveis I ao III-A podem ser comercializados para o uso geral, enquanto os níveis III e IV só podem ser comercializados para Forças Armadas e demais Órgãos de Segurança Pública devidamente autorizados pelo Comando do Exército, sendo considerados restritos (RTO).

Tabela 2.2 – Níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.04.

Nível	Munição	Velocidade (m/s)	Massa do projétil	Energia (Joules)	Grau de restrição	
I	.22 caliber LR LRN	329	2,6 g 40 gr	140,71	PERMITIDO	
	.380 ACP FMJ RN	322	6,2 g 95 gr	321,42		
II-A	9mm FMJ RN	341	8 g 124 gr	465,12		
	40 S&W FMJ	322	11,7 g 180 gr	606,55		
II	9mm FMJ RN	367	8 g 124 gr	538,76		
	.357 Magnum JSP	436	10,2 g 158 gr	969,49		
III-A	9mm FMJ RN	436	8,2 g 124 gr	779,39		
	.44 Magnum SWC Chumbo	436	15,6 g 240 gr	1.482,75		
III	7,62x51mm – NATO FMJ	847	9,6 g 148 gr	3.443,56		RTO
IV	.30 Caliber M2 AP	878	10,8 g 166 gr	4.162,77		

Fonte: NIJ (2000).

Para proteção contra os calibres dos níveis I ao III-A, não existe a necessidade de utilização de placas balísticas, pois os painéis balísticos corretamente dimensionados oferecem a proteção balística ao usuário. Por outro lado, para a proteção aos calibres dos níveis III e IV, é necessária a utilização de placas balísticas atuando isoladas ou em conjunto com os painéis balísticos.

A avaliação dos níveis balísticos, realizada conforme a NIJ 0101.04, consiste em impactar o material balístico a ser testado por meio da munição do nível pretendido, carregada com uma quantidade de pólvora que atenda à velocidade especificada na norma. A massa do projétil é apresentada em gramas, unidade do Sistema Internacional (SI), e em *grains* (gr), que é a unidade utilizada usualmente nas balanças de recarga, sendo os projéteis geralmente medidos em incrementos de 1 gr e as cargas de pólvora medidas em incrementos de 0,1 gr.

As munições utilizadas não são encontradas no mercado na configuração dos testes, pois nesse caso são utilizadas as pontas (projéteis) específicas, conforme o calibre, com o carregamento manual ou automatizado do estojo com a quantidade de pólvora necessária para atingir a velocidade do teste.

Antes do início da realização do teste balístico, é necessário calibrar corretamente a quantidade de pólvora a ser utilizada no ensaio, de tal forma que aqueles impactos onde

a velocidade estiver fora da tolerância da velocidade sejam invalidados. A velocidade é medida por meio de dois sensores ópticos instalados ao longo da trajetória e separados entre si pela distância C, conforme Figura 2.10.

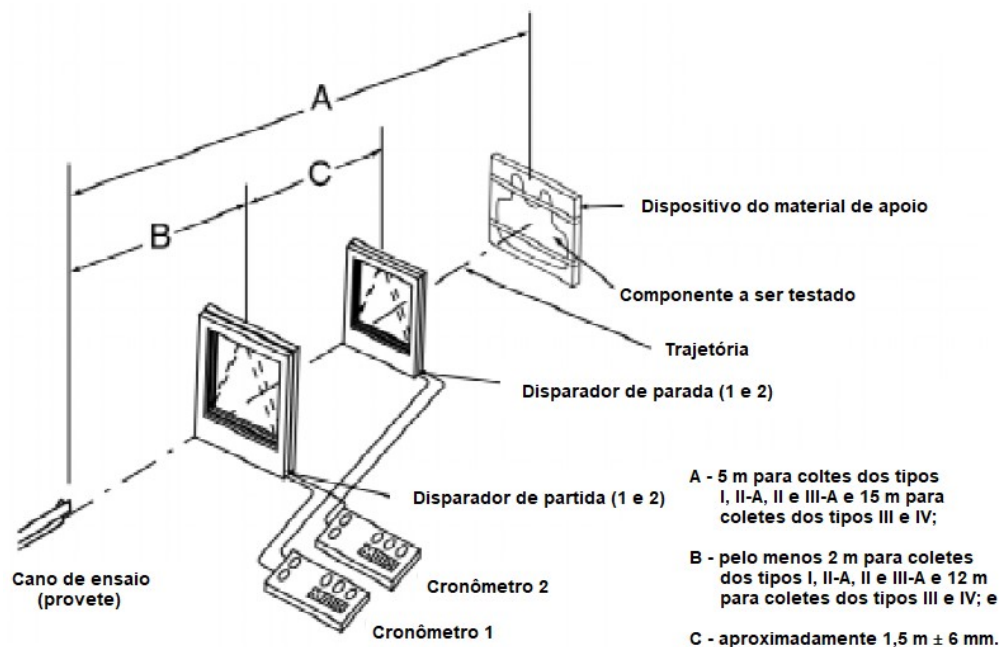


Figura 2.10 – Configuração do teste balístico conforme a NIJ.

Fonte: Adaptado da NIJ (2000).

O componente do colete a ser testado é fixado na vertical com a ação de fitas elásticas sobre o material de apoio (BMF - *Backing Material Fixture*), que possui densidade semelhante ao do corpo humano, e tem por objetivo simular o impacto que o corpo humano sofreria caso fosse alvejado nas condições de ensaio.

O material de apoio especificado pela NIJ 0101.04 é um material composto de argila moldável, denominado plastilina. A NIJ determina que seja utilizada a Plastilina da marca Roma® nº 1 (RP1). A densidade da plastilina é rigorosamente testada, antes, durante e após a realização dos testes.

Após o disparo da munição por meio da ação do provete e o impacto do projétil no colete, o colete balístico é analisado e classificado como perfuração total (*complete*), onde o projétil atravessa o material testado, sendo possível verificar a presença de fragmentos da munição no material de apoio, ou como perfuração parcial (*partial*), onde o projétil somente deforma o material testado, sem transpassar o material.

Para os resultados classificados como perfuração parcial é medida a deformação causada pelo impacto balístico por meio da indentação da plastilina (trauma). A NIJ 0101.04 estabelece como deformação máxima no material, para aprovação, o limite de 44 mm de trauma. Na Figura 2.11 é possível observar como é avaliada a indentação no

material de apoio.

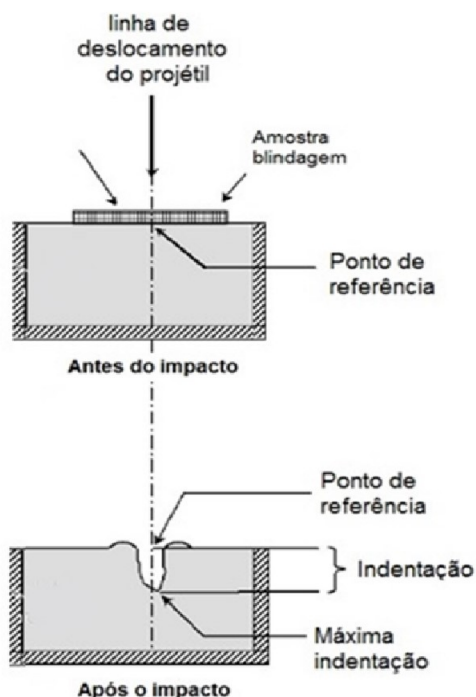


Figura 2.11 – Verificação do desempenho balístico através da medida do trauma em um material de apoio (plastilina).

Fonte: Adaptado da NIJ (2000).

Cabe destacar, que embora a NIJ 0101.04 ainda esteja vigente, diversos países utilizam a versão mais recente para avaliação da resistência balística de coletes balísticos, que é a norma NIJ 0101.06, que está em vigor desde junho de 2008. Vale que a NIJ 0101.07 que utiliza como referência para os níveis de proteção a NIJ 0123.00, foi publicada em outubro de 2023, e a partir de então será amplamente adotada pelos laboratórios de avaliação balística.

Tanto os níveis de proteção quanto os mecanismos de avaliação da NIJ 0101.04 e NIJ 0101.06 são semelhantes. Quanto aos níveis de proteção, na NIJ 0101.06, foi descartado o nível de proteção I, os demais níveis permaneceram com os mesmos calibres, mas houve a alteração da velocidade de teste para alguns deles, com o intuito de garantir maior segurança ao usuário Tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Níveis de proteção estabelecidos na NIJ 0101.06.

Nível	Munição	Velocidade (m/s)	Massa do projétil	Energia (Joules)	Grau de restrição
II-A	9mm FMJ RN	355	8 g 124 gr	504,10	PERMITIDO
	40 S&W FMJ	325	11,7 g 180 gr	617,91	
II	9mm FMJ RN	379	8 g 124 gr	574,56	
	.357 Magnum JSP	408	10,2 g 158 gr	848,97	
III-A	.357 SIG FMJ FN	448	8,1 g 125 gr	812,85	
	.44 Magnum SJHP	408	15,6 g 240 gr	1.298,42	
III	7,62x51mm – NATO FMJ	847	9,6 g 148 gr	3.443,56	RTO
IV	.30 Caliber M2 AP	878	10,8 g 166 gr	4.162,77	

Fonte: Adaptado de NIJ (2008).

Uma inclusão importante, que ocorreu na NIJ 0101.06, foi a previsão de testes com calibres diferentes do especificado na norma, determinando esses como “nível especial”. Com a modernização dos armamentos empregados nos últimos anos, houve a necessidade de testar os materiais balísticos para as novas ameaças. Exemplo disso são as ameaças que são objetos desse trabalho, que usualmente são denominadas como níveis III+ (7,62 × 39 mm MSC) e III++ (5,56 × 45 M855/SS109).

Em relação aos testes de avaliação, o número de amostras testadas na NIJ 0101.06 é bem superior ao da NIJ 0101.04. Enquanto para a avaliação do nível III pela NIJ 0101.04 são necessárias 4 amostras, na NIJ 0101.06 são necessárias 14 amostras.

Outra situação, que não era prevista na NIJ 0101.04, é a realização do teste do material submetido a condições adversas de umidade, temperatura e dano mecânico, onde o material é submetido a um ciclo de 10 dias dentro de um tambor rotativo, na temperatura de 70 °C e umidade relativa de 90%. Esse equipamento, que pode ser observado na Figura 2.12, é denominado de *Tumbler*.

Um dos motivos para o Brasil ainda não ter adotado a NIJ 0101.06, é pelo fato do CAEx ainda não possuir tal equipamento.



Figura 2.12 – Equipamento Tumbler utilizado na avaliação de coletes balísticos pela NIJ 0101.06.

Fonte: MS Instruments (2017).

Em outubro de 2023 foi publicada a NIJ 0101.07, que utiliza a também publicada em outubro de 2023, NIJ 0123.00, para estabelecer os novos níveis de proteção balística adotados pelo Instituto de Justiça Americano. Os níveis da NIJ 0123.00 são divididos em proteção balística para blindagem flexível (NIJ HG1 e NIJ HG2) e proteção balística para blindagem rígida (NIJ RF1, NIJ RF2 e NIJ RF3), conforme pode ser observado na Tabela 2.4.

Tabela 2.4 – Níveis de proteção propostos para a NIJ 0123.00.

Nível	Munição	Velocidade (m/s)	Massa do projétil	Energia (Joules)	Grau de restrição	
NIJ HG1	9mm FMJ RN	398	8g 124 gr	633,62	PERMITIDO	
	.357 Magnum JSP	436	10,2 g 158 gr	969,49		
NIJ HG2	9mm FMJ RN	448	8 g 124 gr	802,82		
	.44 Magnum JHP	436	15,6 g 240 gr	1.482,75		
NIJ RF1	7,62x51mm – M80 NATO FMJ	847	9,6 g 148 gr	3.443,56		RTO
	7,62x39mm Surrogate	725	7,9 g 122 gr	2.076,22		
	5,56mm M193 BT	990	3,6 g 56 gr	1.764,18		
	7,62x51mm – M80 NATO FMJ	847	9,6 g 148 gr	3.443,56		
NIJ RF2	7,62x39mm Surrogate	725	7,9 g 122 gr	2.076,22		
	5,56mm M193 BT	990	3,6 g 56 gr	1.764,18		
NIJ RF3	5,56mm M855 BT	950	4 g 62 gr	1.805,00		
	.30 Caliber M2 AP FMJ	878	10,8 g 166 gr	4.162,77		

Fonte: Adaptado de NIJ (2023).

Também, como já havia ocorrido na NIJ 0101.06, na NIJ 0101.7 houve o aumento considerável da quantidade de amostras para a avaliação de coletes. Para o nível NIJ RF 1, que equivale ao nível III da NIJ 0101.06, serão necessárias pelo menos 39 amostras, enquanto na NIJ 0101.06 eram previstas 14 amostras.

Tanto para a NIJ 0101.06, quanto para NIJ 0101.07, o limite máximo de indentação aceitável é de 44 mm. Os termos utilizados para referenciar essa deformação, ou “trauma”, são *backface signature* (BFS) na NIJ 0101.06 [6] e *backface deformation* (BFD) na NIJ 0101.07

O limite balístico é um parâmetro que é avaliado desde a NIJ 0101.04 e permanece nas normas NIJ até a atualização mais recente. Para a avaliação desse parâmetro utiliza-se como norma de apoio a MIL STD 662F, utilizando o conceito do V50.

O teste é realizado por meio de disparos sucessivos aumentando e reduzindo a velocidade do projétil, conforme o material é perfurado ou não, até que seja determinada a velocidade conhecida como “limite balístico”, que é a velocidade em que a probabilidade

que o material perfure num novo disparo é de 50%. Esse conceito é muito utilizado para diferenciar materiais balísticos de um mesmo nível de proteção, pois quanto maior o limite balístico de determinado material, maior segurança esse material será capaz de proporcionar em elevadas velocidades, inclusive acima das velocidades de testes padronizadas. Na Figura 2.13 é possível observar a simulação da realização de um teste de limite balístico.

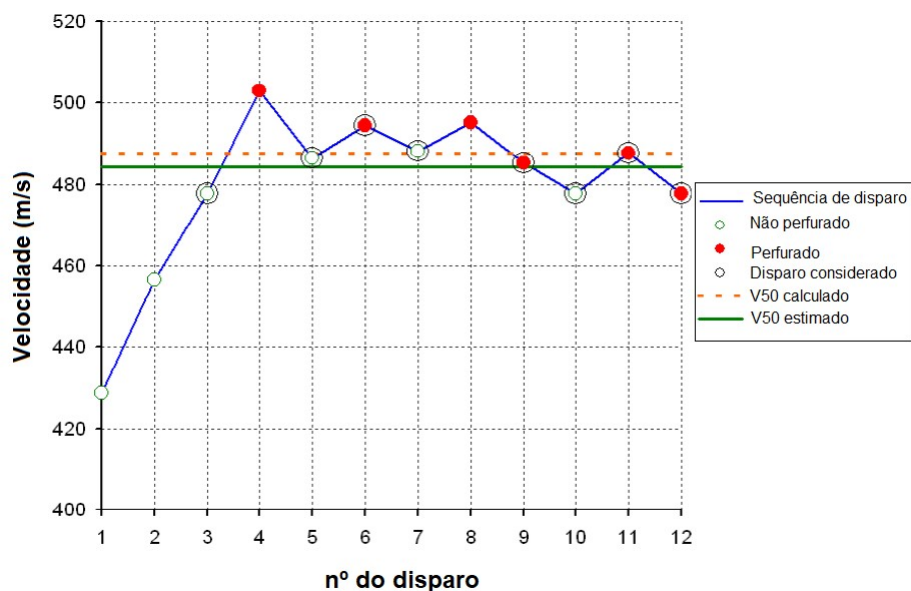


Figura 2.13 – Simulação da realização de um teste para avaliar o limite balístico de um material.

Fonte: DuPont (2015).

2.1.3 Fibras Balísticas de Alto Desempenho

As fibras e tecidos foram os principais responsáveis pelo avanço mais significativo das blindagens individuais nos últimos 20 anos, muito em virtude do aperfeiçoamento dos processos de fabricação do polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE) e das fibras de aramida (CROUCH, 2019).

As fibras balísticas de alto desempenho têm propriedades específicas que as diferenciam de outras fibras artificiais utilizadas para aplicações industriais. A resistência à tração e o módulo de elasticidade dessas fibras balísticas são maiores e o alongamento é menor do que as fibras tradicionais (BHATNAGAR, 2016).

Cada fibra balística de alto desempenho possui propriedades relacionadas ao polímero e ao processo de fiação utilizado para fabricar a fibra. A resistência à tração dessas fibras é determinada pelas características estruturais, orientação molecular, área de seção transversal e ao grau de linearidade da cadeia polimérica. Como em qualquer produto de alta tecnologia agregada, tais aperfeiçoamentos resultam no aumento dos custos de produção do item, devendo o fabricante sempre realizar esse equilíbrio para tornar o

item competitivo no mercado (BENZAÏT; TRABZON, 2018). A Figura 2.14 apresenta a correlação entre as principais propriedades mecânicas de algumas fibras em comparação com o aço.

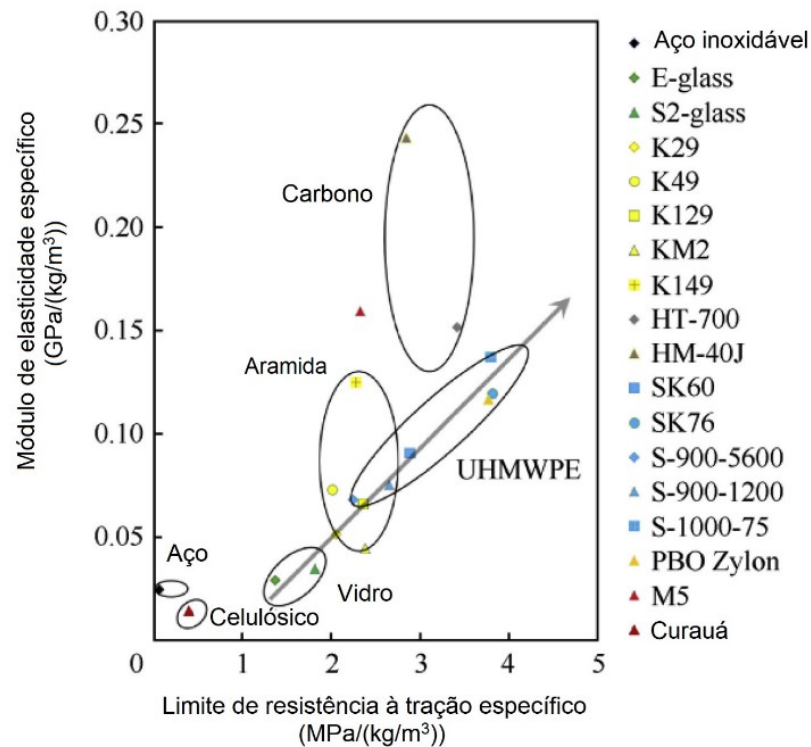


Figura 2.14 – Gráfico correlacionando o módulo de elasticidade específico com o limite de resistência à tração específico das principais fibras do mercado.

Fonte: Adaptado de Benzait e Trabzon (2018).

As fibras balísticas possuem aplicabilidade em 3 possíveis componentes dos coletes balísticos: painéis balísticos em forma de tecidos, placas balísticas monolíticas em forma de polímeros e como componentes de um Sistema de Blindagem Multicamadas (SBM). Para essas aplicações podem ser utilizadas tanto fibras orgânicas como inorgânicas.

A Empresa DuPont® desenvolveu as fibras de aramidas, cuja composição química é de poliparafenileno tereftalamida (PPTA). Essas fibras foram estruturadas e transformadas em fios e em seguida tecidas, dando origem ao tecido flexível denominado Kevlar® (THOMAS, 2012). Atualmente, existem diversas outras empresas que fabricam tecidos à base de aramida. Um nome que também se tornou muito conhecido no mercado foi o Twaron® registrado pela Empresa Teijin Group®.

Apesar da aramida não apresentar a maior resistência a tração nem o maior módulo de elasticidade entre as fibras de alto desempenho, elas se caracterizam por apresentar uma favorável relação entre suas propriedades, tais como: baixa densidade, elevadas propriedades em tração, alta resistência química, alta temperatura de decomposição (acima de 500°C),

baixa flamabilidade e boas estabilidades térmica e dimensional (YADAV *et al.*, 2016).

As aramidas, em geral, não fundem, pois a decomposição ocorre na mesma temperatura de fusão cristalina (T_m). A grande desvantagem da aramida é a fraca resistência à absorção de umidade. Desta forma, quando utilizada, devem estar acondicionadas de forma a terem o mínimo contato possível com o ar (DEWANGAN; PANIGRAHI, 2021).

O UHMWPE possui o seu desenvolvimento mais recente, tendo como as suas principais características a baixa densidade e alta tenacidade, tendo sido responsável pela redução significativa do peso dos coletes balísticos, podendo ser utilizado tanto nos painéis balísticos como nas placas balísticas monolíticas ou SBM. No mercado as suas marcas mais conhecidas são a Dyneema® da empresa DSM e o Spectra® da empresa Honeywell (DEWANGAN; PANIGRAHI, 2021).

O UHMWPE é a fibra menos densa e de maior resistência à abrasão de todas as fibras de alto desempenho. É também mais resistente à radiação ultravioleta e a produtos químicos do que as fibras de aramida. Estudos indicam que a fibra de UHMWPE, após uma prolongada exposição à radiação UV, apresenta uma perda de tenacidade e diminuição do alongamento (devido à cisão das cadeias poliméricas), e paralelamente ocorre um aumento do módulo de elasticidade (devido à reticulação das cadeias) (ZHANG *et al.*, 2003).

O polibenzobisoxazol (PBO) teve o seu desenvolvimento iniciado junto com o UHMWPE. Fibras de PBO são extremamente fortes, duras e rígidas, e com resistência à tração e módulo maior do que as fibras de poliaramidas ou de alguns polietilenos de ultra alto peso molecular. Essas também apresentam excelente resistência química a vários solventes orgânicos, ácidos e bases, porém são facilmente degradadas quando expostas à radiação UV e à combinação de alta temperatura com umidade (VIVAS, 2013).

A fibra de PBO é comercialmente conhecida como Zylon®. Ela é fabricada pela empresa japonesa Toyobo (CUROSU *et al.*, 2017). Os tecidos Zylon® absorvem quase duas vezes a energia por unidade de densidade de área absorvida pelo Kevlar® e pelo Spectra®, e quase 12 vezes a absorvida pelo alumínio. O desempenho de impacto balístico dos sistemas PBO é substancialmente superior aos sistemas Kevlar® 29 e marginalmente melhor do que os sistemas Kevlar® KM2 (TABIEI; NILAKANTAN, 2008; CUROSU *et al.*, 2017).

No entanto, a comercialização de coletes contendo a fibra Zylon® sofreu um grave impacto após um evento em 2003 em Forest Hills, no estado da Pensilvânia nos EUA, onde um policial, utilizando um colete balístico, teve o seu equipamento perfurado por um disparo de pistola de calibre .40, que, de acordo com o nível de proteção do material, não deveria perfurar, o que acabou causando-lhe sérios ferimentos (WILHELM; BIR, 2008).

A NIJ realizou uma extensa apuração de todos os coletes balísticos que utilizavam a fibra de Zylon® em sua composição e, em 2005, chegou à conclusão de que cerca de 50%

desses coletes não forneciam a proteção adequada para os seus usuários, concluindo que as fibras Zylon® apresentavam uma perda sistemática de resistência à tração, deformação à tração e desempenho balístico correlacionado com a quebra de ligações específicas na estrutura química do material (HART; PROGRAMS, 2004; WILHELM; BIR, 2008).

A empresa responsável pela fabricação do material, assim como as empresas fabricantes dos coletes foram punidas com multas significativas, além de ter sido proibida pela NIJ a comercialização de coletes com essa composição (HART; PROGRAMS, 2004; BENZAIT; TRABZON, 2018).

A fibra M5®, que é uma fibra de alto desempenho baseada em polipiridobisimidazol ou PIPD, foi desenvolvida pela empresa Magellan Systems International (USA), que se tornou uma divisão da DuPont® em 2005. Essa fibra demonstra capacidade de absorção de energia específica muito alta em velocidade sônicas, e, portanto, tem um grande potencial para aplicação de balística, como observado na Figura 2.15, na comparação do desempenho da fibra com as demais fibras balísticas (LAMMERS *et al.*, 1998; MAWKHLIENG; MAJUMDAR; LAHA, 2020). Embora a literatura apresente o futuro promissor da fibra M5®, não existem no mercado itens que contenham essa fibra na sua composição.

A fibra P 120 é uma fibra de carbono de altíssimo módulo de elasticidade e possui a velocidade de onda de deformação mais alta comparada com as outras fibras. No entanto, não é um material tão indicado para aplicações balísticas fruto da sua baixa capacidade de absorção de energia (BENZAIT; TRABZON, 2018).

A Figura 2.15 mostra a evolução das fibras balísticas ao longo dos anos considerando o desempenho balístico de V50 de cada uma delas.

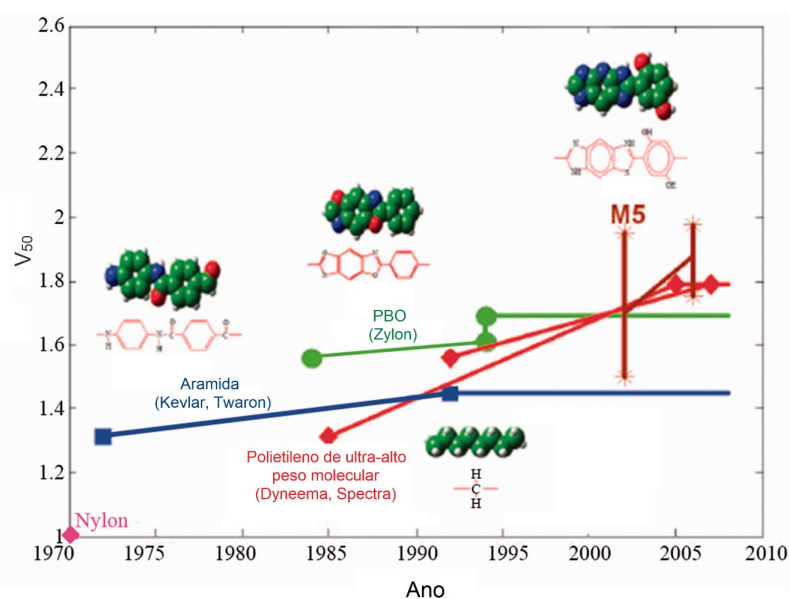


Figura 2.15 – Evolução das fibras balísticas conforme o desempenho de V50.

Fonte: Adaptado de Benzait e Trabzon (2018).

Nos últimos anos a busca por produtos ecologicamente sustentáveis fez com que a pesquisa em fibras naturais com aplicações balísticas ganhasse grande notoriedade nas pesquisas de novos materiais balísticos. Diversos estudos têm sido publicados sobre a aplicação de fibras naturais, principalmente inseridas como segunda camada nos SBM, onde comumente a fibra natural compõe 30 vol% da camada de matriz de epóxi ou poliéster (MONTEIRO *et al.*, 2017; COSTA *et al.*, 2019; NURAZZI *et al.*, 2021). A Figura 2.16 apresenta a composição do SBM com fibras naturais.

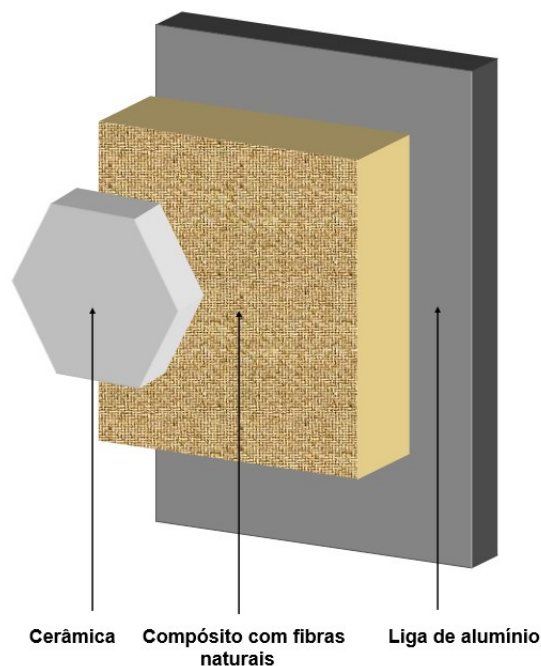


Figura 2.16 – Composição do SBM com fibras naturais.

Fonte: Adaptado de Monteiro *et al.* (2017).

Entre as fibras naturais em estudo pode-se elencar algumas delas, como: Bambu, Malva, Cânhamo, Juta, Sisal, Rami e Curauá. Foram encontradas evidências de captura massiva de fragmentos maior do que com fibras de Kevlar em alguns casos, como principalmente nos compostos de Curauá. A nucleação e propagação de trincas na matriz epóxi foram sugeridas para fornecer um mecanismo adicional de dissipação de energia em favor dos compósitos epóxi. Além de serem ecologicamente corretas, essas fibras apresentam vantagens adicionais de fornecer sistemas de blindagem mais leves e com melhor custo-benefício quando comparados aos constituídos de aramida, o que torna essas fibras capazes de competir com a aramida nos SBM (MONTEIRO *et al.*, 2017; BENZAIT; TRABZON, 2018).

Na Tabela 2.5 é possível visualizar as principais propriedades mecânicas de algumas fibras naturais comparadas à fibra de aramida.

Tabela 2.5 – Propriedades mecânicas de algumas fibras naturais em comparação com a fibra de aramida.

Fibra	Massa Específica (ρ) (g/cm ³)	Limite de Resistência à Tração (σ) (MPa)	Módulo de Elasticidade (E) (GPa)	Máx. (σ/ρ) (MPa.cm ³ /g)
Bambu	1,03 – 2,21	106 - 204	-	198
Malva	1,37 – 1,41	160	17,4	117
Juta	1,30 – 1,45	393 - 800	13 - 27	615
Cânhamo	1,07	389 - 690	35	649
Sisal	1,26 – 1,50	287 - 913	9 - 28	725
Rami	1,5	400 - 1620	61 - 128	1080
Curauá	0,57 – 0,92	117 - 3000	27 - 80	2193
Aramida	1,44	3000 - 4100	63 - 131	2847

Fonte: Adaptado de Monteiro *et al.* (2011), Silveira *et al.* (2024).

2.2 Materiais Cerâmicos

Os materiais cerâmicos são materiais inorgânicos não metálicos, que têm por característica serem muito duros e frágeis. Eles são constituídos por meio de ligações predominantemente covalentes e iônicas entre átomos de elementos metálicos e não metálicos. O seu emprego como produto final é obtido por meio de processos de tratamento térmico em altas temperaturas (WACHTMAN JR., 1989).

Esses materiais possuem elevados módulos de elasticidade e baixas densidades, em comparação aos metais, sendo capazes de suportar temperaturas extremamente elevadas, muitas vezes acima do ponto de fusão da maioria dos metais utilizados em componentes. A principal desvantagem dos materiais cerâmicos é a sua fragilidade. Mesmo as menores falhas de superfície (arranhões ou cortes) ou falhas internas (inclusões, poros e microfissuras) podem gerar a falha do material por propagação catastrófica de trincas (CHAWLA, 2012).

Os materiais cerâmicos podem ser fabricados a partir de matérias-primas naturais ou sintéticas. As matérias naturais mais utilizadas industrialmente são: argila, caulim, quartzo, feldspato, filito, talco, grafita e zirconita. As sintéticas incluem, entre outras, Al₂O₃, SiC, Si₃N₄, ZrO₂ e B₄C (SALEIRO *et al.*, 2018).

2.2.1 Blindagens Balísticas

A ação das cerâmicas em blindagem conjugada é efetiva, porque o impacto do projétil com a face cerâmica cria ondas de choque compressivas associadas às elevadas pressões, que atravessam o projétil e o cerâmico nas respectivas velocidades de onda. A interação das ondas, após reflexão, ocorre no interior do projétil e ocasiona a sua

fragmentação. Além disso, quando a ponta do projétil atinge o alvo, uma região reduzida é submetida a alta compressão, com o surgimento de um cone de fraturas (REED, 1995; GOMES, 2004).

A erosão do projétil ao atravessar o material cerâmico, causada pela ação das partículas fragmentadas, é responsável em grande parte pela perda de energia cinética do projétil. Assim é fundamental que a face cerâmica tenha uma dureza elevada (REED, 1995; GOMES, 2004).

A porosidade do material cerâmico em excesso reduz o desempenho da blindagem, devido à queda da dureza e da densificação. No entanto, uma porosidade residual pode favorecer a proteção balística, pois os poros constituem pontos de aquecimento localizados (MEYERS, 1994), onde parte da energia cinética do projétil é convertida em energia térmica. Sendo assim, a relação entre absorção de energia e dureza é importante para determinar o desempenho como proteção balística.

Os principais materiais cerâmicos monolíticos usados em sistemas de blindagem para proteção balística pessoal e coletiva são: cerâmicas óxidas, especialmente a alumina (Al_2O_3); cerâmicas não óxidas à base de nitrogênio (nitretos); à base de carbono (carbeto), como carбето de boro (B_4C) e carбето de silício (SiC); ou boretos e suas combinações, como diboreto de titânio (TiB_2). Em função de propriedades, como baixa densidade, elevada rigidez, alta dureza, resistência e estabilidade térmica, estes materiais apresentam potencial para aprimorar os padrões vigentes de desempenho balístico. Essas cerâmicas devem possuir propriedades para romper, fraturar, erodir e capturar o projétil (ZOCHOWSKI *et al.*, 2021).

As blindagens de alumina são os materiais cerâmicos que possuem o uso mais difundido para esse fim. Elas possuem desempenho balístico adequado e baixo custo de fabricação. As cerâmicas à base de alumina também são amplamente utilizadas como blindagem transparente na forma de safira ou oxinitrato policristalino de alumínio (AION), que são úteis para janelas de veículos e de visualização de instrumentos. Essa versatilidade e a eficácia econômica têm como custo a alta massa específica, quando comparada com outras blindagens cerâmicas (LIU *et al.*, 2023).

A pesquisa e o desenvolvimento de blindagens de B_4C , demonstrou que esse material tem muita utilidade para a indústria de defesa, apresentando maior dureza e menor massa específica do que a alumina (DRESCH *et al.*, 2021).

As blindagens de B_4C apresentam alta eficiência para velocidades de impacto relativamente baixas, no entanto, para projéteis perfurantes com alta energia cinética por unidade de área, quando a pressão gerada pela interação atinge a ordem de 20 GPa, o material acaba passando por um processo de amorfização que ocasiona uma queda no desempenho balístico (RAHBEK; JOHNSEN, 2015). A principal desvantagem das

blindagens de B₄C é o seu elevado custo de fabricação (SILVA *et al.*, 2014).

Em contrapartida, as blindagens de SiC apresentam menor custo de produção do que as de B₄C, com propriedades mecânicas ligeiramente inferiores (SILVA *et al.*, 2014). Blindagens produzidas com esse material são indicadas, também, como substitutas para as situações em que a amorfização do B₄C possa ocorrer (RAHBEEK; JOHNSEN, 2015).

Kaufmann *et al.* (2003) avaliaram, pela profundidade de penetração, o desempenho de blindagens de SiC, B₄C e Al₂O₃ submetidas a impactos de munição .50 perfurante. Das conclusões do trabalho, o SiC apresentou a melhor performance e a Al₂O₃ a pior. O SiC em muitos casos apresentou comportamento similar ao B₄C.

A principal desvantagem das blindagens cerâmicas reside no fato que, ao serem impactadas, acabam favorecendo a produção de microtrincas, que podem se estender até a região de impacto (PICKERING *et al.*, 2017), provocando fragmentação do material e induzindo uma vulnerabilidade no material em resistir a novos impactos. Na Figura 2.17 são apresentadas as sequências de fragmentação de uma cerâmica e de avaria do projétil (ANDRASKAR; TIWARI; GOEL, 2022) ao longo das diferentes etapas do impacto.

A resposta balística de um material cerâmico está associada a uma série de fatores, como: microestrutura, composição química, constituição de fases, propriedades físicas (densidade, dureza, módulo de Young, resistência mecânica, resistência à fratura e velocidade sônica), além da eficiência em dissipar a energia do impacto balístico. Uma propriedade isoladamente não define o comportamento do material, principalmente porque o mecanismo de fratura durante o impacto do projétil é muito complexo, e as fraturas são criadas por gradientes de tensão que ocorrem em um período relativamente pequeno. Somente a combinação de diferentes propriedades leva o material a proporcionar desempenho satisfatório. Para uma melhor análise da escolha da blindagem, a associação entre essas diferentes condições deve ser considerada, aliada ainda ao correto processo de fabricação, que é fundamental para a otimização das propriedades do material cerâmico acabado (MEDVEDOVSKI, 2010a; MEDVEDOVSKI, 2010b).

Para exemplificar, a dureza é vital para fraturar e erodir projéteis, a tenacidade à fratura e a resistência à flexão ajudam a cerâmica a resistir a impactos múltiplos, o módulo de elasticidade está relacionado à propagação da onda de tensão, e o modo de fratura está relacionado à quantidade de energia absorvida pela cerâmica. Assim, melhorias em várias propriedades são necessárias para que sua combinação resulte em uma cerâmica balística mais eficiente (DRESCH *et al.*, 2021).

Como será visto em seções posteriores, o processo de fabricação é fundamental na determinação das propriedades finais do produto. No entanto, geralmente, os processos que proporcionam as melhores propriedades são aqueles que são os mais onerosos, como é o caso do processo *hot pressing* (HP) para as cerâmicas de SiC, onde as propriedades

atingem muitas vezes valores próximos aos limites previstos teoricamente para os materiais, mas são extremamente caros e limitados quanto à geometria de peças (MEDVEDOVSKI, 2010a; MEDVEDOVSKI, 2010b).

2.2.2 Blindagens Multicamadas

As blindagens multicamadas ou mistas, denominadas anteriormente como SBM, consistem na sobreposição de placas de materiais distintos com objetivo de explorar a diferença das suas propriedades de forma a garantir o melhor desempenho. A combinação destes materiais com propriedades distintas e complementares visa a evitar a penetração do projétil e a reduzir o trauma causado pelo impacto. A Figura 2.17 apresenta uma ilustração de um SBM sob impacto balístico.

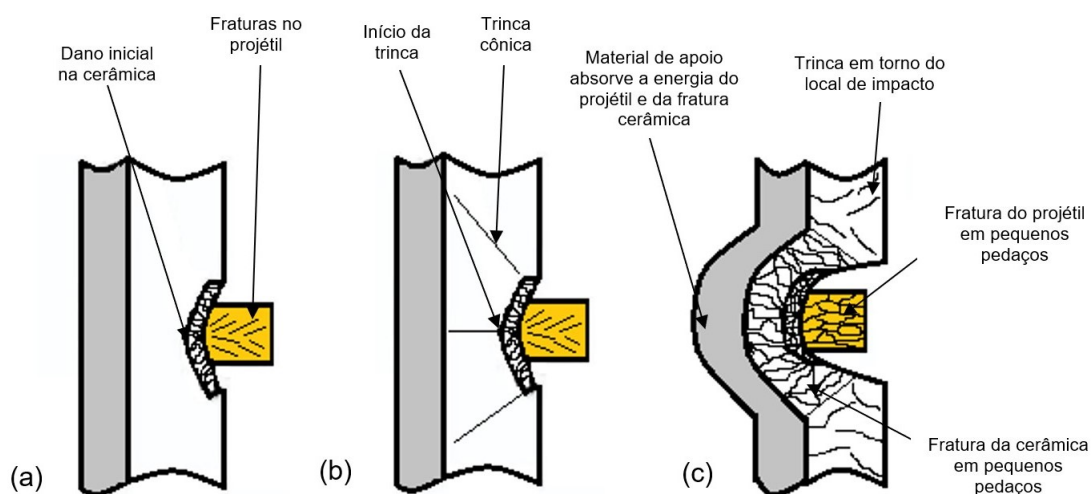


Figura 2.17 – Diferentes estágios associados ao impacto entre projétil e material cerâmico de blindagem: a) estágio da quebra; b) estágio da erosão; c) estágio da captura.

Fonte: Adaptado de Andraskar, Tiwari e Goel (2022).

No SBM, os materiais cerâmicos são utilizados para resistir aos esforços provenientes dos eventos iniciais, servindo como uma primeira camada, onde ocorre o impacto inicial do projétil. A sua função é desgastar a ponta e dissipar parte da energia cinética através da fragmentação da sua massa, o que acaba melhorando a distribuição da pressão do impacto sobre a segunda camada.

A segunda camada da blindagem, nesse sistema multicamadas, é formada por materiais dúcteis (metálicos ou poliméricos) e têm como função absorver, através de sua deformação plástica, a energia cinética residual do projétil, dos estilhaços oriundos da munição e da própria cerâmica. Os materiais mais aplicados para essa finalidade são a aramida, o polietileno de ultra alto peso molecular ou compostos de fibras naturais em matriz polimérica.

Dependendo do sistema, pode ser aplicada uma terceira camada constituída por um metal dúctil, geralmente uma liga de alumínio, a fim de absorver a energia residual por meio da sua deformação plástica (SILVA *et al.*, 2014).

2.3 O Carbeto de Silício

O carbeto de silício, também chamado de carborundum, ocorre de forma muito rara na natureza, na forma do mineral moissanita, que é utilizada exclusivamente no mercado de joias, tendo sido descoberta por Henry Moissan em 1905 em um meteoro no deserto do Arizona (NASSAU, 2000; KUKUSHKIN, 2021).

A produção de carbeto de silício artificial foi patenteada pela primeira vez em 1891 por Edward Acheson. A descoberta ocorreu por acaso, quando ele estudava síntese de diamantes por meio de argila e carbono. O carbeto de silício é produzido em grandes volumes desde o final do século XIX, principalmente para uso como abrasivo. Há muito tempo encontra aplicações em operações de usinagem, moagem, polimento, jateamento abrasivo e corte a jato d'água. Atualmente, outras aplicações se beneficiam de sua alta dureza, alta condutividade térmica, estabilidade química, propriedades semicondutoras, bem como alta resistência ao desgaste e a choques térmicos em temperaturas de até 1500 °C (SILVA *et al.*, 2014; KUKUSHKIN, 2021).

Esse material é empregado em turbinas, sistemas de transferência de calor, semicondutores, na camada de proteção térmica de naves espaciais, satélites, componentes de motores, anéis de vedação, lixas e selos mecânicos, motores automotivos entre diversas outras aplicações (WACHTMAN JR., 1989).

Conforme apresentado na seção 2.2.1, o carbeto de silício apresenta propriedades que lhe conferem ampla aplicação na confecção de placas balísticas, que podem ser monolíticas ou em formato de mosaico (Figura 2.18), *stand alone* ou conjugadas, cerâmica (única camada) ou em forma de SBM (HU *et al.*, 2017).

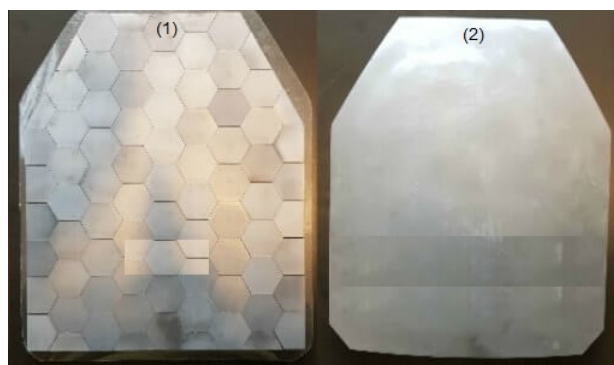


Figura 2.18 – Placas balísticas cerâmicas de SiC em forma de (1) mosaico e (2) monolítica.

Fonte: Adaptado de Olesen (2019).

Embora a comercialização de placas balísticas de SiC seja muito difundida no mercado, tanto para blindagem individual quanto para blindagem coletiva, são poucas as empresas que sinterizam as placas de SiC, em virtude dos equipamentos de altos valores necessários para isso. Na Tabela 2.6 são apresentados alguns fabricantes de produtos de SiC, que são utilizados como componentes de placas balísticas para blindagem individual. No Brasil não existem empresas que fabricam tais componentes, embora seja um dos principais produtores mundiais da matéria prima.

Tabela 2.6 – Relação de fabricantes de cerâmicas de SiC para placas balísticas.

Produto	Processo	Fabricante	País
SICADUR	Sinterização*	CeramTec	Alemanha
CarSIK-GD	<i>RBSC</i>	Schunk	Alemanha
SiSIC	<i>RBSC</i>	Andy Group	China
RSIC	Sinterização*	Andy Group	China
Ceralloy 146	<i>Hot Pressing</i> *	Ceradyne Inc./ 3M	EUA
Purbide	Sinterização	Morgan Advanced Materials	EUA
Forceram	<i>RBSC</i>	Saint-Gobain S.A.	França/ Índia
Hexaloy SA	Sinterização	Saint-Gobain S.A.	França/ Índia
Hexaloy CG			

* Sinterização sem aplicação de pressão, não informada se em presença de fase líquida ou em estado sólido. RBSC – *Reaction Bonded Silicon Carbide*

O carbeto de silício é um composto formado por ligações predominantemente covalentes entre silício e carbono com hibridização sp^3 , presentes em uma razão estequiométrica de 1:1. Como visto na Figura 2.19, o SiC é o único composto binário sólido dentro do sistema carbono-silício. O caráter covalente pronunciado pode ser estimado em aproximadamente 88% e com uma parte iônica de em torno de 12% pela fórmula de Pauling. O último pode ser identificado a partir do espectro de emissão de raios X do Si na forma de um pequeno deslocamento do dubleto $K\alpha$ devido à pequena carga positiva (PRESSER; NICKEL, 2008).

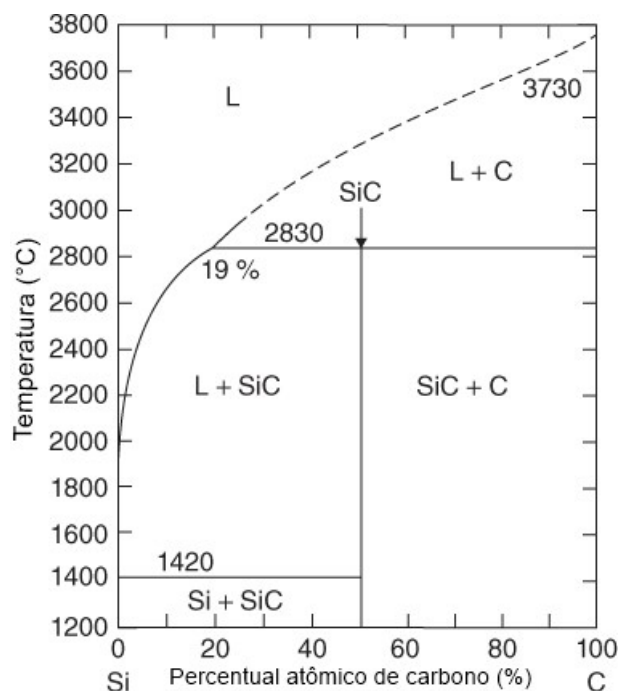


Figura 2.19 – Diagrama de fases Si-C.

Fonte: Adaptado de Presser e Nickel (2008).

O SiC cristalino pode existir em uma grande variedade de formas polimórficas, ou politipos, que podem ser divididos em duas classes, α -SiC e β -SiC.

A fase β -SiC possui uma estrutura cúbica, enquanto a α -SiC é uma designação comum a diferentes estruturas não cúbicas, hexagonais e romboédricas. Todas as variedades de SiC são formadas por camadas hexagonais de átomos de silício e camadas hexagonais de átomos de carbono dispostas em vários padrões de empilhamento, que resultam em cada átomo de silício sendo cercado tetraedricamente por quatro átomos de carbono (Figura 2.20) e vice-versa, o que pode ser denominado como gaiola tetraédrica.

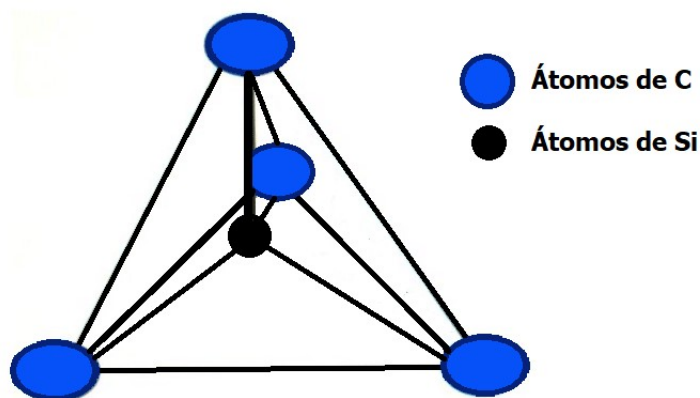


Figura 2.20 – Sítio tetraédrico do SiC, com o átomo de Si no centro e os átomos de C nos vértices.

As variedades polimórficas são comumente designadas pela notação Ramsdell (RAMSDELL, 1947), que é composta por um número e uma letra, que indicam respectivamente o número de camadas na unidade de repetição e a simetria da célula cristalográfica: C para cúbico, H para hexagonal e R para romboédrico. Na Figura 2.21 são apresentados os politipos mais comuns do SiC. O número de camadas dentro de uma unidade de repetição é mostrado à direita de cada estrutura, após os colchetes, a distância entre cada unidade de repetição é apresentada na cota à esquerda da estrutura.

Os politipos 2H e 3C possuem denominações especiais, fruto da semelhança de suas estruturas cristalinas, respectivamente, com as duas formas minerais do ZnS: a Wurtzita, de estrutura hexagonal, e a Blenda de Zinco (ou Esfalerita), de estrutura cúbica.

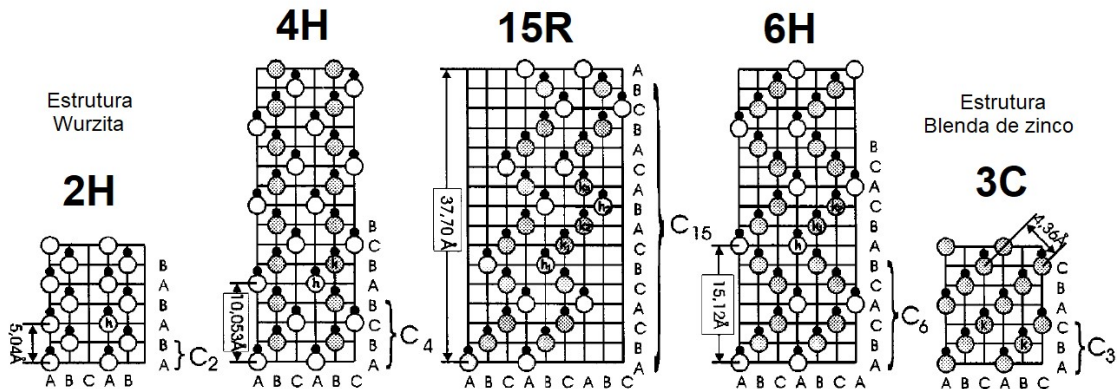


Figura 2.21 – Sequência de empilhamento dos politipos mais comuns de SiC.

Fonte: Adaptado de Powell e Rowland (2002).

Pós na forma β -SiC podem ser produzidos em temperatura relativamente baixa, 1500-1600 °C, usando: policarbossilanos e polissiloxanos em reações de conversão de polímero; misturas gasosas de silano, cloreto de hidrogênio, propano e hidrogênio em reações de fase de vapor; ou redução carbotérmica de baixa temperatura de sílica e carbono com boro e titânio como aditivos. A produção de α -SiC é geralmente conduzida em temperaturas acima de 2500 °C e é mais comumente produzida usando o método carbotérmico conhecido como processo Acheson. A síntese em fase gasosa também pode ser usada para produzir α -SiC. Em temperaturas acima de 2000 °C, β -SiC pode se converter em α -SiC. Com isso, a fase β -SiC pode ser caracterizada como uma fase metaestável em altas temperaturas (WACHTMAN JR., 1989; LIMA, 2006; SILVA, 2008). Essa transformação de fase pode ser catalisada pela presença de impurezas. As impurezas que apresentam maiores efeitos são as do grupo 13, tais como alumínio e boro e as do grupo 14, tais como nitrogênio e fósforo.

As cerâmicas de SiC são geralmente derivadas de pós de SiC usando vários estágios de processamento. Como resultado, normalmente esses materiais são policristalinos que

podem consistir de mais de um politipo de SiC e ainda de fases adicionais, fruto dos aditivos de sinterização. Os métodos mais comumente usados para produção de peças cerâmicas de SiC são a sinterização sem aplicação de pressão (*pressureless sintering*), a sinterização por prensagem a quente (*hot pressing*) e a técnica de ligação por reação (*reaction bonding*).

Em comparação com outros materiais cerâmicos avançados, tais como a zircônia (ZrO_2), o Al_2O_3 e o Si_3N_4 , o SiC apresenta uma excelente combinação de propriedades, como demonstrado na Tabela 2.7. Verifica-se que o SiC possui alta temperatura de decomposição, próxima à da zircônia, propiciando uma alta resistência térmica. O SiC apresenta, ainda, dureza e módulo de elasticidade maiores do que as outras cerâmicas e possui baixa massa específica, bem similar à do Si_3N_4 .

Tabela 2.7 – Propriedades das principais cerâmicas avançadas.

	Massa Específica (g/cm ³)	Dureza HV (GPa)	Limite de Resistência à Flexão (MPa)	Resistência à Compressão (MPa)	Módulo de Elasticidade (GPa)	Tenacidade à Fratura (MPa.m ^{1/2})
Al_2O_3	3,98	18 – 23	379	3.025	379	5,5
SiC	3,1	20 – 30	260 - 612	3.860	414	4,4
Si_3N_4 (reação química)	2,5	16 – 20	350	1.030	207	3,3
Si_3N_4 (prensado a quente)	3,2	18 – 22	650	3.450	310	5,5
ZrO_2 (tenacificada)	5,8	12 – 15	674	1.725	200	12,1
B_4C	2,5	25 – 40	235 - 321	2.200	410 - 425	4

Fonte: Adaptado de Askeland e Wright (2023), Karandikar *et al.* (2009), Silva *et al.* (2014).

O processamento do SiC tem direta relação com as propriedades que serão conferidas ao material. Nas seções seguintes serão detalhadas as formas de obtenção e conformação dos produtos à base de SiC. Na Tabela 2.8 é possível observar as principais características e processos de fabricação das cerâmicas de SiC de aplicação balística.

Tabela 2.8 – Características de algumas cerâmicas balísticas comerciais de SiC.

Material	Densidade (g/cm ³)	Dureza (kg/mm ²)	Resist. Flexão (MPa)	Processo (*)	Vantagens	Desvantagens
Hexoloy SiC	3,13	1924 HK (2 kg)	380	SSS	Sem contorno de grão, baixa porosidade	Alta temperatura de sinterização, crescimento de grão
Purbide SiC	3,10	1922 HK (2 kg)	455			
MTC SSS SiC	3,13	1969 HK (2 kg)	351			
MTC LPS SiC	3,24	1873 HK (2 kg)	372	LPS	Baixa temperatura, grãos finos, baixa porosidade	Óxidos nos contornos de grãos
Ekastic-T	3,25	1828 HK (2 kg)	612			
Ceralloy SiC	3,20	2300 HV (0,3 kg)	634	HP	Baixa temperatura, baixa porosidade	Limitação de formato
SSC-702	3,02	1757 HK (0,5 kg)	260	RB	Baixa temperatura, estruturas complexas	Silício residual
SSC-802	3,03	1332 HK (2 kg)	260			
SSC-902	3,12	1536 HK (2 kg)	260			
Forceram	2,85	1100 HK (2 kg)	125			

(*) Sinterização em estado sólido (SSS), Sinterização em fase líquida (LPS), *Hot Pressing* (HP), *Reaction Bonding* (RB).

Fonte: Adaptado de Karandikar *et al.* (2009), Silva *et al.* (2014).

2.4 Processamento do SiC

2.4.1 Ligação por Reação

A produção de peças de SiC por ligação por reação (RBSC - *Reaction Bonded Silicon Carbide*) se destaca entre outros processos de fabricação pela redução da temperatura e do tempo de sinterização e por não necessitar de pós submicrométricos e com pureza elevada, como nos processos de sinterização, além de produzir peças com boa resistência mecânica, boa tenacidade à fratura, elevada condutividade térmica e alta resistência ao choque térmico (SILVA, 2008).

A técnica foi desenvolvida por Popper em 1950 para aplicação como material de revestimento para combustíveis nucleares (PAUL, 1966). É um processo relativamente simples que não requer grãos muito finos de SiC, dispensando a etapa de moagem (WACHTMAN JR., 1989). De forma geral, o processo consiste em misturar SiC e carbono formando um corpo poroso. Em seguida, a mistura é aquecida em contato com silício fundido. Desta forma, uma reação ocorre entre Si + C formando uma fase β -SiC secundária, a qual se liga aos grãos de SiC originais para produzir um corpo com densidade perto da densidade teórica do SiC, como pode ser observado na Figura 2.22 (SILVA, 2008).

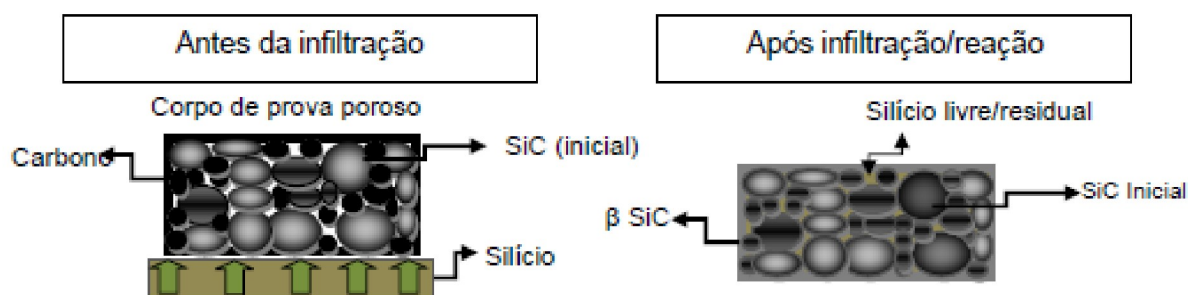


Figura 2.22 – Ligação por reação de SiC.

Fonte: Silva (2008).

Na Figura 2.23 é mostrada a micrografia de um material tipo RBSC. É interessante observar que em um mesmo componente podem existir diversas fases diferentes, como: grãos iniciais de SiC, o novo SiC formado, carbono ou grafite não reagido, silício residual e poros que não foram preenchidos pelo silício líquido (SILVA, 2008).

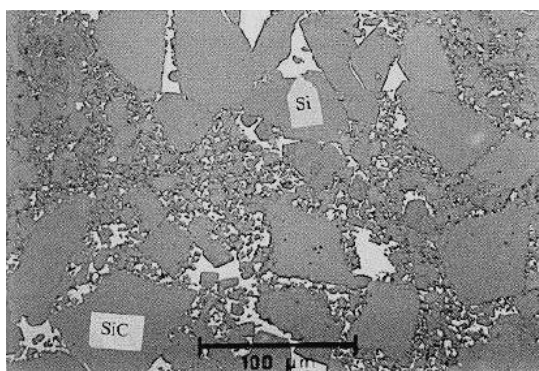


Figura 2.23 – Micrografia em MEV de um componente fabricado por ligação por reação (*reaction bonding*).

Fonte: Silva (2008).

A fase de carбето de silício inicial, que é usado como carga inerte, pode consistir em qualquer politipo, tais como alfa ou beta e qualquer tamanho ou combinação de tamanho de partículas. O tamanho de partícula típico está na faixa de aproximadamente 5 a 100 μm e a resistência do material final é inversamente proporcional ao tamanho de grão, como observado para a maioria das cerâmicas. Geralmente são usadas frações grosseiras por razões econômicas (WACHTMAN JR., 1989).

As propriedades da pré-forma da mistura de carbono com carбето de silício, como tamanho e volume do poro, tamanho da partícula de carbono, o processo de infiltração de silício e a reação química para formar SiC são críticos e determinam a microestrutura final do produto (SILVA, 2008). A reação química entre o carbono e o silício adiciona complexidade ao processo de infiltração.

A análise completa do processo é muito complexa por causa das interações não lineares entre fenômenos em macro e microescala. Os fenômenos em microescala, como reação C-Si (reação exotérmica) e o fenômeno de transporte de energia e massa, irão determinar as características do fluxo dentro de um poro individualmente. Já na macroescala, as interações entre os poros vizinhos determinam a estabilidade da frente de infiltração e, conseqüentemente, a microestrutura do compósito e as taxas globais de infiltração/reação e conversão do SiC (SANGSUWAN *et al.*, 2001).

A reação entre o silício infiltrante e o carbono resulta em redução do tamanho de poro (há um aumento de aproximadamente 58% em volume quando um mol de C reage para formar um mol de SiC), isto reduz a permeabilidade da pré-forma, reduzindo a velocidade de infiltração (WANG; TAN; JIANG, 2004; SANGSUWAN *et al.*, 2001). Sendo assim, para pré-formas com tamanho de poro inicial pequeno, a infiltração de Si irá parar prematuramente, resultando em infiltração incompleta e componente final com alta porosidade. Este fenômeno é chamado de “*chocking off*” de infiltração. Se o tamanho de poro das pré-formas for grande e de alta porosidade, estas serão infiltradas totalmente, mas silício residual permanecerá no componente, com efeitos deletérios às aplicações em alta temperatura (WANG; TAN; JIANG, 2004; SANGSUWAN *et al.*, 2001).

As tensões devidas aos gradientes térmicos severos resultantes da reação exotérmica causam trincas e a tensão residual devida à mudança de volume/mecanismo de resfriamento poderá ter efeitos deletérios sobre a tenacidade do material. Foi observado que temperaturas tão altas quanto 1900 °C podem ser geradas durante a reação exotérmica entre silício e carbono causando fraturas ocasionais (WACHTMAN JR., 1989).

Taylor (1965) foi o primeiro a patentear o processo, onde o SiC granular foi misturado a um ligante temporário (resina termofixa ou termoplástica), o qual age também como fonte de carbono. O ligante temporário é usado para dar resistência mecânica ao corpo verde de carbetto de silício durante a operação de prensagem a frio. Quando o componente é queimado, o ligante se decompõe e o carbono reveste os grãos de carbetto de silício. Uma vez que um corpo de estrutura porosa é obtido, a etapa seguinte consiste em preencher os poros com carbono adicional.

Outro desenvolvimento deste tema foi realizado pela empresa GE (*General Electric*) onde ocorre a reação de Si em pré-formas de fibras de carbono, fabricando um compósito de fibras de SiC na matriz de silício (WANG; TAN; JIANG, 2004; SCAFE *et al.*, 1996; NIE *et al.*, 2009).

Atualmente, existem estudos de uma variação do processo de ligação por reação, que está sendo denominado de conformação por reação (*reaction-formed*). A maior diferença entre estes métodos é que um material não particulado é processado para obter a forma de um corpo poroso. O corpo é feito de um polímero líquido de baixa viscosidade, o qual é convertido em um esqueleto de carbono puro, com porosidade controlada após

polimerização e pirólise. Subsequentemente, o esqueleto é colocado para reagir com Si para formar SiC (WANG; TAN; JIANG, 2004). Uma outra variação é o compósito Si/SiC biomórfico, produzido através de infiltração reativa de Si líquido em moldes porosos de C obtidos pela pirólise da madeira. Esta é uma rota de baixo custo, taxa de síntese alta, componentes com baixa contração, produção de formas complexas e mudança de volume insignificante durante a infiltração e reação (PRESAS *et al.*, 2005).

O compósito SiC-Si derivado de um processo de ligação por reação praticamente não tem encolhimento, pois a consolidação é obtida por infiltração e reação de silício, em vez da sinterização clássica. Isto permite a fabricação de componentes de alta precisão com uma rigidez muito elevada para a indústria eletrônica, por exemplo. Esse processo é amplamente utilizado para a fabricação de placas balísticas, conforme apresentado nas Tabelas 2.6 e 2.7, tendo as vantagens de não serem necessários fornos para atingir a temperatura de sinterização do SiC e a possibilidade de conformação de placas monolíticas (Figura 2.24), geralmente de 10 x 12 polegadas e eventualmente com algum grau de curvatura para melhorar o ajuste anatômico ao usuário.



Figura 2.24 – Placas balísticas de SiC monolíticas fabricadas por RBSC.

Fonte: Schunk Carbon Technology (2023).

2.4.2 Deposição Química a Vapor

A deposição química a partir de fase vapor (CVD - *Chemical Vapor Deposition*) é basicamente a formação de uma película não volátil sólida sobre um substrato por meio de reações químicas envolvendo uma fase vapor. A sua produção envolve uma série de reações em fase vapor e reações de superfície.

A dinâmica dos fluidos inerentes ao processo é bastante complexa, em função das variações de temperatura e pressão até as reações de deposição ocorrerem efetivamente. Estas reações começam a acontecer ainda na fase vapor, com o precursor reagindo entre si, ocorrendo uma precipitação, pois é um processo dinâmico. Como resultado, a cinética da reação sofre efeito de muitos fatores: velocidade do gás de arraste, temperaturas do gás e da superfície do substrato, concentração do precursor na fase gasosa, cinética das reações de superfície, fenômenos de transporte de massa e a pressão do sistema (JONES; HITCHMAN, 2009).

No caso do SiC, o precursor mais utilizado é o CH_3SiCl_3 , que resulta em um produto de alta pureza, sendo normalmente utilizado na produção de filmes e recobrimentos semicondutores (PEDERSEN *et al.*, 2012). Usualmente é utilizado também para fins acadêmicos, ou bem específicos, como produção de espelhos para lasers de alta energia, telescópios astronômicos e satélites meteorológicos, pois resulta em um produto com um alto grau de acabamento superficial (LIMA, 2006). Na Figura 2.25 (PEDERSEN *et al.*, 2012) tem-se a representação esquemática do reator para CVD.

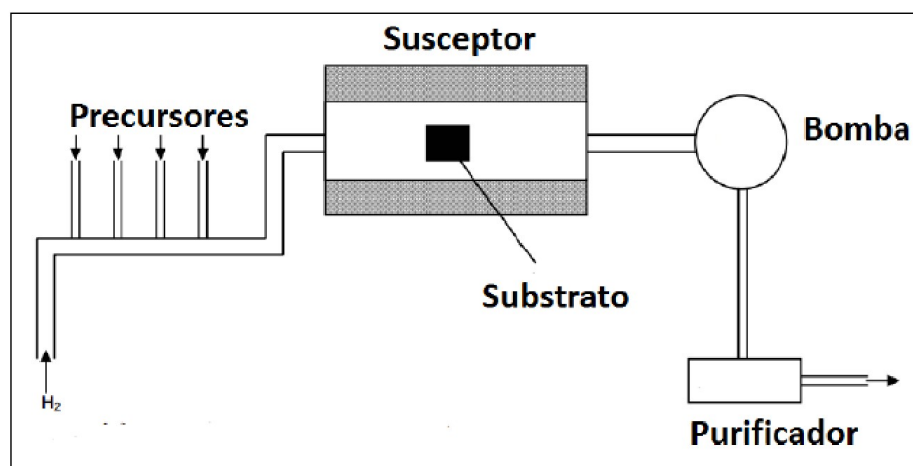


Figura 2.25 – Representação esquemática do reator CVD.

Fonte: Adaptado de Pedersen *et al.* (2012).

Na Figura 2.26 é mostrada a micrografia obtida por MEV da seção transversal de um filme espesso de SiC obtido por CVD por meio do precursor trimetilsilano ($\text{C}_3\text{H}_7\text{Si}$), sobre uma camada de Si (MADAPURA; STECKL; LOBODA, 1999).

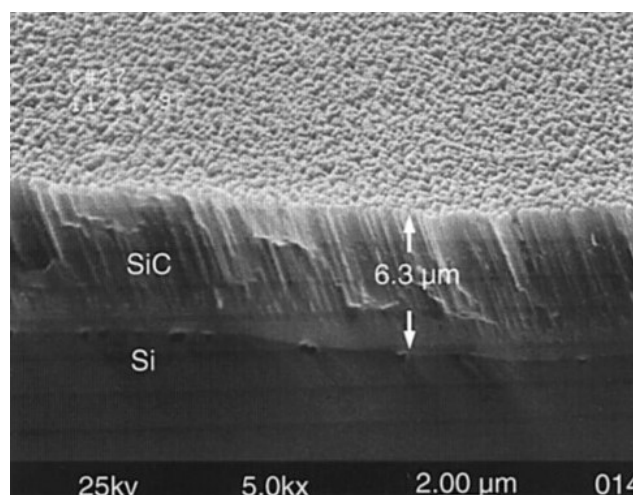


Figura 2.26 – Imagem em MEV da seção transversal de SiC depositado por CVD sobre Si.

Fonte: Adaptado de Madapura, Steckl e Loboda (1999).

2.4.3 Método de Conversão Polimérica

O método de conversão polimérica (PDC – *Polymer-Derived Ceramic*) é baseado em reações entre cadeias de polímeros. O desenvolvimento de produtos cerâmicos a partir de precursores poliméricos teve início nos anos 60, mas foi em 1975 que se conseguiu produzir fibras de SiC pela conversão química de polímeros organometálicos (policarbosilano e polissilano) (LIMA, 2006). Na Figura 2.27 (BELTRÃO, 2011) estão ilustrados os principais precursores usados para produção de SiC por esta técnica e as suas respectivas composições químicas.

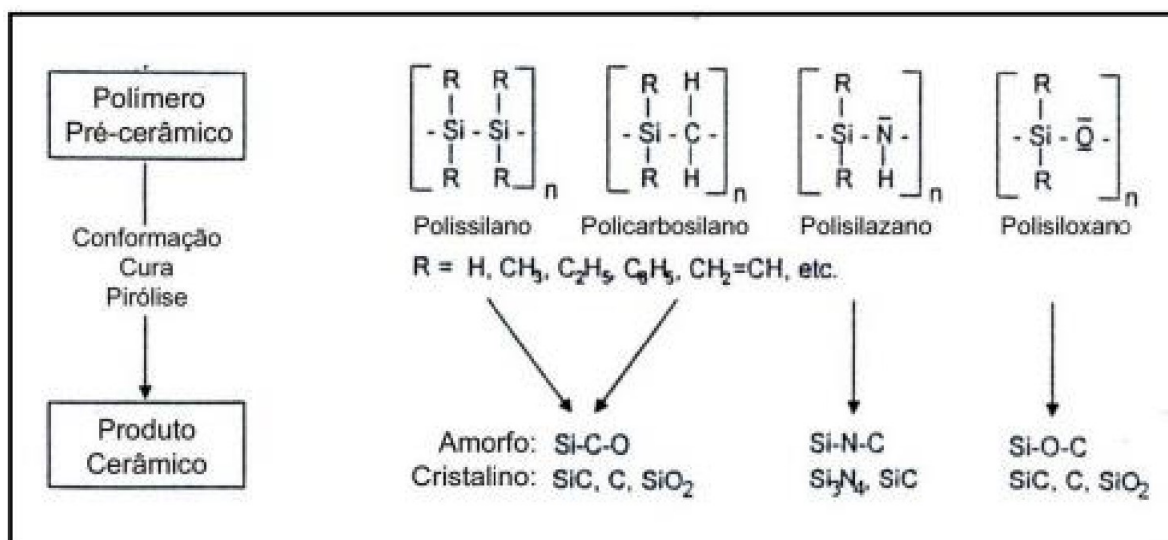


Figura 2.27 – Principais precursores do SiC via conversão polimérica.

Fonte: Beltrão (2011).

Em relação a esta técnica, chama a atenção o fato de ser possível sintetizar materiais de diversas formas (possibilidade de obtenção de filmes e fibras) e associa-se a isto a utilização de baixas temperaturas, o que diminui o custo do processo (BELTRÃO, 2011).

Na FIG. 2.28 é possível observar o compósito SiCf/SiC, onde a pré-forma foi formada pelas fibras de SiC (SiCf) e a matriz foi formada a partir de uma solução de xileno com 50% em peso de policarbosilano, que passou pelo processo de pirólise em 1300 °C para formar o PDC-SiC (matriz). É possível observar na interface entre a matriz e as fibras, um pequeno percentual de pirocarbono (PyC), que não sofreu transformação (WANG *et al.*, 2020).

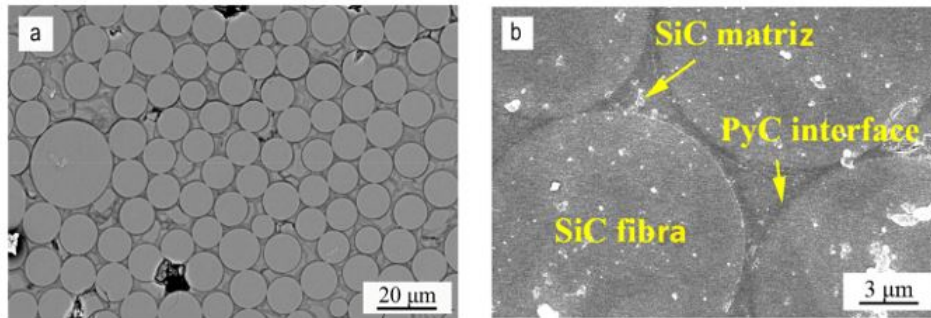


Figura 2.28 – Imagens de SEM do (a) Compósito SiCf/SiC, com matriz obtida por PDC e (b) aumento na interface do compósito.

Fonte: Wang *et al.* (2020).

2.5 Conformação do SiC

2.5.1 Prensagem Uniaxial a Frio

A prensagem uniaxial consiste na aplicação de esforços no sentido longitudinal a partir de matriz e punção rígidos, sendo utilizada para conformação de geometrias em que não haja relevo superficial nas superfícies paralelas ao eixo. Se a peça for simples e de pequena espessura (< 5 mm) é possível usar um molde de ação simples. Por outro lado, se possuir formas complexas ou maior espessura recomenda-se a matriz de dupla ação para maior uniformidade. Ambos os meios de prensagem são ilustrados na Figura 2.29(a) (ALBERO, 2000). Entretanto, esta rota de compactação introduz defeitos decorrentes do atrito gerado entre as partículas, e entre estas e a superfície da matriz. O atrito impede a distribuição uniforme da tensão de compressão e induz a um gradiente de densidade no corpo verde (REED, 1995; ALBERO, 2000), visto na Figura 2.29(b).

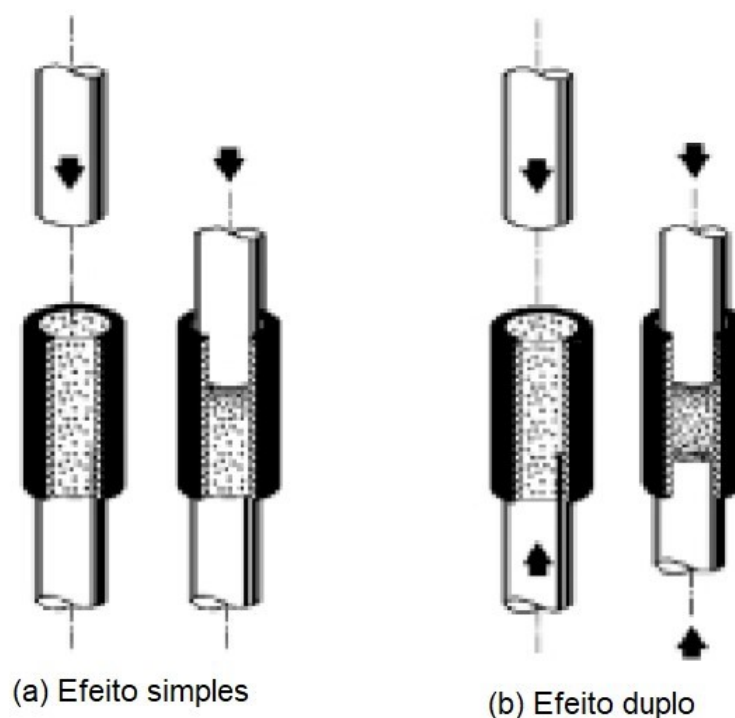


Figura 2.29 – Prensagem uniaxial a frio de ação (a) simples e (b) dupla.

Fonte: Wang *et al.* (2020).

2.5.2 Prensagem Isostática a Frio

A maior limitação da prensagem uniaxial é pelo fato da pressão não ser aplicada de forma uniforme ao longo de toda a massa de pó, o que acaba resultando em variações de densidade no interior da peça prensada. Já a prensagem isostática ocorre em um molde flexível sobre o qual um fluido pressurizado aplica a pressão de compactação uniformemente por todas as direções, conforme o esquema da Figura 2.30. Essa prensagem pode ser utilizada, ainda, como complemento da prensagem uniaxial. Na prensagem de um pó de SiC comercial com d_{50} de $0,5 \mu\text{m}$, esta etapa foi capaz de corrigir os defeitos estruturais introduzidos na prensagem uniaxial (WANG *et al.*, 2022).

Dependendo das dimensões do componente pretendido, do nível de sofisticação ou de requisitos de produção, dois tipos de processos podem ser utilizados: o processo *dry bag* e o processo *wet bag*. No processo *dry bag*, conforme Figura 2.30(a), o operador do equipamento não entra em contato com o fluido, pois o molde é integrado ao vaso de pressão e neste caso a tampa do molde é a própria tampa do vaso, já no processo *wet bag*, conforme Figura 2.30(b), o molde contendo o pó é introduzido no interior do vaso de pressão da prensa, e o operador tem contato com o fluido em cada alimentação e extração do compacto dos moldes, sendo apropriado para peças maiores, com baixas taxas de produção (CANTO *et al.*, 2004).

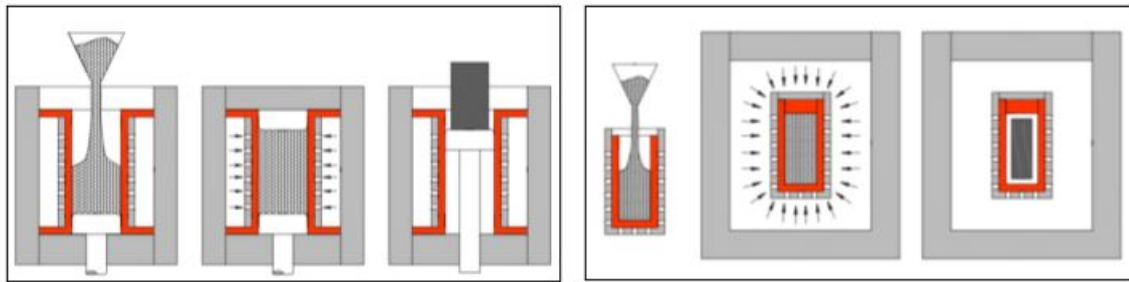


Figura 2.30 – Processo de prensagem a frio: (a) *dry bag* e (b) *wet bag*.

Fonte: Canto *et al.* (2004).

2.6 Mecanismos de Sinterização

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

A força motriz para a sinterização está na diminuição da energia livre do sistema relacionada ao decréscimo do excesso de energia associada às superfícies sólido/gás. Isto pode ocorrer pela redução da área superficial total pelo aumento do tamanho médio das partículas (“*coarsening*”), ilustrado na Figura 2.31, e pela eliminação das interfaces sólido/gás e criação de áreas de contornos de grão (interfaces sólido/sólido), seguido de densificação e crescimento de grão. Se o processo de densificação prevalecer, haverá a aniquilação dos poros e retração do corpo (BARSOUM, 2019).

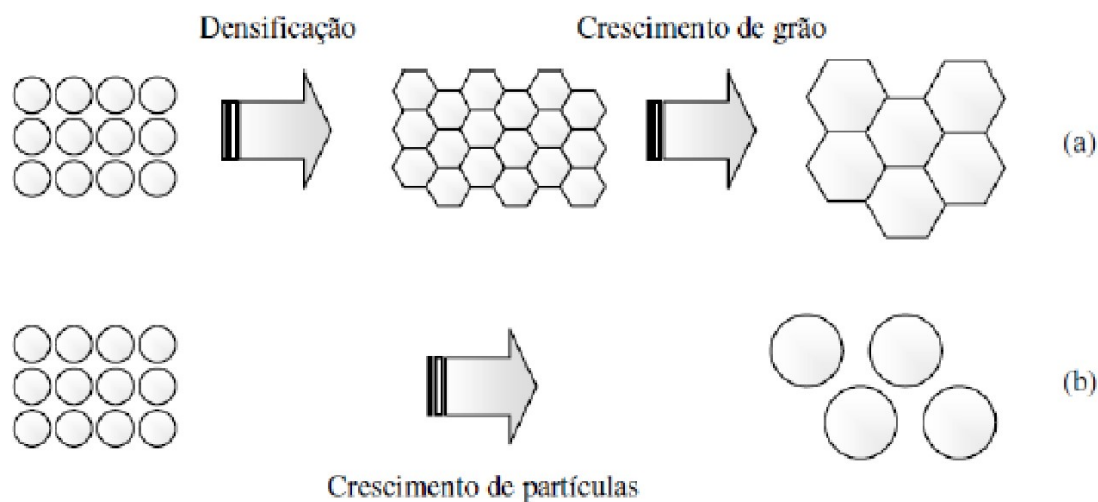


Figura 2.31 – Esquema de redução da energia superficial de partículas: (a) Densificação seguida por crescimento de grão; (b) Crescimento de partículas (“*coarsening*”).

Fonte: Lima (2006).

2.6.1 Sinterização em Fase Sólida

Na sinterização por fase sólida (SSS - *Solid State Sintering*) a densificação dos pós ocorre por meio de mecanismos de difusão em fase sólida sem formação de fase líquida, ocasionando a alteração da forma das partículas, que está esquematizada nas Figuras 2.32 e 2.33 (BARSOU, 2019). O processo pode ser dividido em três estágios. No estágio inicial, aumenta-se a aderência entre as partículas e promove-se o crescimento dos pescoços. O estágio intermediário é caracterizado pela maior diminuição da porosidade, pois os pescoços tornam-se grandes e os poros mudam de forma. No estágio final existe a migração dos contornos de grãos e a presença de poros isolados (BARSOU, 2019).

Há outras maneiras de transporte de matéria, algumas até mais eficientes, porque envolvem transporte de partículas inteiras, como rotação e deslocamento de partículas e pela difusão atômica. Independentemente de quais são os mecanismos atuantes, rigidez e densificação são obtidas basicamente pelo melhor empacotamento de matéria, que é associado ao aumento da área superficial entre as partículas (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007). No SiC, sem o auxílio da pressão, a sinterização em estado sólido ocorre em temperaturas entre 2000 e 2200 °C com tempos superiores a 60 min (LIMA, 2006).



Figura 2.32 – Sinterização em estado sólido.

Fonte: Lima (2006).

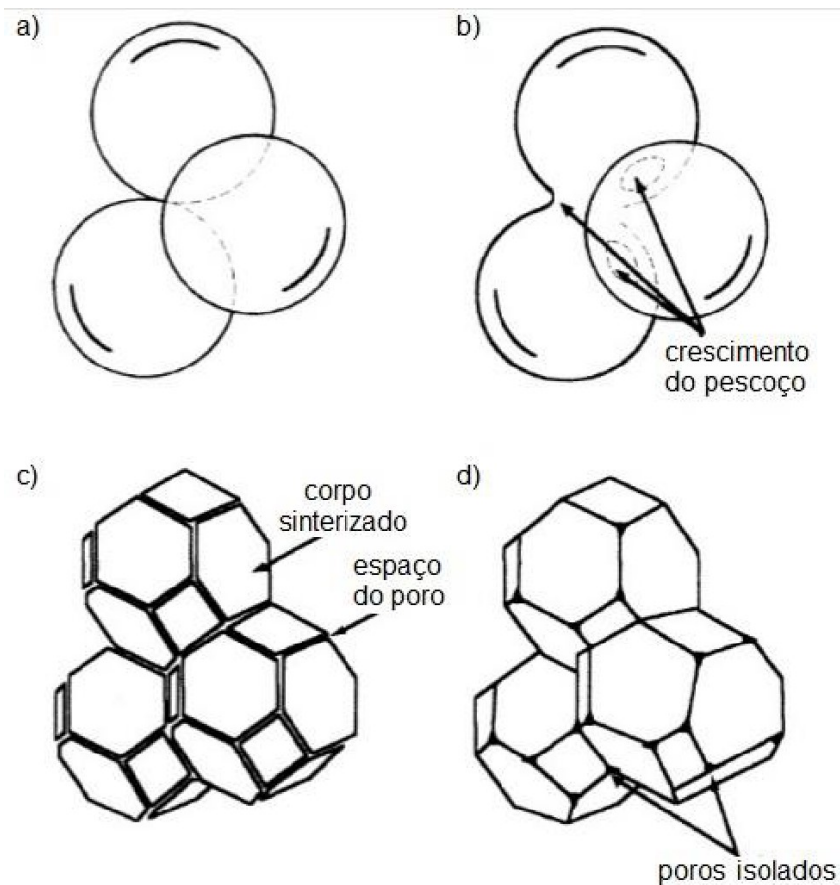


Figura 2.33 – Representação esquemática da sinterização por fase sólida: (a) contato tangencial entre as partículas; (b) estágio inicial; (c) estágio intermediário; (d) estágio final.

Fonte: Barsoum (2019).

2.6.2 Sinterização em Fase Líquida

A sinterização em presença de fase líquida acontece devido à formação de um líquido, normalmente proveniente da fusão de um aditivo na temperatura de sinterização (LIMA, 2006).

A ocorrência deste líquido caracteriza maior diferença entre os dois tipos básicos de sinterização, e tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e no aspecto final da estrutura sinterizada (DRESCH *et al.*, 2021).

A indústria explora muito este processo, já que ele oferece três vantagens principais sobre a sinterização no estado sólido: é muito mais rápido, é mais econômico, por não serem necessárias temperaturas tão altas quanto na SSS, e a sua densificação tende a ser mais uniforme. Para que essa forma de sinterização ocorra, é necessário que a fase sólida tenha bastante solubilidade na fase líquida e que esta molhe completamente a fase sólida. A combinação desses fatores resulta em 3 estágios: rearranjo de partículas, solução-reprecipitação e sinterização em estado sólido, como mostrado na Figura 2.34 (BARSOUM, 2019).

O rearranjo de partículas é ocasionado pelo preenchimento dos poros com a fase líquida. Uma densidade próxima a 100% pode ser alcançada caso o líquido flua facilmente e preencha os poros.

Nos pontos de contato entre as partículas ocorre um aumento de potencial químico dos átomos em relação às áreas sem contato. Esta condição favorece a dissolução de átomos nos pontos em contato e sua reprecipitação longe desta área, ocorrendo assim o segundo estágio, com contração e densificação

Ao final deste estágio resulta a formação de um esqueleto rígido e neste momento inicia-se a sinterização em estado sólido, resultando em grande diminuição das taxas de contração e densificação (BARSOUM, 2019).



Figura 2.34 – Sinterização com presença de fase líquida.

Fonte: Lima (2006).

2.7 Métodos de Sinterização

2.7.1 Prensagem a Quente Uniaxial ou Isostática

Esta técnica alia os principais fatores termodinâmicos para a ocorrência da sinterização: temperatura e pressão. O transporte de massa é favorecido pela temperatura e pela aplicação conjunta de pressão, intensificado pela deformação plástica e pelo desloca-

mento de partículas. Recomenda-se este método para cerâmicas covalentes e para garantir o completo fechamento de porosidades (SILVA; JÚNIOR, 1998; BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

A aplicação de tensão pode ser uniaxial (HP – “*Hot Pressing*”) ou isostática (HIP – “*Hot Isostatic Pressing*”). O processo HP é constituído por uma prensa acoplada a um forno, onde todo o conjunto é exposto à temperatura e protegido por gás inerte. Uma grande desvantagem desse processo é a dificuldade de se obter geometrias complexas, pela limitação do formato das matrizes, o que pode impactar também na produtividade das peças, se comparado a processos convencionais, como SSS, LPS e RBSC. Na Figura 2.35 é possível observar o mecanismo de funcionamento do HP.

No método HIP, o elemento de aquecimento é acondicionado dentro de um vaso de pressão e a pressão de compactação é estabelecida pela pressurização de um gás inerte, causando uma prensagem equalizada (SILVA; JÚNIOR, 1998). É possível a fabricação de peças de geometrias complexas, em função da flexibilidade de formato de matrizes, uma vez que a pressão não é mais exercida por um pistão como no HP, mas sim, pela ação isostática de gases.

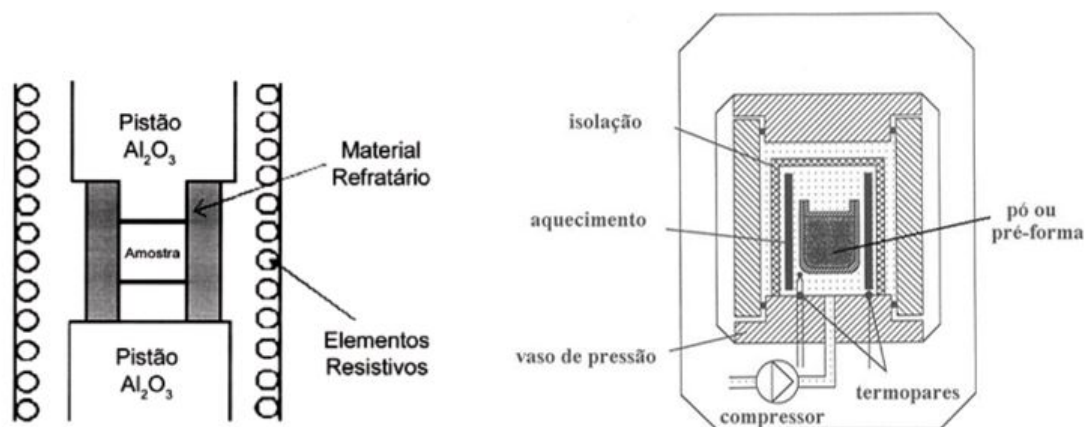


Figura 2.35 – Forno de prensagem a quente: (a) HP e (b) HIP.

Fonte: Santos (2003).

2.7.2 Sinterização em Forno Resistivo

A técnica de sinterização em forno resistivo é altamente empregada no processamento de materiais cerâmicos, tendo como principal variável o controle da temperatura. Elementos de aquecimento, frequentemente fabricados a partir de carboneto de silício, molibdênio ou grafite, são responsáveis pela geração de calor necessário para a sinterização (RAHAMAN, 2017).

O funcionamento é baseado no efeito Joule, onde uma corrente elétrica passa pelos elementos de aquecimento, resultando em geração de calor. Este calor é então transmitido

para a câmara de sinterização, aumentando a temperatura até o ponto em que o material começa a sinterizar (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976).

A capacidade de processar várias amostras simultaneamente confere a esta técnica uma maior homogeneidade no processo de sinterização. Além disso, é possível ajustar a atmosfera na câmara de sinterização, permitindo a flexibilidade necessária para processar diferentes tipos de cerâmicas. Taxas de aquecimento e resfriamento mais lentas são empregadas para minimizar os efeitos da inércia térmica, frequentemente presente em fornos deste tipo (GERMAN, 1996).

Em materiais cerâmicos, como óxidos, carbetos e nitretos, o forno resistivo apresenta um amplo espectro de possibilidades. O controle da atmosfera é especialmente relevante para materiais que podem sofrer oxidação ou outras reações químicas durante a sinterização. Essa técnica é comumente utilizada nos processos de sinterização sem aplicação de pressão, como é o caso do material desenvolvido neste trabalho (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976).

A técnica possui algumas limitações, como o tempo de processamento, influenciado pela inércia térmica do forno. Outro aspecto que demanda atenção é a necessidade de sistemas especializados para manutenção de uma atmosfera controlada durante o processo. A uniformidade da temperatura dentro da câmara também pode ser uma variável crítica, especialmente para amostras de maiores dimensões.

2.7.3 Sinterização Via Formação de Plasma por Centelhamento

A sinterização por centelha de plasma, que também é chamada de sinterização por plasma pulsado, fruto do termo SPS (“*Spark Plasma Sintering*”) ou FAST (*Field Assisted Sintering Technology*), é uma técnica relativamente nova para a sinterização de materiais cerâmicos. A configuração básica de um típico sistema SPS/FAST é demonstrada na Figura 2.36 (AALUND, 2010).

Este processo permite a utilização de tempos menores de sinterização, além de produzir densificação com pequeno crescimento de grãos (GANGULY *et al.*, 2011). Neste método, o pó é prensado e aquecido simultaneamente com altas taxas de aquecimento por pulsos elétricos. Uma limitação desta técnica é que a forma do produto final é definida pelo molde de grafite onde o pó é processado que tipicamente possui uma simetria cilíndrica (ABREU; SKURY, 2015).

De forma geral, o processo é eficiente termicamente devido ao aquecimento direto do molde e do pó a ser sinterizado pela passagem de altas correntes pelo pó e/ou pelo aquecimento indireto do pó por meio do aquecimento do molde pela passagem de corrente. O processo de SPS/FAST oferece vantagens em relação aos demais processos de sinterização, tais como velocidade e reprodutibilidade (ABREU; SKURY, 2015). Para sinterizar o SIC

por SPS/FAST são necessários alguns minutos, enquanto nos fornos resistivos a amostra deve permanecer por horas aquecendo e resfriando (LIMA, 2006; MIRANZO *et al.*, 2013).

Heydarian *et al.* (2019) produziram pela primeira vez um nanocompósito de SiC-Si por SPS/FAST conseguindo resultados ótimos de tenacidade à fratura e dureza, além de um aumento da densidade relativa de 83% para 99%, utilizando a temperatura de 1700 °C, com patamar de 10 min, 70 MPa de pressão e adição de 20% de Si.

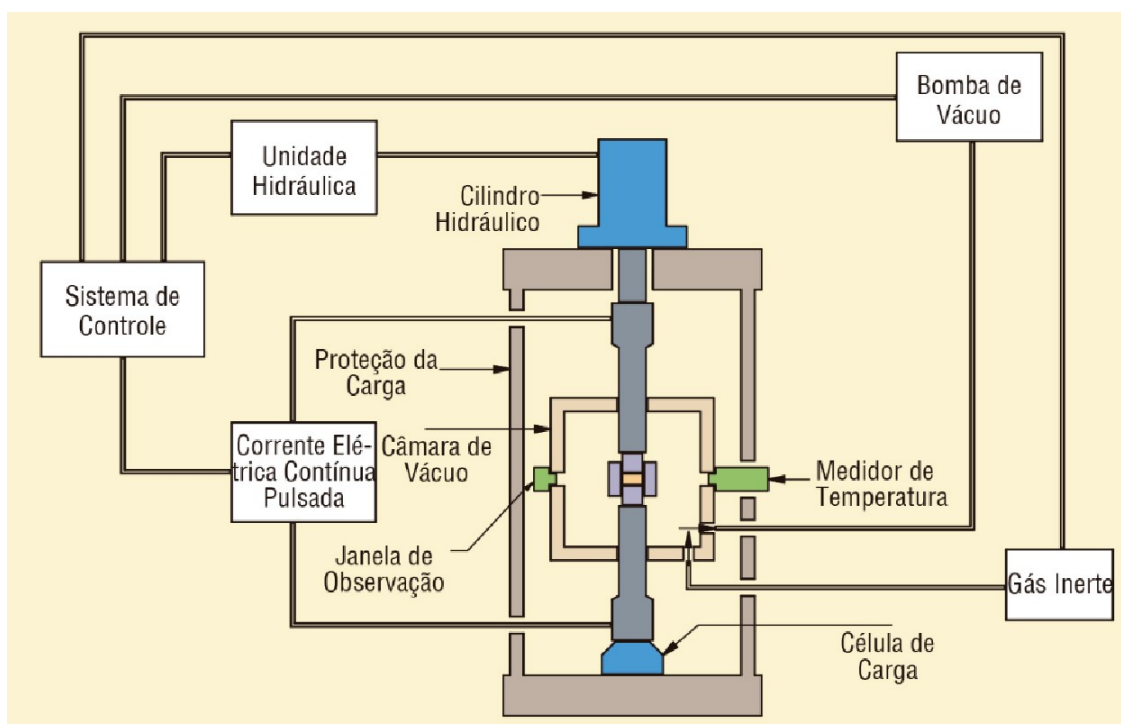


Figura 2.36 – Configuração de um sistema de SPS.

Fonte: Aalund (2010).

2.7.4 Sinterização do SiC

O SiC, por ser um sólido majoritariamente covalente, oferece dificuldades para ser sinterizado em estado sólido, em razão do seu baixo valor de coeficiente de autodifusão. Torna-se necessário o uso de aditivos de sinterização para obter-se a sinterização por fase líquida (WANG *et al.*, 2022).

Com o aumento do uso de cerâmicas de SiC, diversas pesquisas têm sido feitas para melhorar a densificação deste material durante a sinterização. O emprego de aditivos para sinterização do Carbetto de Silício começou, segundo Prochazka, com Alliegro 1958, que usou pequenas quantidades de alumínio, boro e ferro como aditivo para reduzir a temperatura e a pressão utilizadas durante a sinterização via prensagem a quente (PROCHAZKA, 1975). Posteriormente, em 1973, Prochazka verificou experimentalmente que a pressão de sinterização de cerâmicas de SiC podem ser reduzidas com a adição de boro e carbono.

Com o uso de pós muito finos de SiC, e com esses aditivos, tornou-se possível uma alta densificação do material, sem aplicação de pressão, utilizando sinterização em atmosfera de argônio em 2100 °C (PROCHAZKA, 1975).

O objetivo dos aditivos de sinterização é facilitar as reações químicas dos pós durante a sinterização e constituir a fase líquida. O líquido formado durante a sinterização deve escoar entre os contornos de grão, em função da capilaridade, facilitando um melhor rearranjo das partículas sólidas e com isso aumentando a densificação (HWANG *et al.*, 2006).

Na Tabela 2.9 são apresentados alguns aditivos de sinterização do SiC referidos na literatura com os respectivos percentuais de adição, condições de sinterização e densidades relativas obtidas.

Tabela 2.9 – Aditivos de sinterização do SiC.

Aditivos de sinterização	Adição	Condições de sinterização (tipo, temperatura de sinterização, pressão e patamar)	Densidade relativa
Si	25% volume	Prensagem a quente, 1900 °C, 30 MPa, 30 min	99%
Si	20% volume	SPS, 1700 °C, 70 MPa, 10 min	99%
Al ₄ SiC ₄	10% massa	Prensagem a quente, 1700 °C, 60 MPa, 2 horas	99%
B-C	0,9% massa	Sem pressão, 2100 °C	96%
B ₄ C-C	1,5% massa	Sem pressão, 1950 °C, 15 minutos	99%
Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	10% massa	Sem pressão, 1950 °C, 1 hora	97%
Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	10% massa	Sem pressão, 2100 °C, 30 min	99%
Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	10% massa	Prensagem a quente, 1800 °C, 20 MPa, 2 horas	94%
ZrB ₂ - Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	15% massa	Sem pressão, 1950 °C, 15 min	98,3%
CaO- Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	10% massa	Prensagem a quente, 1800 °C, 25 MPa, 1 hora	97%
MgO-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	12% massa	Prensagem a quente, 1750 °C, 30 MPa, 3 horas	98%
MgO-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	9% massa	Prensagem a quente, 1800 °C, 25 MPa, 30 min	98%
MgO-Al ₂ O ₃ -Y ₂ O ₃	10% massa	Sem pressão, 1930 °C, 1 hora	98,4%

Fonte: Adaptado de Lima (2006).

Os aditivos mais usados tem sido a mistura de óxidos Al₂O₃ e Y₂O₃ (Figura 2.37) e combinações entre eles e óxidos de terras raras. A fase líquida intergranular formada no momento da sinterização influencia fortemente as propriedades físicas finais da cerâmica sinterizada (SCITI; BELLOSI, 2000). Esse é o aditivo mais utilizado no mercado, visto que são obtidas excelentes propriedades mecânicas sem a necessidade de aplicação de pressão.

Flinders *et al.* (2005) estudaram a adição ao SiC de Al – B – C e Al₂O₃ – Y₂O₃,

ambos na produção de sinterizados em presença de fase líquida e prensados a quente em comparação ao SiC sinterizado em estado sólido também prensado a quente, para aplicação balística. Os materiais sinterizados em presença de fase líquida alcançaram valores de tenacidade à fratura superiores aos sinterizados em estado sólido, motivados pelos grãos menores e pelo modo de fratura intergranular. Por outro lado, os materiais sinterizados em estado sólido apresentaram maiores tamanhos de grãos e maior dureza, alcançando melhor desempenho nos ensaios balísticos de V50 e profundidade à penetração para a munição 7,62 mm × 51 mm (M93).

O uso de aditivos óxidos pode provocar efeitos indesejados, pois sua reação química com o SiC pode formar compostos voláteis, que com a diminuição da massa podem afetar a densificação (WANG *et al.*, 2022).

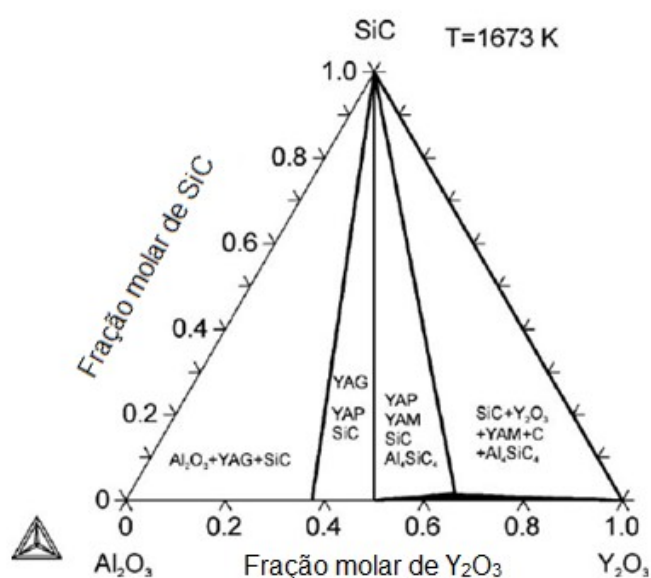


Figura 2.37 – Diagrama da adição de Al_2O_3 - Y_2O_3 em SiC.

Fonte: Neher *et al.* (2011).

2.8 O Silício

O silício é um dos elementos mais abundantes da crosta terrestre, constituindo aproximadamente 27,7% de sua composição. Na sua forma mais pura, o silício apresenta-se como um sólido cinza-escuro com um brilho metálico e exibe propriedades de semicondutor. Esta forma do elemento é frequentemente denominada "silício metálico" e sua estrutura cristalina é análoga à do diamante (MORI; SANTOS; SOBRAL, 2007).

O silício metálico possui aplicabilidades notáveis, sobretudo na indústria eletrônica e fotovoltaica. É frequentemente empregado como material base na fabricação de dispositivos semicondutores, células solares e em diversas outras aplicações que requerem alta pureza e propriedades eletrônicas específicas. O processo de obtenção de silício de alta pureza,

geralmente chamado de "refino", é crucial para essas aplicações e envolve técnicas complexas como a deposição química em fase de vapor (CVD) ou o método de fusão por zona. Na natureza, o silício ocorre primariamente em forma combinada, sendo um componente essencial de uma vasta gama de minerais. Na sua forma oxidada (sílica), é empregado na fabricação de materiais refratários e, quando adicionado ao cimento, é utilizado na produção de tijolos e diferentes tipos de concretos. O óxido de silício também é crucial na fabricação de vidros especiais, como os boro-silicatos (tipo Pyrex®), além de ser utilizado em esmaltes, vernizes especiais e diversas cerâmicas (MORI; SANTOS; SOBRAL, 2007).

Compostos de silício também podem ser encontrados em águas naturais, na atmosfera (na forma de poeira), em diversas espécies de plantas e nos tecidos e fluidos de alguns animais. O quartzo, uma das formas cristalinas do óxido de silício, é particularmente notável por suas propriedades piezoelétricas, sendo amplamente empregado em dispositivos como radares, isqueiros "sem pedra" e relógios (MORI; SANTOS; SOBRAL, 2007).

O Brasil é um dos principais produtores globais de silício metálico, a partir de suas reservas significativas de quartzo, especialmente nos estados de Goiás, Minas Gerais e Bahia. A produção de ligas de silício no país abastece diversos setores industriais, com destaque para a metalurgia.

Em virtude de sua singular estrutura eletrônica, o silício metálico desempenha um papel crucial em diversas indústrias. Em particular, ele é empregado como semicondutor na indústria eletrônica, e na metalurgia serve como um eficaz agente redutor na fabricação de ligas como aços, latões e bronzes. É importante ressaltar que é justamente essa forma metálica do silício que constitui o foco do presente estudo, devido à sua aplicabilidade como aditivo no processo de sinterização do carbetto de silício (SiC). O silício metálico possui uma temperatura de fusão de 1414 °C e um ponto de ebulição de 3265 °C, propriedades que tornam esse elemento particularmente interessante para diversas aplicações de alta temperatura.

Na literatura encontra-se o Si metálico como aditivo de sinterização do SiC nos processos SPS, HP e RBSC. Na Tabela 2.9 é possível observar os percentuais aditivados e as temperaturas de sinterização utilizadas por diversos autores.

Zhang, Marino e Ferraris (1994) realizaram o estudo com a adição de Si metálico com percentuais de 5% e 25% em volume (%vol) para sinterização de SiC no processo hot pressing. Para a adição de 25%vol de Si, também fizeram com e sem a adição de 10%vol de carbetto de tungstênio (WC). Foram utilizadas temperaturas entre 1750 °C e 1900 °C, abaixo das tradicionalmente utilizadas nesse processo. A pressão foi de 30 MPa. Os autores concluíram que adições de 25%vol de Si foram mais efetivas do que as adições de 5%vol. Embora ambas tenham apresentado densidades relativas semelhantes, em torno de 99%, a resistência à flexão da peça aditivada de 25%vol de Si alcançou 961 MPa enquanto a da peça com 5%vol de Si se limitou a 636 MPa. Os resultados da peça com a adição de 25%vol

de Si e 10%vol WC foram ligeiramente superiores do que a peça sem WC, atingindo a densidade relativa de 99,32% e resistência à flexão de 1017 MPa.

Os autores fizeram a comparação entre a microestrutura do material sinterizado por HP com resultados de materiais fabricados por RBSC com 33% de presença de Si residual. Enquanto na amostra fabricada por RBSC são apresentadas regiões com grandes concentrações de Si e outras de SiC, com formato irregular das partículas, a distribuição nas amostras sinterizadas por HP é homogênea, com partículas de pequeno tamanho de SiC rodeadas por Si, mas sem indicativo de heterogeneidades.

Embora o trabalho de Zhang, Marino e Ferraris (1994) tenha apresentado uma solução promissora para a sinterização do SiC, na literatura não foram observadas outras tentativas utilizando esse processo com a adição de Si.

Heydarian *et al.* (2019) produziram pela primeira vez um nanocompósito de SiC-Si por SPS, obtendo elevados valores de tenacidade à fratura e dureza. Os pesquisadores variaram a adição de Si entre 15% vol e 25%vol, e as condições de sinterização para 1600 °C e 1700 °C, 5 e 10 min de patamar e 50 e 70 MPa de pressão. Eles chegaram à conclusão que na sinterização realizada na temperatura de 1700 °C, por 10 min e 70 MPa, a densidade relativa do compósito atingiu quase 100%. O aumento do teor de Si melhorou a densidade relativa devido à presença de aglutinante entre as partículas de SiC. A dureza e a tenacidade à fratura aumentaram com o aumento dos parâmetros de temperatura, tempo e pressão aplicada no processo por SPS, ocasionando na diminuição da porosidade. A resistência à fratura aumentou à medida que o teor de Si aumentou.

Em outra pesquisa (HEYDARIAN; SAJJADI; JOHNSON, 2020) realizaram estudo sobre a sinterização do compósito SiC-Si utilizando a técnica SPS variando o tamanho de partícula do SiC entre 25 μm , 80 nm e 45 nm, e usando 20%vol de Si com tamanho de partícula $< 3 \mu\text{m}$. As condições de SPS utilizadas foram de 1700 °C, 10 min de patamar e pressão de 75 MPa. Os autores concluíram que, devido à completa densificação do compósito com tamanho de partícula de SiC de 80 nm, este apresentou resultados de dureza superiores aos demais. A sinterização não ocorreu completamente para as peças produzidas com partículas de 25 μm , que apresentaram baixa densidade e dureza. As partículas de 45 nm apresentaram um crescimento maior que as demais, o que os autores justificaram porque as partículas finas de SiC circundaram as partículas de Si e, à temperatura de fusão do silício, elas se uniram e formaram partículas grandes de SiC.

Em um experimento semelhante às condições de produção de RBSC, ASGHARZADEH e EHSANI (2011), realizaram o estudo sobre a sinterização de corpos verdes de pós prensados de mistura de Si, C e SiC. Diferente do processo de RBSC, esse processo foi denominado de *Reaction Sintering* (RS), que na literatura é denominado ainda como RSSC (*Reaction Sintering Silicon Carbide*), e que muitos autores relatam como sendo idêntico ao RBSC. A grande diferença entre o RSSC e o RBSC, se dá pelo fato que no RBSC o Si

metálico é fundido e vertido sobre um molde poroso de SiC e C, e através da reação com o C, é formado o SiC secundário. O calor gerado pela reação exotérmica entre o Si e C auxilia na sinterização do SiC primário. Já no processo de RSSC estudado por Asgharzadeh e Ehsani (2011), os pós dos 3 elementos foram misturados, prensados e aquecidos em temperaturas entre 1400 °C e 1600 °C. Foram estudados o percentual de aditivação de Si e C, a relação entre Si/C e o tempo de patamar nas temperaturas de sinterização. Ao final do estudo os autores chegaram à conclusão de que elevadas temperaturas foram prejudiciais ao processo, pois a porosidade foi aumentada em virtude do derretimento do Si das amostras. No entanto, maiores tempos de sinterização em temperaturas menores proporcionaram uma maior densificação do material. Foi observado também, que as quantidades de fases livres de silício e carbono foram significativamente aumentadas pelo aumento dos percentuais de Si e C na mistura do pó de partida.

Os estudos de Zhang, Marino e Ferraris (1994), Heydarian *et al.* (2019), Heydarian, Sajjadi e Johnsson (2020) citados acima, foram os únicos encontrados na literatura onde o Si é usado como aditivo em processos diferentes do RBSC, com a finalidade de formação de fase líquida. Nesses estudos foram utilizados processos de sinterização sob pressão, que originalmente já proporcionam excelentes propriedades ao material sinterizado. No entanto, as propriedades, de uma forma geral, foram otimizadas pela adição do Si. Por esses motivos acredita-se que a adição de Si em um processo (sinterização em fase líquida sem aplicação de pressão) relativamente mais simples que o SPS e HP possa apresentar bons resultados, inclusive, superiores aos obtidos pelo RBSC e ao RSSC, pois, o Si residual que é fator mais prejudicial nesses processos, tenderá a ser minimizado, pela distribuição mais homogênea do Si no interior da amostra.

Para o presente estudo, optou-se por variar as aditivações volumétricas de Si entre 5 e 25%, conforme foi realizado pelos autores citados acima.

2.9 Comportamento Dinâmico dos Materiais

Os carregamentos a que os corpos estão sujeitos, através de cargas que podem variar com grande velocidade, resultam em respostas significativamente diferentes, quando comparadas às obtidas em situações estáticas ou quase estáticas (MEYERS, 1994).

O processo dinâmico é definido como uma aplicação com alta velocidade de forças externas em um corpo. Já o processo estático ou quase estático ocorre quando a taxa de variação da força aplicada em um corpo é relativamente baixa. No caso de processos dinâmicos, quando se consideram elevadas taxas de deformação, as tensões variam de seção para seção. A nível atômico, pode-se visualizar a onda que se propaga de acordo com uma sucessão de impactos de átomo a átomo. Estas ondas possuem uma velocidade característica, podendo ser calculada com excelente aproximação (MEYERS, 1994).

Quando o estímulo externo não supera a tensão de escoamento do material, o pulso gerado é chamado de onda elástica. A velocidade desta onda (C_0), denominada de velocidade sônica, depende da densidade do material (ρ) e do módulo de elasticidade (E), e, supondo que o material é contínuo, pode ser obtida através da Equação 2.1 (MEYERS, 1994; KANEL; BLESS; RAJENDRAN, 2000).

$$C_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.1)$$

Os valores para as principais cerâmicas de aplicação balística estão apresentados na Tabela 2.10.

Tabela 2.10 – Velocidade sônica das principais cerâmicas de aplicação balística.

Material	Velocidade Sônica (m/ μ s)
Al ₂ O ₃	9,5 – 11,6
SiC SLP	11,0 – 11,4
SiC HP	11,2 – 12,0
SiC RBSC	10,3 – 11,6
B ₄ C	12,5 – 13,2
B ₄ C HP	13,2 – 13,8
B ₄ C RBBC	11,8

Fonte: Adaptado de Medvedovski (2010a), Medvedovski (2010b).

Quando o estímulo supera a tensão de escoamento de um material dúctil, ocorre a deformação plástica. Se o processo é dinâmico, o pulso de tensão que excede o limite elástico irá se decompor em uma onda elástica e uma onda plástica. A velocidade da onda plástica pode ser calculada pela Equação 2.2 (MEYERS, 1994).

$$V_p = \sqrt{\left(\frac{d\sigma/d\epsilon}{\rho}\right)} \quad (2.2)$$

A Figura 2.38 exibe uma relação $d\sigma/d\epsilon$, no regime elástico, constante e igual ao módulo de elasticidade (E). Referindo-se ao regime plástico a inclinação $d\sigma/d\epsilon$ sofre redução, significando que ondas plásticas são propagadas com menor velocidade em relação a ondas elásticas.

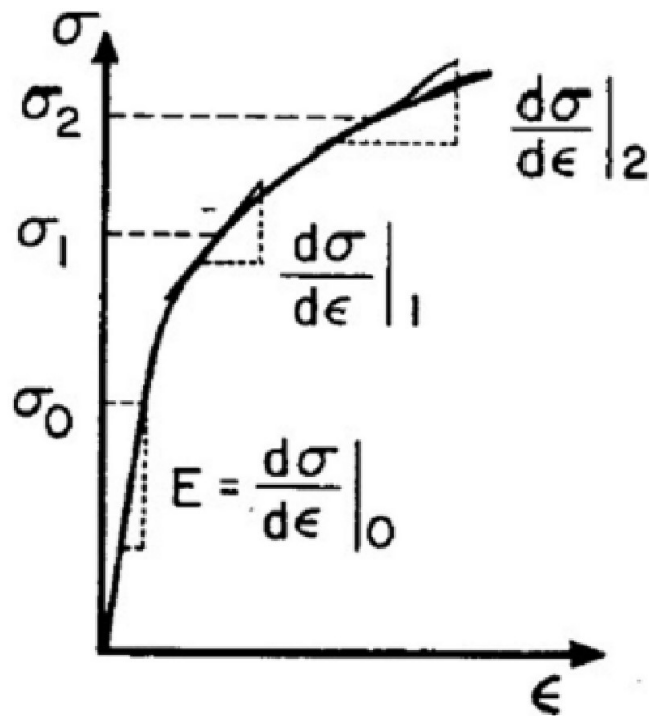


Figura 2.38 – Gráfico tensão (σ) vs. deformação (ϵ).

Fonte: Adaptado de Meyers (1994).

A impedância de choque (Z) é um parâmetro crítico que caracteriza a resposta de um material, quando submetido a uma onda de choque ou impacto (PAI; KINI; SHENOY, 2022). Nos materiais cerâmicos, a impedância de choque é de particular interesse devido à sua elevada dureza e resistência à compressão, o que pode resultar em valores elevados de impedância em comparação com outros materiais. Esta característica torna as cerâmicas particularmente atraentes para aplicações que requerem resistência a impactos, como blindagens e proteções.

Comparativamente, os metais, dada a sua ductilidade intrínseca, geralmente apresentam uma impedância de choque diferente, sendo frequentemente menor do que a dos cerâmicos, pois a sua capacidade de deformação sob impacto é mais acentuada (ZUKAS; WALTERS, 2013). Por outro lado, materiais poliméricos, com sua estrutura mais flexível e menor densidade, têm impedâncias de choque muito mais baixas, tornando-os menos eficazes contra ameaças de alto impacto, mas mais adequados para absorção e dissipação de energias de impacto mais baixas (PAI; KINI; SHENOY, 2022). A impedância de choque pode ser calculada pela Equação 2.3.

$$Z = \sqrt{E \cdot \rho} \quad (2.3)$$

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados nessa pesquisa e todos os procedimentos e métodos para a preparação da mistura SiC-Si sinterizada em presença de fase líquida. Foram analisados todos os pós na forma pura por difração de raios X com refinamento por Rietveld, análise de tamanho de partícula e BET. Para a sinterização foi estudado o efeito da adição do Si em pó de SiC e pó comercial de SiC aditivado de Al_2O_3 e Y_2O_3 . Para os estudos exploratórios foram utilizados CP cilíndricos. Posteriormente, após a caracterização e análise das propriedades físicas e mecânicas, foram produzidas placas cerâmicas prismáticas de perfil hexagonal que foram integradas ao polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE), formando os SBM que foram testados no Laboratório Balístico da Empresa DuPont.

Na Figura 3.1 são apresentados resumidamente os procedimentos experimentais realizados. Na Tabela 3.8 as Etapas 1, 2 e 3 são detalhadas.

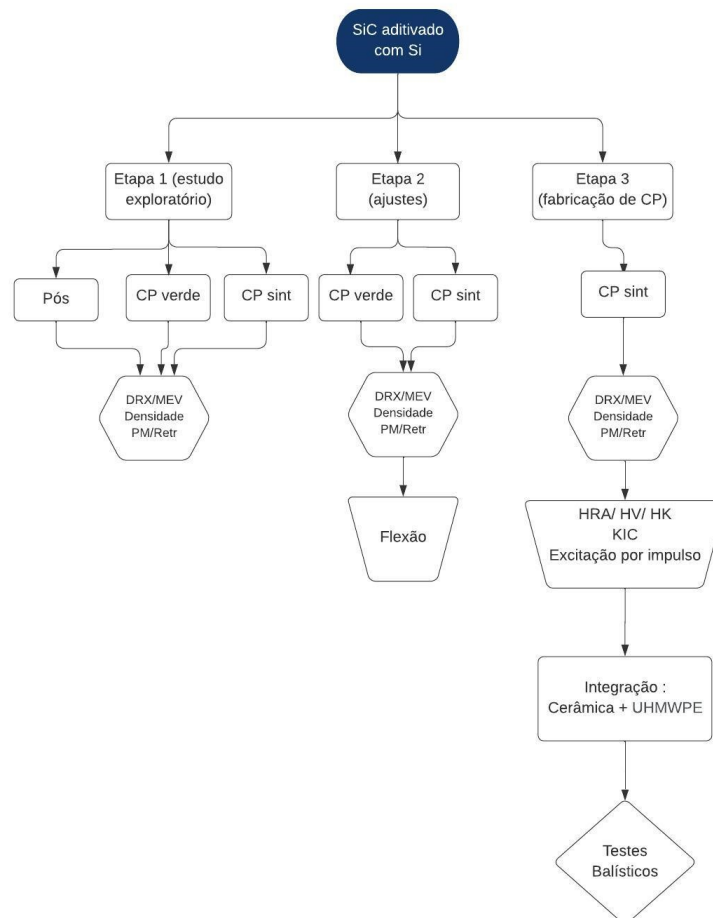


Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais. Legenda: PM – Perda de Massa; Retr – Retração

3.1 Materiais Utilizados

Para o desenvolvimento da pesquisa, foram utilizados 2 tipos de pós de SiC fornecidos pela empresa FIVEN, de nacionalidade norueguesa, com sede na Cidade de Barbacena-MG, Brasil, um já aditivado comercialmente “S2” e outro sem aditivos “S1”. O silício metálico foi fornecido pela empresa RIMA, Capitão Enéas – MG, Brasil, foram testados 2 tipos de ligantes, o PEG e PVA.

3.1.1 Carbetos de Silício “S1”

O carbetos de silício “S1” da empresa FIVEN, possui distribuição de tamanho de partícula d_{50} de $0,6 \mu\text{m}$, área superficial de $15 \text{ m}^2/\text{g}$, densidade de $3,21 \text{ g/cm}^3$ e 98,94% de pureza, conforme a Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Dados fornecidos pelo fabricante sobre o grau de pureza de S1.

Elemento	% (massa)
SiO ₂	0,75
Si	0,05
C	0,20
O ₂	0,85
Soma de elementos em menores proporções	0,05
SiC	98,10

3.1.2 Carbetos de Silício “S2”

Foi utilizado também carbetos de silício S2 comercialmente aditivado, fornecido pela empresa FIVEN. Esse material é aditivado, nominalmente, de 5,50% de Al₂O₃ e 3,50% de Y₂O₃ e possui distribuição de tamanho de partículas esferoidizadas de d_{50} de $100 \mu\text{m}$, área superficial de $13 \text{ m}^2/\text{g}$, densidade de $3,21 \text{ g/cm}^3$ com 84% de SiC, conforme a Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Dados fornecidos pelo fabricante sobre o grau de pureza de S2.

Elemento	% (massa)
Al ₂ O ₃	5,50
Y ₂ O ₃	3,50
Umidade	1,00
Aglutinante orgânico	6,00
SiC	84,00

3.1.3 Silício

O Si metálico foi fornecido na forma de pó pela empresa RIMA, apresentando 99,5% de pureza, com distribuição de partículas conforme classificação por peneiramento de acordo com a distribuição da Tabela 3.3. Somente o material que passou pela peneira mais fina foi utilizado no presente estudo, o que representa 14% do material recebido, com tamanho de partícula passante na peneira de abertura de 63 μm .

Tabela 3.3 – Distribuição do tamanho de partículas de Si como recebido.

	< 63 μm	< 90 μm	< 125 μm	< 180 μm	< 355 μm	> 355 μm
(%)	14	3	10	17	31	25

3.1.4 Ligantes

Os ligantes oferecem uma resistência mecânica mínima e necessária ao corpo verde, permitindo o seu manuseio entre as etapas de prensagem e sinterização.

Inicialmente, na Etapa 1 de sinterização, foi utilizado o ligante orgânico Polietileno Glicol 400 (PEG 400) fabricado pela empresa Sigma-Aldrich, San Luis, Missouri, EUA, que atua como plastificante, pois trata-se de um elemento tensoativo, que promove uma redução da tensão superficial da mistura cerâmica e, portanto, garante uma homogeneização mais eficiente dos pós processados (CHIMELLI, 2010).

Para as misturas realizadas com o S1, foi utilizado 6% de adição em peso de PEG. Nas misturas onde foi utilizado o S2 não houve a necessidade de adição de ligante, pois esse pó comercial já apresenta ligantes orgânicos na sua composição.

Nas Etapas 2 e 3 foi utilizado o ligante orgânico Álcool Polivinílico (PVA) do laboratório ISOFAR, Duque de Caxias – RJ, Brasil, com 98% de pureza e pH entre 6 e 6,4, segundo o fornecedor. Tendo sido aditivado em 3% em peso às misturas S1.

3.2 Caracterização dos Pós

Os pós foram caracterizados por área associada à superfície específica, distribuição do tamanho de partículas, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

3.2.1 Área Associada à Superfície Específica

Para a determinação da área associada à superfície específica foi utilizado o analisador de superfície específica Micromeritics, modelo ASAP 2000, do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Rio de Janeiro – RJ, Brasil, que utiliza o método BET (*Brunauer*,

Emmett e Teller). As amostras foram secadas em estufa a 110°C por 24 h e, em seguida, degaseificadas com nitrogênio em uma temperatura de 200°C por 4 h.

As medidas foram realizadas nos pós como recebidos, processados e nas misturas, conforme a Equação 3.1.

$$\frac{P/P_s}{V_{ad}(1 - P/P_s)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)(P/P_s)}{V_m C} \quad (3.1)$$

onde:

P é a pressão do gás sobre a amostra,

P_s a pressão de saturação do gás,

V_{ad} o volume de gás adsorvido na superfície da amostra,

V_m o volume de gás adsorvido em uma monocamada,

C a constante relacionada com a energia de adsorção.

3.2.2 Tamanho de Partícula

A técnica de análise do tamanho de partícula utilizada foi a de espalhamento de luz, na qual as partículas recebem a incidência de um feixe de laser. A análise foi realizada no laboratório do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Rio de Janeiro – RJ, Brasil, em um analisador de partículas da marca Master Sizer 2000, modelo Hydro 2000MU para pós micrométricos. A dispersão dos pós foi feita em álcool isopropílico.

Foram analisados os tamanhos de partícula dos pós de S1 e S2 como recebidos e nos pós de Si antes, durante (1 min, 30 min e 60 min) e após o processo de moagem (120 min), conforme detalhado no item 3.3.1.

3.2.3 Difração de Raios X

A difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro Panalytical (IME), X'Pert MPD, do Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, empregando radiação $K\alpha$ do cobalto ($\lambda=0,17890$ nm) com filtro de ferro. O ângulo de varredura 2θ variou de 20 a 80°, com passo de 0,04° e 1,5 segundos por passo. A tensão de aceleração empregada no tubo de raios X foi de 40 kV e a corrente de 40 mA. Os pós foram analisados na forma de pó e as amostras sinterizadas foram analisadas na forma de pastilhas (*bulk*).

Todos os resultados alcançados no ensaio de difração foram tratados com o auxílio do programa HighScore Plus e as cartas cristalográficas foram obtidas através

da biblioteca do software e também no sítio crystallography open database (COD - <http://www.crystallography.net>).

A análise quantitativa de fases foi realizada através do método de Rietveld utilizando o programa TOPAS. Esse método foi originalmente concebido para o refinamento de estruturas cristalinas, utilizando dados da difração de raios X ou nêutrons para amostras em pó. Os parâmetros da estrutura cristalina e fatores que definem o perfil dos picos de difração e o ruído de fundo (*background*) são ajustados, de forma a que o difratograma calculado com base na estrutura cristalina se aproxime ao máximo possível do difratograma observado, que deve ser obtido num processo de varredura passo a passo com incremento $\Delta 2\theta$ constante e pequeno (que garanta uma boa descrição do perfil dos picos de difração). As diferenças verificadas em cada ponto são ajustadas de maneira a garantir a minimização da soma das diferenças quadráticas entre as contagens medidas e calculadas para cada ângulo de medida (CULLITY, 1956).

3.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias foram obtidas em sua maioria por microscopia eletrônica de varredura com feixe produzido empregando um canhão de emissão de campo (FEG-SEM – “*Field Emission Gun – Scanning Electron Microscopy*”). Foi utilizado o Microscópio Eletrônico de Varredura Quanta FEG-250 do Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, com uma tensão de aceleração que variou na faixa de 1 a 30 kV e ampliações de 100x a 40.000x. Os CP sinterizados foram observados na superfície das amostras, que foram submetidas ao lixamento superficial, com lixas diamantadas de 200 μm , 125 μm , 74 μm , 20 μm e 9 μm e posteriormente polidas com pano de poliéster e pasta de diamante de 9 μm , 6 μm , 3 μm , 1 μm e 1/4 μm . A superfície de fratura das amostras que foram submetidas aos ensaios balísticos foram analisadas sem qualquer tipo de preparação superficial.

Foram obtidas imagens formadas por elétrons secundários (SE - *Secondary Electrons*), por meio do detetor do tipo *Everhart-Thornley* (ET), onde foram observados os detalhes correlacionados à topografia da superfície da amostra. Também foram obtidas imagens através do sinal coletado de elétrons retroespalhados (BSE – *Backscattered Electrons*), onde foram observados detalhes relacionados à variação de número atômico médio dos materiais presentes na amostra (CARTER; WILLIAMS, 2016).

3.3 Processamento

O desenvolvimento de compósitos cerâmicos para avaliação balística foi conduzido por meio de um estudo sequencial, categorizado em três etapas distintas de processamento. As duas primeiras etapas focaram em um levantamento exploratório abrangente de materiais

e parâmetros de processamento. Na terceira etapa, após a identificação das condições ótimas de processamento, procedeu-se à fabricação dos compósitos cerâmicos destinados aos testes balísticos. Um resumo das condições adotadas em cada uma dessas três etapas de processamento está detalhadamente apresentado na Tabela 3.8.

Como complemento às três etapas anteriores e com o intuito de esclarecer mais profundamente as questões de perda de massa e a insuficiente densificação observadas nas misturas derivadas do pó S1, conduziram-se três experimentos adicionais buscando emular os resultados típicos de peças produzidas pelo método RBSC.

3.3.1 Preparação das Misturas

O Si como recebido, passante pela peneira mais fina (63 m), conforme visto na seção 3.1.3, foi misturado ao SiC nas proporções de 5, 15 e 25% em volume, como apresentado na Tabela 3.4.

As adituições foram definidas conforme dados obtidos na literatura, apresentados no item 2.8. As densidades teóricas (ρ_t) de cada composição são apresentadas nos valores foram calculados pela regra das misturas, expressa na Equação 3.2, onde i é a i -ésima fase, w_i é o percentual em peso da fase i , e ρ_i é a massa específica de cada fase. Os valores das massas específicas utilizadas para o Si e SiC foram de 2,33 e 3,21 g/cm³, conforme dados fornecidos pelos fabricantes.

$$\rho_t = \frac{1}{\sum_i \frac{w_i}{\rho_i}} \quad (3.2)$$

Tabela 3.4 – Valor da densidade teórica das misturas dos corpos verdes calculado por regra das misturas.

% em volume	% em massa	ρ (g/cm ³)
100% S1	100% SiC	3,21
95% S1 5% Si	96% SiC 4% Si	3,17
85% S1 15% Si	89% SiC 11% Si	3,08
75% S1 25% Si	81 SiC 19 Si	2,99
100% S2	100% SiC	3,21
95% S2 5% Si	96% SiC 4% Si	3,17
85% S2 15% Si	89% SiC 11% Si	3,08
75% S2 25% Si	81 SiC 19 Si	2,99

Na Etapa 1 de processamento, os pós de SiC e Si foram pesados e misturados, com a adição de 6% de polietilenoglicol 1500 (PEG) em solução de 80% em volume de água deionizada, por 12 horas em agitador magnético marca QUIMIS com rotação de 250 rpm e temperatura de 30 °C. Posteriormente, a mistura foi secada em estufa com a temperatura de 120 °C por 24 horas.

Após a secagem, o pó foi desaglomerado em gral e pistilo de Al₂O₃ e passado em peneira de 65 mesh, por meio de um vibrador de peneiras, marca Produtest, do IME, em nível de agitação máxima, por 10 min.

Na Etapa 1 de processamento foi utilizado o material somente peneirado, com tamanho de partícula não passante na peneira 63 μm.

Para as Etapas 2 e 3 de processamento, foi utilizado o Si que passou pelo processo de moagem em moinho de bolas planetário.

Para o processo de redução do tamanho de partícula do Si, foi utilizado o moinho de bolas planetário PM 100 Retsch do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da UFRGS, Porto Alegre – RS, Brasil, com vaso e corpos moedores de WC, usando álcool isopropílico como meio dispersor.

Nesse processo, o vaso de trituração é montado de forma excêntrica sobre a engrenagem central do moinho planetário, e os sentidos de movimento da base e do vaso são opostos à razão de 1:-2. As bolas trituradoras nos vasos estão sujeitas a movimentos rotativos superimpostos, fruto das forças de Coriolis. A diferença nas velocidades das bolas e do vaso de trituração produz uma interação gerando forças de fricção e impacto, o que libera alta energia dinâmica. A ação combinada dessas forças produz o alto e muito eficiente grau de redução de tamanho de partículas no moinho de bolas planetário.

Como o vaso e as bolas utilizadas foram de WC, optou-se por realizar uma primeira moagem para descontaminar os corpos moedores e o vaso. As condições de descontaminação estão apresentadas na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Condições de descontaminação do vaso e corpos moedores.

Volume preenchido/ Volume total do copo = 150 ml/250 ml (60%)				
		Volume (ml)	Volume (%)	Massa (g)
Suspensão (60 ml – 40%)	Pó de Si	15	25	35
	Isopropanol	45	75	-
Corpos moedores WC		90	60	-

Por ocasião da moagem foram adotadas as condições da Tabela 3.6, onde foram retiradas amostras do material moído em 1 min, 30 min, 60 min e 120 min, para avaliação

do efeito do tempo sobre o tamanho de partícula.

Tabela 3.6 – Condições de moagem.

Volume preenchido/ Volume total do copo = 150 ml/250 ml (60%)				
		Volume (ml)	Volume (%)	Massa (g)
Suspensão (70 ml – 47%)	Pó de Si	30	43	70
	Isopropanol	40	57	-
Corpos moedores WC		80	53	-

Nas Etapas 2 e 3 foi utilizado o ligante orgânico Álcool Polivinílico (PVA) e o procedimento de adição do ligante foi semelhante da Etapa 1, sendo adicionados 5% em peso de PVA, que foi diluído em 80 ml de água deionizada por 12 horas em agitador magnético marca QUIMIS com rotação de 250 rpm e temperatura de 30 °C. Posteriormente, a mistura foi secada em estufa com a temperatura de 120 °C por 24 horas.

Após a secagem, o pó foi desaglomerado em gral e pistilo de Al_2O_3 e passado em peneira de 65 mesh, por meio de um vibrador de peneiras, marca Produtest, do IME, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, em nível de agitação máxima, por 10 min.

3.3.2 Prensagem dos Corpos Verdes

A prensagem uniaxial caracterizou a conformação mecânica do pó, moldando assim a mistura dos pós no formato desejado do corpo verde.

Para as Etapas 1 e 2 de processamento, as prensagens foram realizadas em uma matriz de seção reta circular, com diâmetro interno medindo 15 mm, usando o método constituído por dois punções, sendo um deles móvel e uma camisa flutuante (Figura 3.2).



Figura 3.2 – Matriz cilíndrica com 15 mm de diâmetro.

Amostras individuais contendo 1,5 gramas foram pesadas na balança digital da marca Gehaka, modelo AG 200, precisão de 0,0001 g e colocadas no interior da matriz cilíndrica para a fabricação dos corpos de prova no formato de disco.

O tipo de prensagem realizada foi a uniaxial a frio, através de uma prensa hidráulica da marca SKAY, com capacidade de 30 Ton. A pressão exercida foi realizada em 2 estágios: no primeiro, foi estabelecida uma pré-carga inicial de 0,5 Ton para manter suspensa a camisa flutuante, possibilitando a prensagem uniaxial. No segundo estágio, exerceu-se a carga de 1,5 Ton, que representa uma pressão de compactação em torno de 80 MPa.



Figura 3.3 – Matriz de seção reta hexagonal.

3.3.2.1 Densidade a Verde

A densidade a verde foi calculada por meio da densidade geométrica, pela razão massa/volume e expressa como percentual das densidades teóricas das diversas misturas entre SiC e Si, obtidas pela regra das misturas.

As medidas de massa e de dimensões têm precisão de 1×10^{-3} g e 1×10^{-2} mm respectivamente e foram obtidas com uma balança Gehaka modelo BK 300 e com um paquímetro Micrômetro Externo Mitutoyo. A densificação foi calculada por meio das Equações 3.3 e 3.4

$$\rho_{\text{verde}} = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

$$\text{Densif} = \left(\frac{\rho_{\text{verde}}}{\rho} \right) \cdot 100\% \quad (3.4)$$

onde:

ρ densidade teórica;

ρ_{verde} densidade a verde;

m massa da amostra em g;

V volume da amostra em cm^3 ; e

Densif densificação (%) da densidade teórica.

3.3.2.2 Retirada dos Ligantes e Pré-Sinterização

Para todas as sinterizações realizadas, foi executada a retirada dos ligantes, para evitar a contaminação do elemento aquecedor de grafite, onde foi utilizado o Forno tubular horizontal Sanchis com atmosfera de Ar do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (Figura 3.4).

A taxa de aquecimento foi de $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, com patamar de 30 minutos em $400\text{ }^\circ\text{C}$ e 60 minutos em $1100\text{ }^\circ\text{C}$. Após o término do último patamar, o forno foi resfriado por inércia, demorando 12 horas para atingir a temperatura ambiente, conforme o gráfico da Figura 3.5.



Figura 3.4 – Forno elétrico tubular.

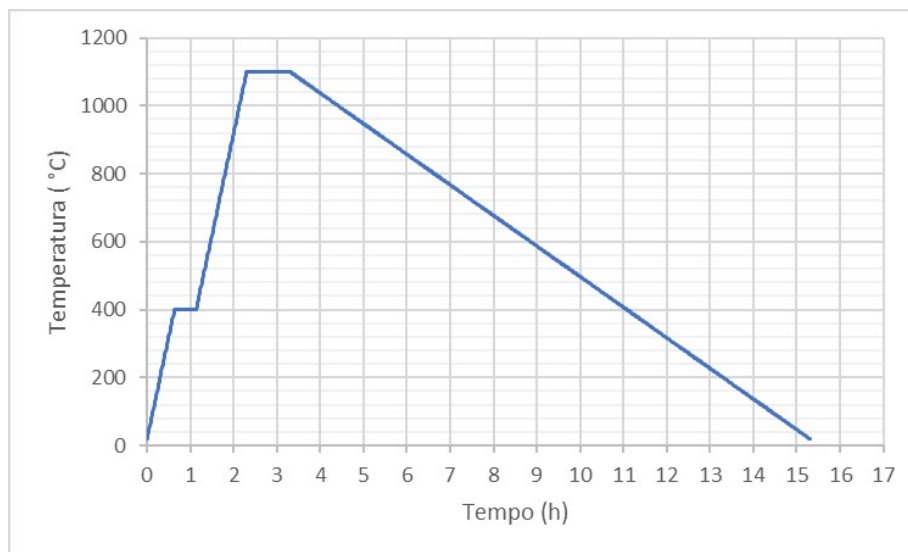


Figura 3.5 – Taxa de aquecimento e resfriamento da retirada de ligantes.

3.3.3 Sinterização das Misturas SiC-Si

Por não haver referências na literatura sobre temperaturas de sinterização de SiC aditivado com Si em processo de sinterização sem pressão, tomou-se por base as temperaturas de fusão (1414 °C) e de ebulição do Si (3265 °C) e temperaturas médias de sinterização do SiC aditivado com outros aditivos comumente estudados (entre 1800 °C e 2000 °C).

Dessa forma, como segurança, para não causar danos ao cadinho de grafite e ao forno, foram estabelecidas para a Etapa 1 de processamento, condições conservadoras de sinterização, 1600 °C e 1800 °C, sem tempo de patamar na temperatura mais elevada. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min até 1100 °C, 5 °C/min até 1600/1800 °C e -30 °C/min de resfriamento programado até 400 °C. No entanto, é importante destacar que, devido às limitações inerentes ao equipamento utilizado, o resfriamento efetivo não foi capaz de manter a taxa programada. A partir de determinado ponto, o decréscimo da temperatura foi governado pela inércia térmica do sistema, e não pela programação inicialmente estabelecida.

Para a Etapa 2 de processamento, foram utilizadas as temperaturas de 1800 °C, 1950 °C, 2000 °C e 2100 °C, com taxa de aquecimento de 30 °C/min até 1100 °C, 10 °C/min até 1500 °C e 5 °C/min até a temperatura de patamar, onde foi estabilizada por 60 minutos, com resfriamento de -30 °C/min até 400 °C, idem ao resfriamento da primeira etapa.

Para a Etapa 3 de processamento, onde foram utilizados os CP prismáticos hexagonais, foi utilizada a temperatura de 1950 °C/min, com taxas de aquecimento e resfriamento conforme a segunda etapa.

O material foi sinterizado em cadinho de grafite usando o forno da *Thermal Technology* com elemento aquecedor de grafite e atmosfera controlada de argônio do Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre – RS, Brasil (Figura 3.6).

Nas Etapas 1 e 2 as amostras foram depositadas sobre leito de SiC com granulometria grosseira (Figura 3.7, de forma a evitar a contaminação das prateleiras com eventual silício fundido que possa ter se desprendido da amostra.



Figura 3.6 – Forno com elemento aquecedor de grafite e atmosfera de Ar.



Figura 3.7 – Amostras dispostas sobre o leito de SiC no cadinho de grafite.

Fruto da perda de massa observada nas Etapas 1 e 2, na Etapa 3, as amostras foram envoltas totalmente no pó de SiC com granulometria grosseira.

Para fins de simplificação, as amostras foram identificadas conforme a nomenclatura da Tabela 3.7.

Tabela 3.7 – Listagem das condições das amostras e as suas abreviações.

Condição da amostra	Abreviação
Pó de SiC sem aditivos comerciais	S1
Pó de SiC aditivado comercialmente	S2
S1 aditivado de 5 vol% de Si	S1.05
S1 aditivado de 15 vol% de Si	S1.15
S1 aditivado de 25 vol% de Si	S1.25
S2 aditivado de 5 vol% de Si	S2.05
S2 aditivado de 15 vol% de Si	S2.15
S2 aditivado de 25 vol% de Si	S2.25

Tabela 3.8 – Condições de sinterização das Etapas 1, 2 e 3.

Condições	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	
Mistura	S1.00	X		
	S1.05	X	X	
	S1.15	X	X	X
	S1.25	X	X	
	S2.00	X	X	X
	S2.05	X	X	X
	S2.15	X	X	X
	S2.25	X	X	X
Si	Como recebido	X		
	Moído 2h		X	
	Moído 4 h		X	
Ligante	PEG	X		
	PVA		X	X
CP	Cilíndrico	X	X	
	Prismático			X
	Hexagonal			
Temperatura de sinterização	1600 °C	X		
	1800 °C	X	X	
	1950 °C		X	X
	2000 °C		X	
	2100 °C		X	
Patamar	0 min	X		
	60 min		X	X

3.3.4 Preparação do SBM

Para a confecção dos SBM, as placas hexagonais de SiC sinterizado, fruto da Etapa 3 de processamento, formaram a camada frontal, enquanto para a segunda camada foram utilizadas 170 lâminas de polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE), com densidade superficial (*areal density*) de 109 g/cm², comercialmente conhecido como Tensylon 30A® da empresa DuPont. Para melhor adesão entre as 2 camadas, foi aplicada uma camada de um filme termoplástico de polietileno de baixa densidade (PEBD), que

possui densidade de $0,94 \text{ g/cm}^3$ e temperatura de fusão entre 80 e $90 \text{ }^\circ\text{C}$, comercialmente conhecido como Nolax A21.2007® da empresa DuPont, Wilmington, Delaware, EUA.

A Figura 3.8 mostra uma imagem de um SBM utilizado nos testes balísticos, para otimizar o processo. Numa mesma superfície de polietileno de ultra alto peso molecular foram depositadas várias placas cerâmicas, respeitando a distância mínima de 50 mm entre elas e de 100 mm da borda. Os corpos de provas (CP) cerâmicos foram integrados às lâminas do material polimérico por meio de ciclos alternados de aplicação de temperatura e pressão em equipamento autoclave programável da marca FERLEX, instalado na empresa DuPont, em Barueri – SP, Brasil, conforme Figura 3.9. O ciclo no interior da autoclave teve a duração de 150 minutos, com 30 minutos na temperatura de patamar de $125 \text{ }^\circ\text{C}$.



Figura 3.8 – Montagem do SBM utilizados nos testes balísticos.

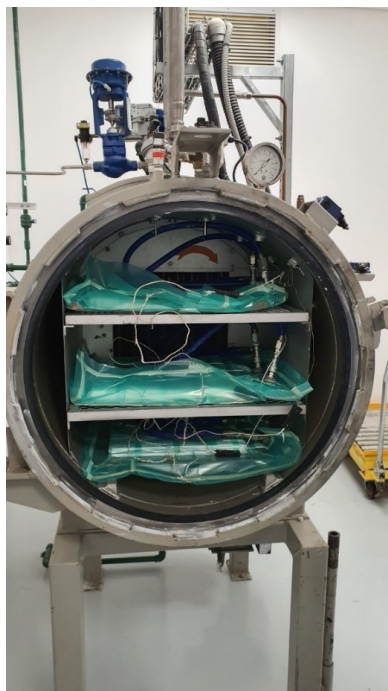


Figura 3.9 – Amostras no interior da autoclave.

3.3.5 Testes Complementares com o Pó S1

No complemento das etapas discutidas no item 3.3.3, buscando esclarecer melhor os mecanismos de perda de massa e densificação das misturas produzidas a partir do pó S1, foram conduzidas três novas tentativas de sinterização. Nesses experimentos, a abordagem foi aproximar-se mais das condições presentes no mecanismo RBSC, descrito no item 2.4.1. Com isso, introduziu-se o grafite em pó como fonte de carbono, objetivando induzir a reação exotérmica entre o carbono e o silício líquido, como a que resulta na formação do SiC secundário em RBSC. Em todos os experimentos, a proporção de grafite adicionada à mistura correspondeu a uma relação molar 1:1 com o Si inserido. Vale destacar que o Si incorporado representou sempre 15%vol. da composição da amostra S1.15.

No primeiro teste, utilizando a composição SiC + (C+Si), o carbono (C) e o silício (Si) foram homogeneizados em um moinho planetário PM 100 Retsch, utilizando esferas de WC, em processo a seco, a 240 rpm durante 30 minutos. Após essa etapa, os pós obtidos foram incorporados em uma solução composta por álcool isopropílico, PVA a 10% e o pó S1, sendo novamente misturados no moinho planetário à velocidade de 240 rpm por um período de 1 hora. Depois da homogeneização, a mistura foi seca em estufa por um período de 120 minutos. Posteriormente, os pós foram desaglomerados e compactados em uma matriz com 15 mm de diâmetro, sob uma pressão de 80 MPa. Esses corpos prensados foram então submetidos a tratamentos térmicos, conforme descritos nas Etapas 2 e 3, incluindo a queima de ligantes a 1100 °C e sinterização a 1950 °C, mantendo-se em cada uma dessas temperaturas pelo tempo de 1 hora.

No segundo teste, (SiC+C) + Si, o procedimento foi alterado de forma que inicialmente o SiC e o C foram homogeneizados junto ao PVA e ao álcool isopropílico no moinho planetário a 240 rpm durante 30 minutos. Após essa etapa, a mistura foi seca em estufa. Posteriormente, o silício (Si) foi adicionado à mistura prévia, em processo a seco, no moinho planetário, sendo agitado a 240 rpm por uma hora. A partir desta mistura, os corpos prensados foram formados sob as mesmas condições estabelecidas no primeiro ensaio e submetidos a idêntico ciclo térmico.

Para o terceiro teste, (SiC+C) + (Si), o SiC e o C foram inicialmente combinados com PVA e álcool isopropílico em moinho planetário a 240 rpm por 30 minutos, seguidos de secagem em estufa. A característica distintiva deste teste residiu na tentativa de encapsulamento do Si. Para isso, uma porção da mistura SiC+C+PVA foi colocada no interior da matriz de 15 mm, após o que se introduziu o Si. Em seguida, o restante da mistura foi depositado sobre o Si, de modo que este ficasse posicionado no núcleo da estrutura tipo "sanduíche". A ideia central era avaliar se, ao fundir, o Si poderia infiltrar no material circundante através de capilaridade, emulando o processo RBSC. A curva térmica adotada teve uma taxa de aquecimento de 30 °C/min até 1450 °C, mantendo-se essa temperatura por 1 hora, e posteriormente resfriando a -30 °C/min até a temperatura

ambiente.

As condições adotadas nos 3 testes estão resumidas na Tabela 3.9.

Tabela 3.9 – Condições de processamento e sinterização dos testes complementares com o pó S1.

Condições		SiC + (C+Si)	(SiC+C) + Si	(SiC+C) + (Si)
SiC	S1	X	X	X
Silício	Moído 4 h	X	X	X
Carbono	Grafite em pó	X	X	X
Ligante	PVA	10%	10%	10%
CP	Cilíndrico	X	X	X
Temperatura de sinterização	1450 °C			X
	1950 °C	X	X	
Rampa de aquecimento	Idem etapas 2 e 3	X	X	
	30 °C/min			X
Tempo no patamar	60 min	X	X	X

3.4 Determinação das Propriedades Físicas

3.4.1 Densidade e Porosidade

A densidade e a porosidade das amostras sinterizadas foram calculadas de acordo com a norma NBR 16661:2017, da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), baseada no princípio de Arquimedes. As massas foram medidas com a mesma precisão de 1×10^{-3} g, sob temperatura constante, com uma balança Gehaka modelo BK 300, do IME. A média foi obtida pela análise de 11 medições de cada condição ensaiada.

As amostras foram fervidas por 1 hora em água destilada e resfriadas até a temperatura ambiente. A massa imersa (m_i) foi medida com a amostra mergulhada em 200 ml de água destilada. Após a medida, as amostras foram removidas com uma pinça e envolvidas em um pano úmido para retirar o excesso de água de sua superfície, medindo-se, em seguida, a massa saturada (m_u). Os corpos de prova foram secos em estufa a 110 ± 5 °C, por duas horas para a medida de massa seca (m_s).

A densidade de massa aparente (d_{ma}), expressa em g/cm^3 , é definida pela norma como o quociente da massa seca pelo volume aparente (v_a), que é o volume do material sólido mais o volume dos poros abertos e fechados, em cm^3 . Para seu cálculo, utilizaram-se as Equações 3.5 e 3.6, onde m_e é a massa específica da água com o valor de $1 \text{ g}/\text{cm}^3$, de acordo com a norma.

$$v_a = \frac{m_u - m_i}{m_s} \quad (3.5)$$

$$dma = \frac{m_s}{v_a} \quad (3.6)$$

O valor das densidades percentuais ou densificação foi calculado pela razão de dma pela densidade da mistura inicial (ρ_m), levando em consideração a composição química antes do tratamento térmico, calculada pela regra das misturas dos pós iniciais do CP verde para as amostras da Etapa 2 de processamento, e pela densidade teórica (ρ_t), onde foram levadas em consideração para o cálculo da densidade e por meio de regra das misturas as fases identificada após o refinamento de fase por Rietveld.

A densidade geométrica (ρ_g) foi calculada pela razão entre massa seca medida e o volume geométrico determinado a partir das dimensões, e foi também calculada a densificação das amostras das Etapas 1 e 3 de processamento, pela razão entre ρ_g e ρ_m .

A porosidade aparente (p_a) foi calculada como o quociente do volume dos poros abertos pelo volume aparente, de acordo com a Equação 3.7.

$$p_a = \frac{m_u - m_s}{m_s \cdot v_a} \cdot 100\% \quad (3.7)$$

3.4.2 Retração e Perda de Massa

As medidas de massa e de dimensões têm precisão de 1×10^{-3} g e 1×10^{-2} mm respectivamente e foram obtidas com uma balança Gehaka modelo BK 300 e com um Micrômetro Mitutoyo. As médias foram obtidas pela análise de pelo menos 5 medições de cada condição ensaiada.

3.5 Determinação das Propriedades Mecânicas

As seguintes propriedades dos CP sinterizados foram levantadas: dureza, tenacidade à fratura, resistência à flexão e módulo de elasticidade.

3.5.1 Ensaios de Dureza

O ensaio de dureza Vickers foi baseado na norma ASTM C1327-15(2019). Foi utilizado o microdurômetro Shimadzu HMV-G pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, acreditado pelo INMETRO. As cargas aplicadas foram de 200, 500 e 1000 gf com tempo de 15s. As duas diagonais da impressão em forma de losango foram medidas por um microscópio acoplado à máquina de teste (com exatidão de medição de 1×10^{-3} mm) e a média utilizada para a determinação da dureza Vickers, conforme Equação 3.8.

$$HV = \frac{0,018544 \cdot P}{d^2} \text{ (GPa)} \quad (3.8)$$

onde:

P Carga (N); e

d Comprimento da diagonal da impressão (mm)

A dureza Knoop foi calculada pela Equação 3.9, conforme procedimentos previstos na ASTM C1326-13(2023), o equipamento foi mesmo utilizado na dureza Vickers pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Militar de Engenharia, acreditado pelo INMETRO.

$$HK = \frac{14,229 \cdot P}{d^2} \quad (3.9)$$

onde:

P Carga (N); e

d Comprimento da diagonal maior da impressão em milímetro (mm).

Embora não existam normas específicas para a medição de dureza Rockwell A (HRA) em materiais cerâmicos, é possível observar na literatura alguns autores que realizam esse tipo de medição. A grande vantagem deste tipo de dureza é que as amostras não requerem preparação especial. No entanto, a superfície cerâmica não deve ser rugosa, pois o dano superficial local ocorre com o início de fissuras que resultam na diminuição do valor de dureza. As amostras sem porosidade e com menor rugosidade apresentam desvio padrão menor do que as amostras com superfície mais rugosa (ULLNER *et al.*, 2001; KIM; KIM, 2002; MEDVEDOVSKI, 2010a; MEDVEDOVSKI, 2010b).

Para o presente estudo foi utilizado o durômetro Rockwell do IME, com as condições adaptadas da norma ASTM E18-22, com a aplicação de 60 kg de carga de indentação.

Em todas as medições de dureza, os resultados foram obtidos através da média de 5 medições em cada condição ensaiada.

3.5.2 Ensaio de Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura foi calculada baseada nas medidas de indentação Vickers, sendo chamada de IF (*‘indentation fracture’* – fratura por indentação) ou DCM (*‘direct crack measurement’* – medida direta de trinca). Esta técnica demanda apenas uma pequena área polida, a partir da qual numerosos pontos de dados podem ser gerados rapidamente,

e utilizam amostras pequenas e procedimentos experimentais simples (QUINN; BRADT, 2007).

O método IF requer a medida do tamanho das trincas radiais, formadas pela indentação em cargas acima de um valor crítico, necessário para iniciar as trincas em torno do indentador. A forma geométrica das trincas permite classificá-las em 2 sistemas: sistema mediano ou radial mediano, formado pelas trincas medianas e radiais e sistema Palmqvist, formado pelas trincas radiais, conforme pode ser observado na Figura 3.10 (QUINN; BRADT, 2007).

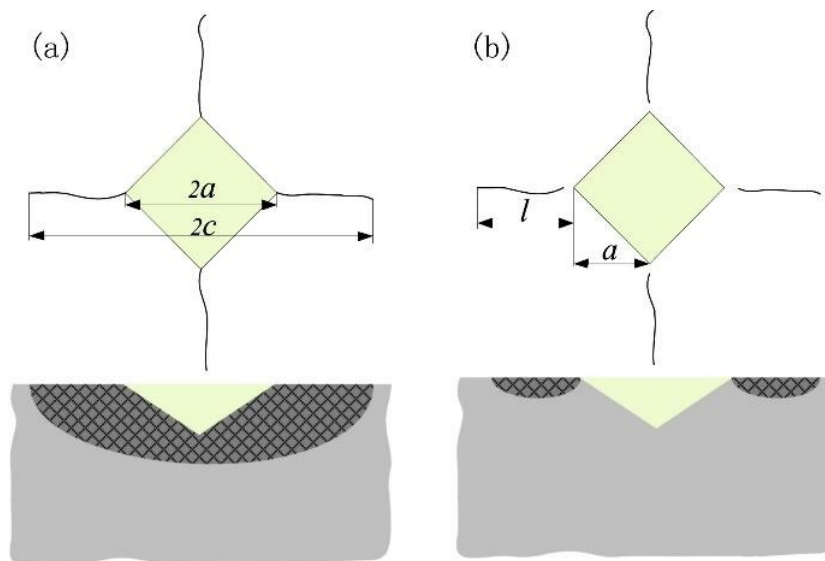


Figura 3.10 – Sistemas de trinca típicos no teste de fratura por indentação Vickers. (a) Trinca radial-mediana e (b) Trinca de Palmqvist

Fonte: Quinn e Bradt (2007).

As indentações realizadas para as medidas de dureza Vickers foram utilizadas para as medidas de tenacidade. As medidas foram realizadas imediatamente após a indentação para evitar as forças residuais de abertura de trinca.

O método proposto para o cálculo da tenacidade à fratura (K_{IC}) foi a equação proposta por Niihara (1983), que analisa a propagação de trincas nucleadas pela indentação de dureza Vickers em materiais, conforme a Equação 3.10.

$$K_{IC} = 0,203H \cdot a^{0,5} \cdot \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,5} \quad (3.10)$$

onde:

K_{IC} tenacidade à fratura ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$);

H dureza Vickers (MPa);

a metade da diagonal média obtida pelo indentador (m); e

c comprimento da trinca radial (m).

Em paralelo foi realizado também o cálculo de tenacidade à fratura pelos métodos propostos por Anstis *et al.* (1981), conforme a Equação 3.11 e por Liang, Orange e Fantozzi (1990), conforme a Equação 3.12.

$$K_{IC} = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{0,5} \cdot \left(\frac{P}{c^{1,5}}\right) \quad (3.11)$$

onde:

K_{IC} tenacidade à fratura ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$);

E módulo de elasticidade (MPa);

H dureza Vickers (MPa);

P carga aplicada no ensaio de dureza (N); e

c comprimento da trinca radial (m).

$$K_{IC} = \left(\frac{0,517}{\alpha}\right) H \alpha^{0,5} \left(\frac{E}{H}\right)^{0,4} \left(\frac{c}{a}\right)^{\left(\frac{c}{18\alpha}\right)^{-1,51}} \quad (3.12)$$

onde α é dado pela Equação 3.13:

$$\alpha = 14 \left[1 - \left(\frac{4\nu - 0,5}{1 + \nu}\right)^4 \right] \quad (3.13)$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson do material, que para o presente estudo foi adotado como 0,22.

Os resultados foram obtidos pela média de 5 medições de cada amostra ensaiada.

3.5.3 Ensaio de Flexão Biaxial

A resistência à flexão do material foi determinada através do ensaio do disco apoiado em três esferas, de acordo com a Norma ABNT NBR ISO 6872:2016. A máquina de Ensaio Universais DL-1000 EMIC, do IME, foi utilizada na realização desse ensaio. Foram utilizadas 7 amostras para cada condição testada, que conforme a norma deveriam apresentar valores de diâmetro de 14 ± 2 mm e espessura de $1,5 \pm 0,5$ mm. As amostras foram posicionadas sobre 03 esferas metálicas (diâmetro de 2,5 mm, separadas a 120° sobre um círculo de 10 mm de diâmetro) e submetidas a uma taxa de carga de 0,5 mm/min no centro das amostras através de um pistão perpendicular até a fratura. A resistência flexural biaxial foi calculada de acordo com a Equação 3.14.

$$\sigma = -0,2387P \left(\frac{X - Y}{b^2} \right) \quad (3.14)$$

onde:

σ é a tensão máxima de flexão suportada pelo material ensaiado em MPa;

P é a carga máxima aplicada no ensaio em N;

b é a espessura da amostra em mm;

X é dado pela Equação 3.15; e

Y é dado pela Equação 3.16.

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left[\left(\frac{1 - \nu}{2} \right) \right] \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 \quad (3.15)$$

$$Y = (1 + \nu) \left[1 + \ln \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3} \right)^2 \quad (3.16)$$

onde:

ν é o coeficiente de Poisson do material;

r_1 é o raio do círculo de suporte em mm;

r_2 é o raio da área de carga em mm; e

r_3 é o raio da amostra em mm.

Para o presente estudo, foi adotado o valor do coeficiente de Poisson de 0,22, que é o valor utilizado na literatura para materiais cerâmicos fabricados pelo método RBSC (WACHTMAN JR., 1989), ou por sinterização em presença de fase líquida (EVANS; CHARLES, 1976).

3.5.4 Excitação por Impulso

O módulo de elasticidade (E) dos CP estudados foi avaliado por meio do método de excitação por impulso. Nesse procedimento, uma rápida excitação mecânica é aplicada à amostra, levando-a a vibrar em suas frequências naturais e a produzir um sinal sonoro característico. As médias foram obtidas por meio de e medições de cada condição ensaiada. Estas vibrações possibilitam o cálculo do módulo de elasticidade. A análise foi executada no IPqM, fazendo uso do dispositivo da Sonelastic®, ilustrado na Figura 3.11.



Figura 3.11 – Equipamento utilizado para a realização do ensaio de excitação por impulso.

De posse dos resultados do módulo de elasticidade, foi possível calcular a velocidade de onda elástica, ou velocidade sônica, do material (C_0) e a sua impedância de choque (Z), conforme as Equações 3.17 e 3.18, como mostrado no item 2.9. Onde ρ foi calculado previamente por meio do ensaio de Arquimedes para as amostras da etapa 2 ou pela densidade geométrica para as amostras da etapa 3.

$$C_0 = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (3.17)$$

$$Z = \sqrt{E \cdot \rho} \quad (3.18)$$

3.6 Ensaios Balísticos

Os testes balísticos foram executados na DuPont (Barueri, Brasil), conforme normas do Instituto de Justiça Norte Americano, NIJ 0101.07 e NIJ 0123.00. A NIJ 0123.00 incluiu diversos calibres que não eram adotados convencionalmente pelas normas NIJ de versões anteriores, exemplo disso são os calibres 5,56 x 45 mm SS109 e 7,62x39 mm MSC (M43).

Os SBM, como mostrado na Figura 3.12(a), possuíam 6 CP cerâmicos integrados à uma placa de polietileno de ultra alto peso molecular e não foram individualizados (cortados) para facilitar a fixação dos mesmos como mostrado na Figura 3.12(d). A avaliação balística se deu conforme a NIJ 0101.07, pelo método BFD (*backface deformation*), onde é medida a deformação em milímetros na face posterior do material, ou seja, a face oposta (*backface*) à superfície de impacto do projétil, no material de apoio. Esse material de apoio é composto por uma massa de Plastilina Roma® Nr 1 (PR1), que se trata de uma massa plástica com densidade semelhante à do corpo humano. Como ilustrado na Figura 3.12(b), a PR1 deve ter a sua superfície bem aplainada e passa por um rigoroso controle da sua

densidade por meio de testes antes e após os impactos balísticos. Os danos causados em RP1 são comumente denominados de “trauma”. Conforme a NIJ 0101.07, a BFD admitida para uma blindagem balística deve medir no máximo 44 mm.

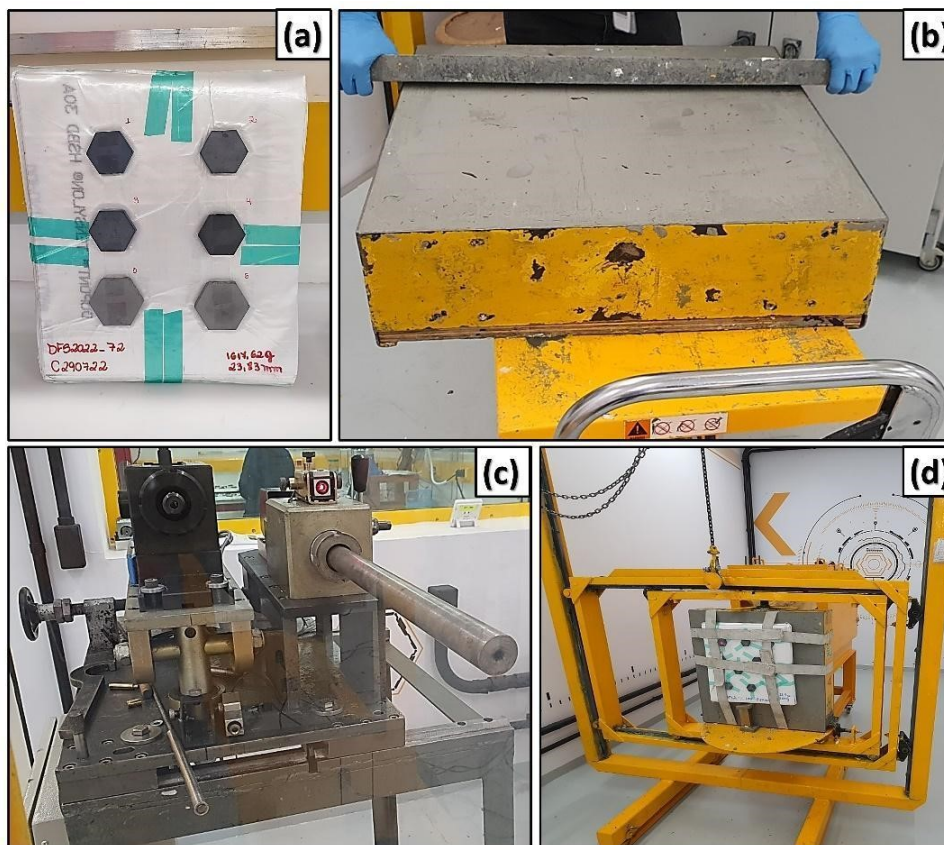


Figura 3.12 – Componentes utilizados no teste balístico: (a) SBM; (b) Massa de Plastilina Roma® Nr 1; (c) provete utilizado para o disparo do projétil 5,56 x 45 mm SS109; (d) SBM fixado sobre RP1.

Os testes foram realizados utilizando as munições de calibres e velocidades apresentadas na Tabela 3.10. Os disparos dos projéteis foram realizados pelo provete 9x19 (mm) Parabellum instalado em um Receptor universal, ambos da fabricante AVL, com controle da velocidade das munições por meio do Radar Doppler SL-520P, da fabricante Weibel e de barreira óptica (Figuras 3.13 e 3.12(c)). As velocidades das munições são controladas pela pesagem da pólvora necessária para atingir as velocidades determinadas para cada calibre.

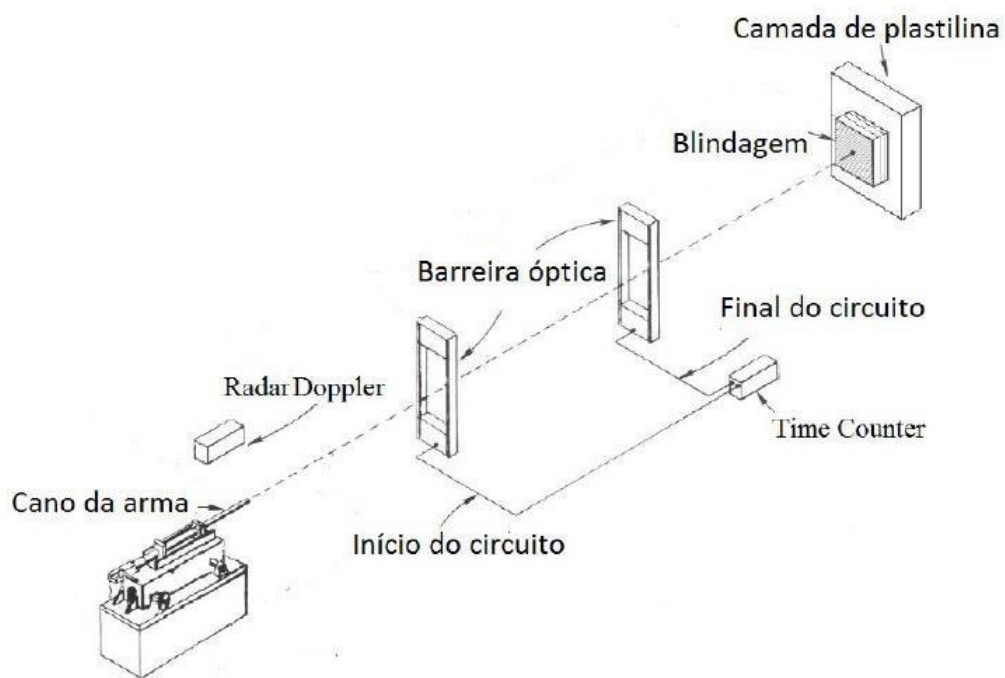


Figura 3.13 – Esquema de realização do ensaio balístico.

Fonte: Adaptado de NIJ (2000).

Tabela 3.10 – Calibres ensaiados nos testes balísticos.

Calibre	Projétil	Fabricante	Velocidade do calibre comercial (m/s)	Velocidade de realização do ensaio (m/s)
5,56x45 mm	Comum (Nato Ball) SS 109	CBC	915	950
7,62x39 mm	MSC (M43) (AK-47)	NORINCO	710	725

3.7 Análise Estatística

A análise de variância (ANOVA) foi utilizada com nível de significância de 5%, para verificar se ocorreram diferenças significativas entre as médias dos resultados obtidos nos ensaios mecânicos e balísticos.

As análises por meio da ANOVA foram complementadas por meio do teste de comparação de médias Tukey. Essa técnica objetiva avaliar quantitativamente a amplitude das diferenças significativas dos tratamentos obtidos pela ANOVA. Os dados foram tratados com o programa Microsoft Excel®.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão demonstrados os resultados obtidos nessa pesquisa e as discussões realizadas em comparativo com a literatura. Inicialmente serão apresentadas as análises realizadas nos pós de partida, posteriormente dos corpos verdes e após, as propriedades dos corpos sinterizados nas 3 etapas de processamento, terminando com os ensaios balísticos dos SBM.

4.1 Caracterização dos Pós

4.1.1 Fases Cristalinas

As fases cristalinas presentes nos pós de Si, Si moído, S1 e leito de pó inicial (antes da sinterização) de SiC e leito de pó final (após a sinterização) de SiC estão mostradas nas Figuras 4.1, 4.2 e 4.4. Por meio do refinamento por Rietveld dos padrões de difração de raios X, foi possível quantificar as fases presentes nos pós S1, Si e Leito de Pó, conforme resultados apresentados na Tabela 4.1 e difratogramas do APÊNDICE I.

Tabela 4.1 – Percentual (%) em volume de fases determinadas pelo refinamento de Rietveld nos difratogramas dos pós.

CP	SiC				Si
	3C	4H	6H	15R	
S1 (pó)	54,63	2,03	38,97	4,37	
Leito de pó inicial	27,78	0,91	48,23	20,90	2,18
Leito de pó final	49,65	4,93	38,27	7,15	
Si					100
Si Moído					100

S1 - SiC sem aditivos comerciais; S2 – SiC aditivado comercialmente; Leito de pó inicial SiC grosseiro antes do tratamento térmico; Leito de pó final SiC grosseiro após o tratamento térmico.

A Figura 4.1 apresenta os difratogramas do Si como recebido e o moído, que são semelhantes. Nota-se um alargamento da largura da base e diminuição da intensidade dos picos do material moído, que representam um aumento da largura a meia altura dos picos, o que foi associado a uma redução do tamanho dos cristalitos do material, ocasionada pela diminuição do tamanho de partículas do material, que denotam a efetividade do processo de moagem. Observa-se, também, que não foi detectada nenhuma evidência de contaminação por parte dos corpos moedores de WC, dentro dos limites de detecção do equipamento.

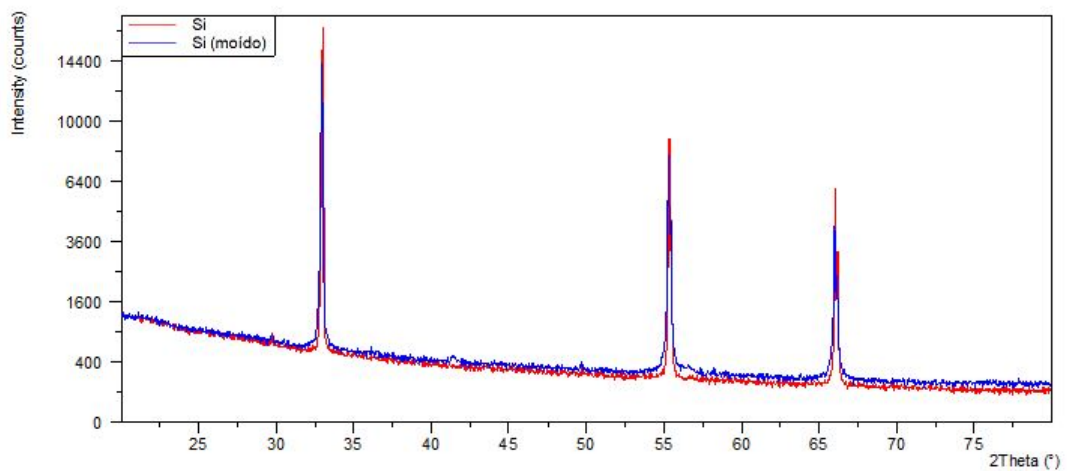


Figura 4.1 – Difratogramas de Si e Si (moído).

A Figura 4.2 apresenta a identificação dos picos do difratograma do pó S1. Na análise da composição de fases por Rietveld, conforme visto na Tabela 4.1, é possível observar a predominância do politipo 3C do SiC, seguido de 6H, 15R e 4H.

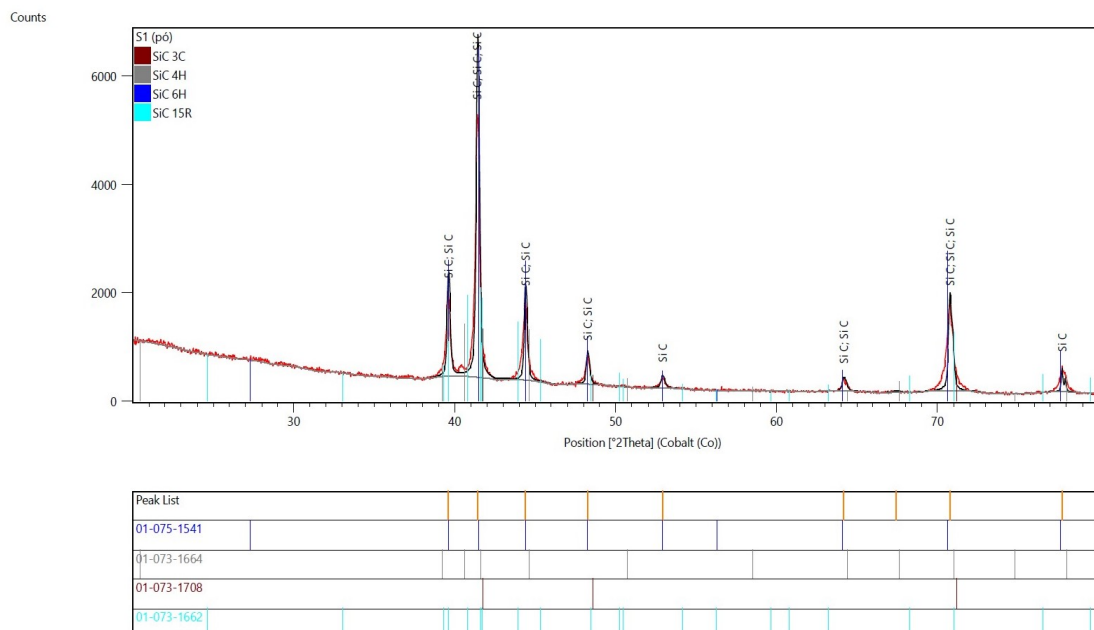


Figura 4.2 – Difratograma do pó S1.

Na Figura 4.3 é apresentada a identificação dos picos do pó S2, assim como informado pelo fabricante, foram identificadas as fases Al_2O_3 e Y_2O_3 , além dos politipos 3C, 4H e 6H de SiC.

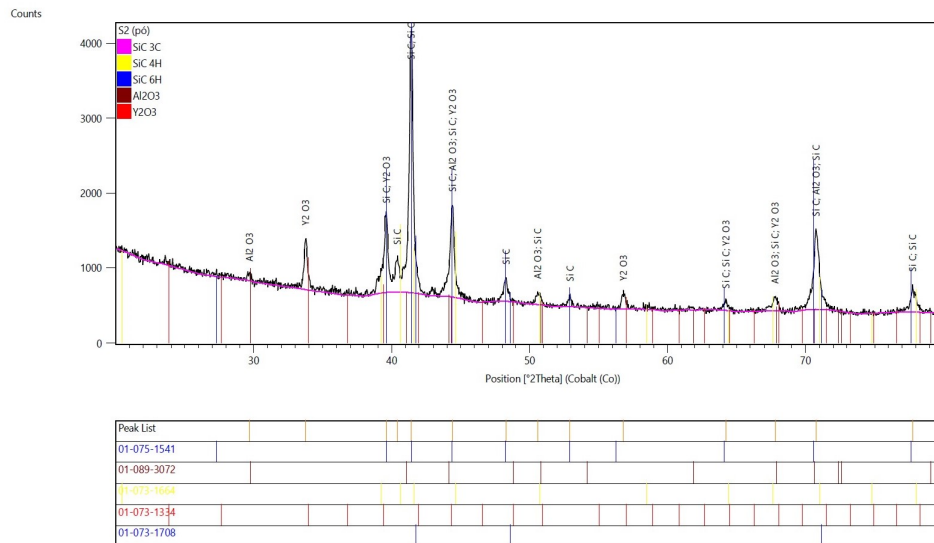


Figura 4.3 – Difratoograma do pó S2.

A Figura 4.4 apresenta os difratogramas de SiC de granulação grosseira que serviu como leito de pó para a sinterização, antes e depois da sinterização. Nesses difratogramas é possível observar nitidamente a presença de picos na amostra de SiC (leito inicial) que não estão presentes na amostra SiC (leito final). Esses picos faltantes são justamente os picos presentes no difratograma do Si, indicando que o SiC grosseiro como recebido era rico em Si e, quando sinterizado, esse Si pode ter fundido e volatilizado para as paredes e prateleiras do cadinho, conforme pode ser observado na Figura 4.5, que mostra a deposição de material no interior do cadinho após a sinterização, ou ainda pode ter reagido com carbono presente formando SiC secundário. Pelo refinamento de Rietveld observa-se que o leito inicial apresentava 2,18% de fase Si e o leito final não apresentou nenhuma evidência de Si livre (Tabela 4.1). Outra observação que pode ser realizada pela análise da Tabela 4.1, é que o leito inicial apresentou a predominância do politipo 6H, enquanto o leito final apresentou a predominância do politipo de 3C do SiC.

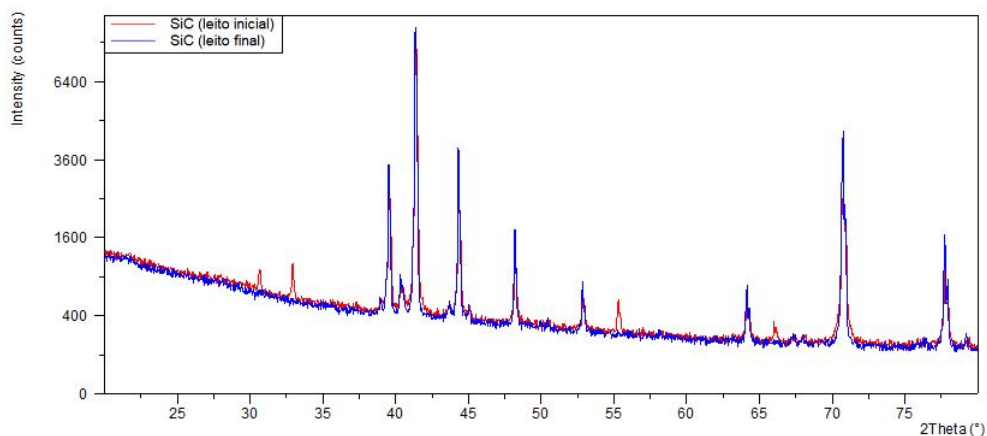


Figura 4.4 – Difratoogramas do leito de SiC inicial e final.

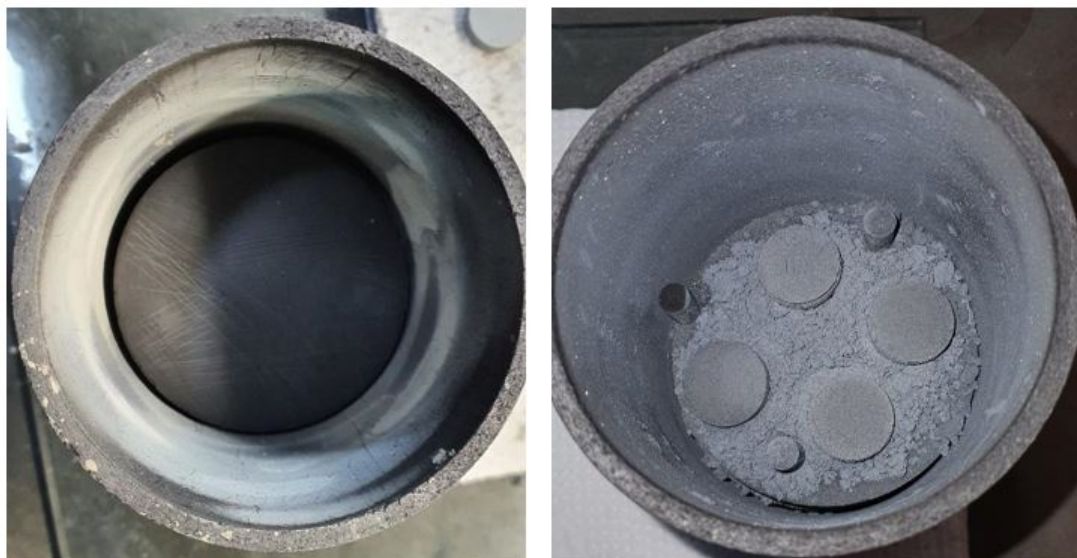


Figura 4.5 – Imagem do interior do cadinho antes (a) e após (b) as sinterizações das pastilhas de SiC-Si com leito de SiC.

4.1.2 Área Associada à Superfície Específica

Os resultados da área associada à superfície específica dos pós como recebidos e do pó de silício metálico durante o processo de moagem estão apresentados na Tabela 4.2. Nota-se que após a moagem do Si por 240 min, a área específica aumentou cerca de 1.300% em relação ao pó inicial, passando a apresentar valores compatíveis com as áreas dos pós de SiC.

As áreas associadas às superfícies específicas medidas dos pós de SiC foram significativamente inferiores às informadas pelo fabricante, que é de $15 \text{ m}^2/\text{g}$ para S1 e $13 \text{ m}^2/\text{g}$ para S2. Essa diferença pode ter ocorrido pelo fato que a amostra analisada não foi submetida ao processo de quarteamento. Nesse processo a amostra passa por uma série de etapas, entre homogeneização, formação de cone, achatamento do cone, divisão em quartos e seleção de quartos, de forma que a amostra final seja a mais representativa possível do lote original, permitindo uma análise precisa e confiável.

Tabela 4.2 – Área associada à superfície específica dos pós.

CP	SiC				Si
	3C	4H	6H	15R	
S1 (pó)	54,63	2,03	38,97	4,37	
Leito de pó inicial	27,78	0,91	48,23	20,90	2,18
Leito de pó final	49,65	4,93	38,27	7,15	
Si					100
Si Moído					100

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

4.1.3 Tamanho de Partícula

Como o pó de Si fornecido pelo fabricante (conforme Tabela 3.3) apresentou granulometria maior do que o tamanho do pó do SiC informado pelo fabricante (item 3.1.1). Assim optou-se por realizar a classificação do material por meio de peneiramento, tendo sido selecionado todo o pó passante na peneira de menor granulometria, equivalente à uma abertura de $63 \mu\text{m}$, que foi utilizado na Etapa 1 de processamento.

Para as Etapas 2 e 3, o pó utilizado na Etapa 1 foi submetido ao processo de moagem. A Figura 4.6 apresenta a distribuição acumulada do tamanho de partícula do Si que sofreu o processo de moagem. Da análise das curvas é possível observar que o tempo de moagem foi fundamental para a redução do tamanho das partículas de Si.

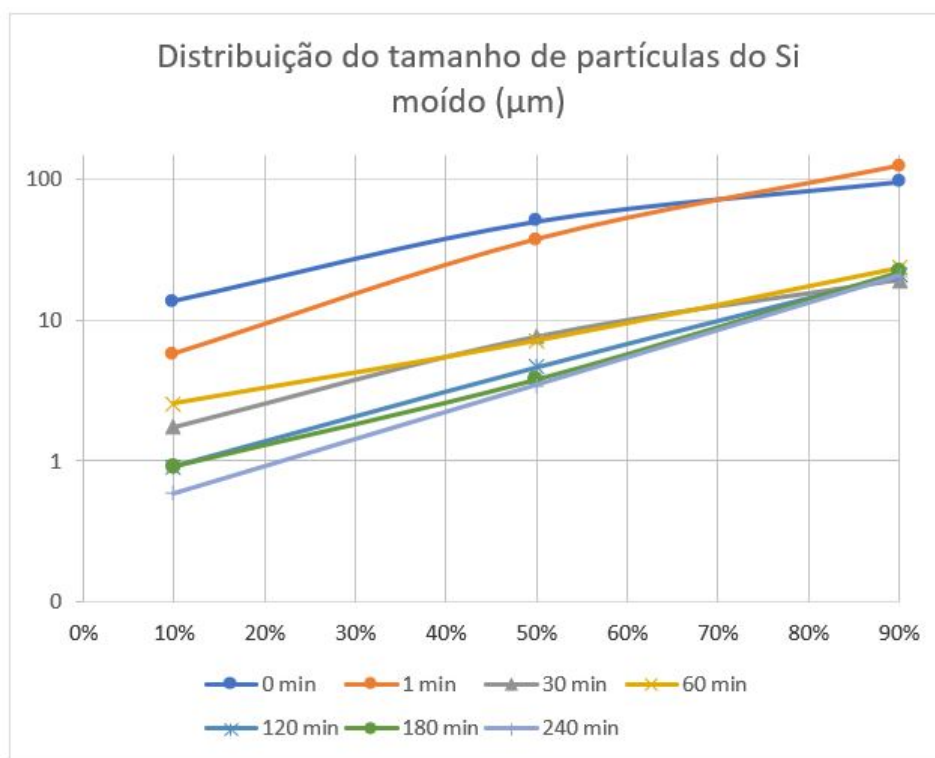


Figura 4.6 – Distribuição acumulada do tamanho de partícula do Si em função do tempo de moagem, em escala logarítmica, obtido pela técnica de espelhamento de luz conforme item 3.2.2.

O pó de Si moído por 2 horas, com d_{50} de $4,61 \mu\text{m}$, foi utilizado na Etapa 2 e o pó moído por 4 horas, com d_{50} de $3,44 \mu\text{m}$, na Etapa 3.

4.1.4 Morfologia

Para verificar a morfologia dos pós, foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura em todos os pós utilizados nesta pesquisa. Os pós antes da análise passaram por processo de peneiramento para a desaglomeração das partículas.

Nas Figuras 4.7(a) e 4.7(b), sob aumento de 15.000 X e 5.000X, observam-se as partículas de S1 como recebido, de tamanho variável, inclusive algumas de tamanho submicrométricas. As partículas possuem aspecto poligonal irregular. Algumas, com grandes ângulos formados entre as faces, apresentam arestas pontiagudas. As análises de morfologia do S1 caracterizam uma morfologia compatível com os resultados do tamanho médio de partícula disponibilizado pelo fornecedor do SiC.

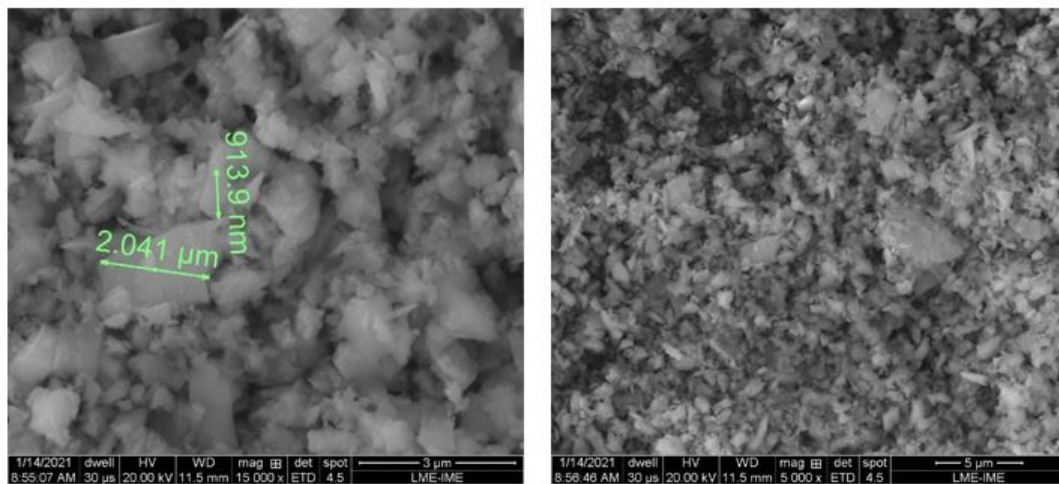


Figura 4.7 – Micrografias de S1 com aumento de (a) 15.000X e (b) 5.000X.

Nas Figuras 4.8(a) e 4.8(b), observam-se partículas da composição S2, as quais exibem uma morfologia esférica diferenciada em relação à composição S1. Tal morfologia esférica é resultado do processo de esferoidização a que são submetidas as partículas de SiC e seus aditivos. O principal objetivo dessa esferoidização é otimizar a compactação do corpo verde e aumentar a resistência mecânica do mesmo. Além disso, a morfologia esférica favorece a molhabilidade interpartículas durante a sinterização em presença de fase líquida. Este fator contribui para a redução da porosidade e, conseqüentemente, para o aumento da densificação do material sinterizado

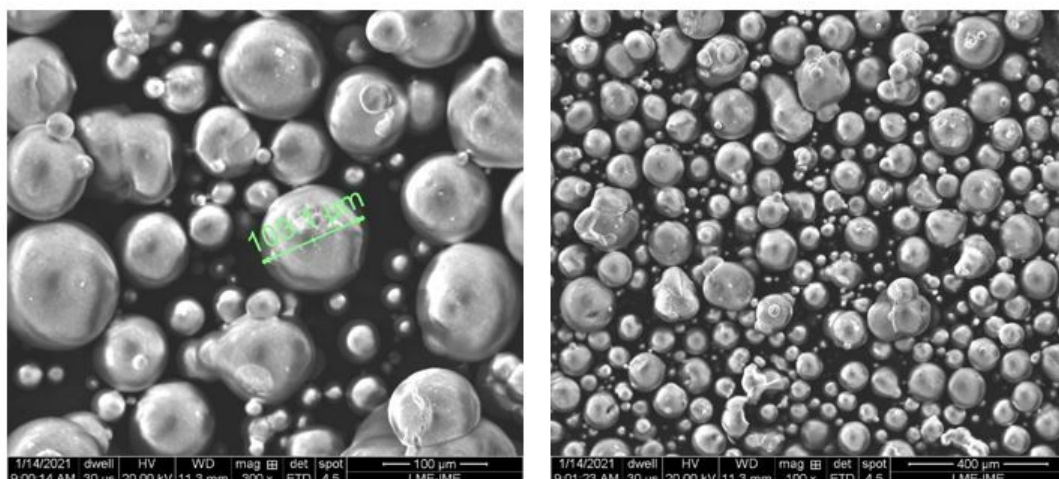


Figura 4.8 – Micrografias de S2 com aumento de (a) 300X e (b) 100X.

Nas Figuras 4.9(a) e 4.9(b) observam-se as partículas do pó de Si como recebido, que apresentam tamanhos variados de aspecto poligonal irregular em 3D com vértices pontiagudos. O tamanho de partícula é coerente com o apresentado na Figura 4.5 para a distribuição do material que não foi moído. Já nas Figuras 4.10(a) e 4.10(b) observa-se o Si após o processo de moagem por 120 minutos em moinho planetário com vaso e corpos moedores de WC. A distribuição do tamanho de partículas condiz com os resultados obtidos por meio da análise do tamanho de partícula por espalhamento de luz, conforme resultados apresentados na Figura 4.6. Por ter sofrido esforços mecânicos intensos, as partículas não apresentam mais o aspecto poligonal e volumétrico, dando lugar a um aspecto de partículas quebradiças com múltiplas arestas de diferentes tamanhos e rebarbas.

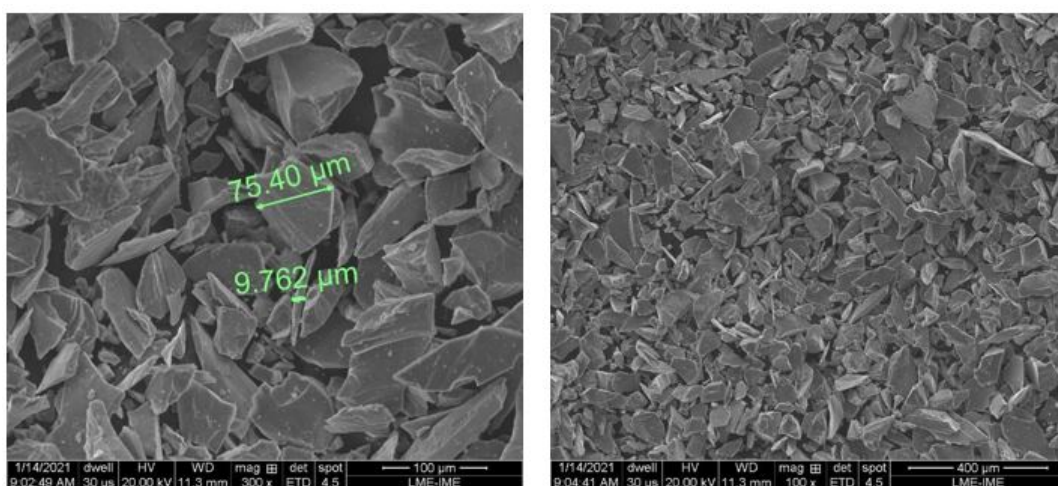


Figura 4.9 – Micrografia do Si peneirado como recebido, com aumento de (a) 300X e (b) 100X.

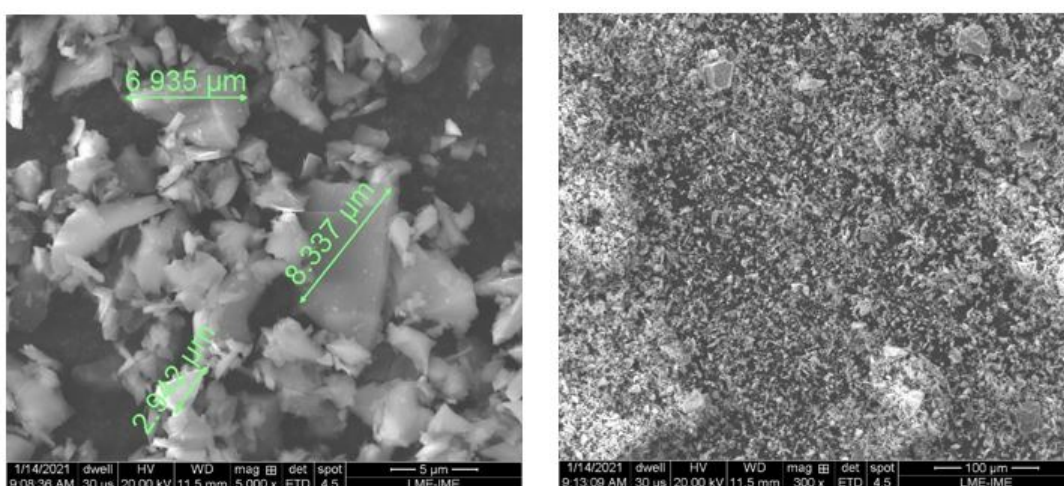


Figura 4.10 – Micrografia do Si moído, com aumento de (a) 5.000X e (b) 300X.

Na análise das Figuras 4.9(a) e 4.10(b), ambas com 300X de aumento é possível notar a grande diferença do tamanho de partícula entre o pó de Si como recebido e do pó de Si moído.

4.1.5 Densidade dos Corpos Verdes

Os resultados de densificação dos corpos verdes das Etapa 1, 2 e 3, em relação à densidade teórica, estão mostrados na Figura 4.11. Os valores se situam entre 49% e 61%, dentro da faixa verificada na literatura. Normalmente, uma alta densidade a verde irá resultar em elevada densidade do produto sinterizado, pois haverá um menor volume de poros a serem eliminados (BARSOUM, 2019).

O uso de distintos ligantes nas amostras S1 não resultou em variações significativas na densificação dos corpos verdes. Contudo, a incorporação de silício à mistura favoreceu uma densificação mais eficaz dos corpos na fase verde, aprimorando notavelmente sua manipulabilidade, especialmente nas amostras com maiores concentrações de silício.

Em relação às amostras S2, elaboradas a partir de uma formulação comercial e submetidas a um processo de esferoidização, foi evidenciada uma compactação superior em comparação com as amostras S1. Esse aspecto pode ser atribuído à morfologia esférica dos grânulos, que favorece uma melhor acomodação das partículas durante o processo de compactação.

Quanto às dimensões dos corpos de prova (CP) utilizados na Etapa 3, foi constatado que os hexagonais apresentaram densificações inferiores em comparação com os CP cilíndricos das Etapas 1 e 2. Este resultado sugere que a geometria do corpo de prova pode influenciar a eficiência da densificação.

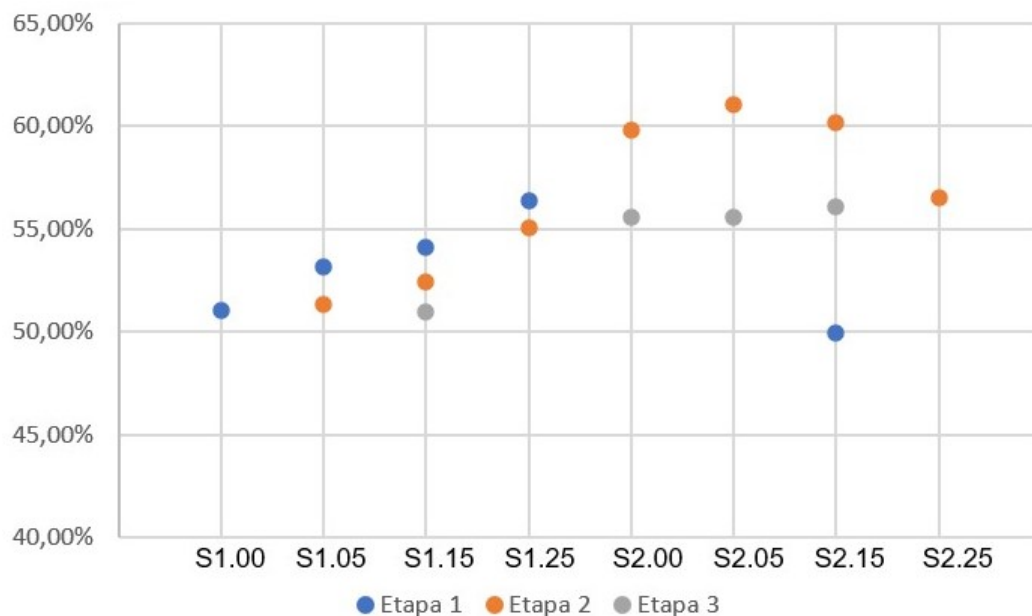


Figura 4.11 – Densificação dos corpos verdes em relação à densidade teórica.

4.2 Propriedades Físicas dos CPs Sinterizados

4.2.1 Fases Cristalinas

Os CP sinterizados a partir de S1 em 1600 °C e 1800 °C, da Etapa 1 de processamento, foram submetidos à análise de DRX e as fases cristalinas foram identificadas por meio do refinamento de Rietveld, conforme difratogramas apresentados no APÊNDICE 1, cujos resultados estão resumidos na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Percentuais de fases refinadas pelo método de Rietveld.

CP	SiC				Si
	3C	4H	6H	15R	
S1 (pó)	54,63	2,03	38,97	4,37	
S1.00_1600 °C	60,69	3,02	34,77	1,51	
S1.00_1800 °C	52,48	2,24	44,39	0,90	
S1.05_1600 °C	49,49	2,25	47,66	0,60	
S1.05_1800 °C	30,43	0,98	42,27	26,31	
S1.15_1600 °C	47,30	1,57	48,35	2,78	
S1.15_1800 °C	47,17	1,99	47,97	2,87	
S1.25_1600 °C	39,73	1,86	47,89	10,51	
S1.25_1800 °C	48,98	2,16	47,25	1,61	

S1 – SiC sem aditivos comerciais

A análise do refinamento dos difratogramas de S1 com os diversos percentuais de aditivos, conforme a Tabela 4.3, indica que existe uma forte alteração da fração relativa de politipos em função da composição de partida e da temperatura de sinterização. É possível constatar que, com o aumento da concentração de Si na mistura de partida, para as duas temperaturas de sinterização, a fase cristalina predominante passou de β -SiC para α -SiC, apresentando a maior incidência do politipo 6H para todos os casos.

Na Figura 4.12 é apresentada a indexação dos picos da amostra S1.15 submetida ao ciclo térmico na temperatura de 1600 °C. Todas as fases identificadas para essa amostra também foram identificadas para as amostras com 0, 5% e 25% de adição em volume de Si, tratadas em 1600 °C e 1800 °C. É importante ressaltar que em nenhuma das composições foram identificados picos Si nos DRX das amostras analisadas após o tratamento térmico.

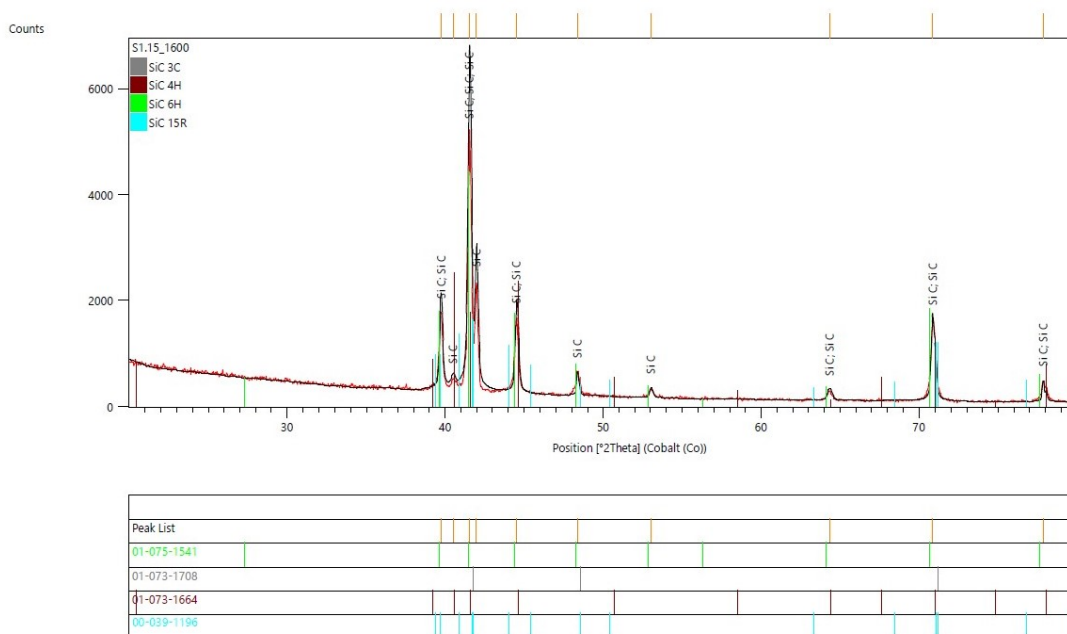


Figura 4.12 – Indexação dos picos da amostra S1.15_1600.

Nas Figuras 4.13, 4.14 e 4.15 são apresentados os difratogramas de raios X para a amostra S2.15 após as misturas dos pós S2 e Si e após a Etapa 1 de processamento, que foi tratada nas temperaturas de 1600 °C e 1800 °C. A principal alteração nos espectros se dá pelo fato da transformação de uma parcela das fases Al_2O_3 e Y_2O_3 em YAG, para a amostra tratada em 1800 °C. Nota-se que o silício, inicialmente presente na composição S2.15, não foi detectado nas amostras após o processo de sinterização, assim como ocorreu nas amostras fabricadas a partir de S1. Tal ausência aponta para várias possibilidades: o silício pode ter sido volatilizado, ter formado uma fase vítrea amorfa ou, alternativamente, ter reagido com o carbono para formar carbeto de silício secundário.

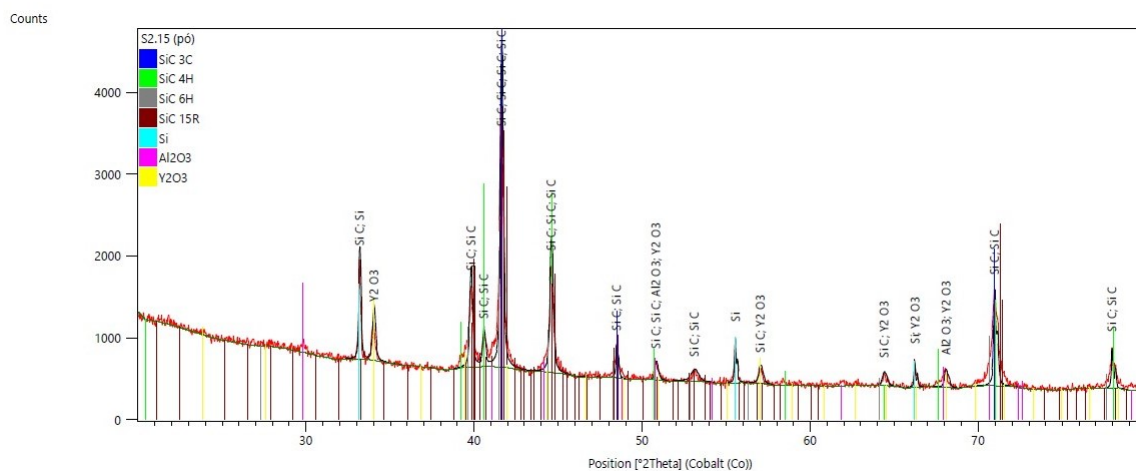


Figura 4.13 – Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15 (pó).

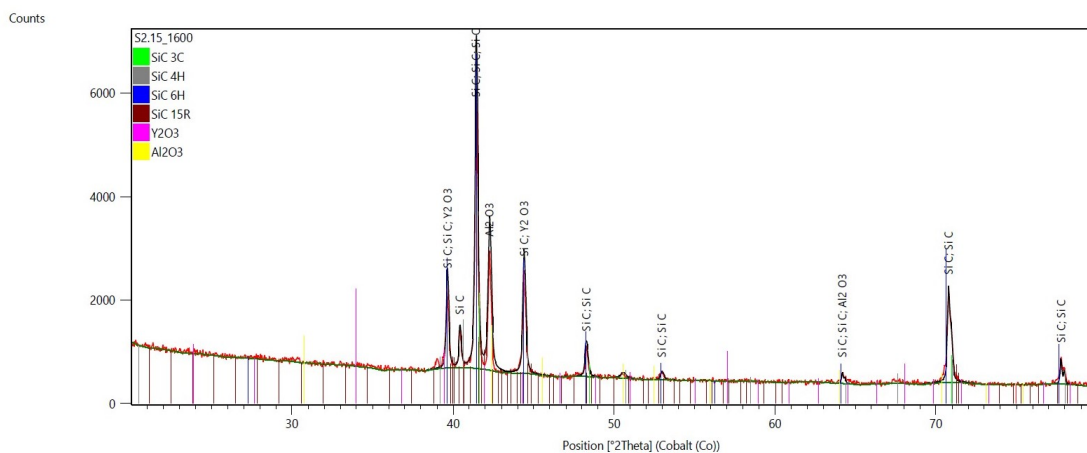


Figura 4.14 – Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1600, da Etapa 1 de processamento.

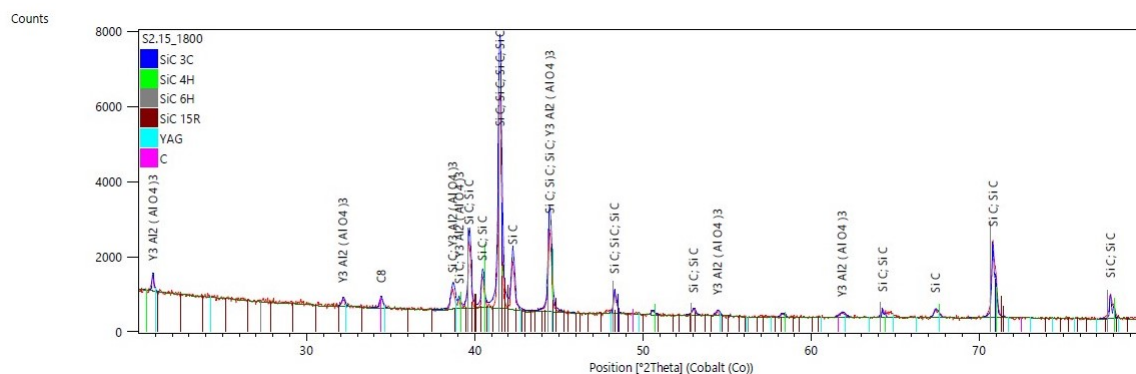


Figura 4.15 – Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1800, da Etapa 1 de processamento.

Conforme ilustrado na Figura 4.16, o difratograma da amostra S2.15, sinterizada a 1950 °C, referente a Etapa 3 de processamento apresenta uma distinção notável em relação às Etapas 1 e 2, onde é possível detectar a presença do silício (Si), tanto qualitativa quanto semi-quantitativamente. A análise semi-quantitativa realizada através do software HighScore Plus, identificou uma concentração residual de silício de aproximadamente 10%. Nota-se também a presença do YAG, um resíduo de Al_2O_3 e ainda uma pequena fração de Y, fruto da redução de uma parcela do Y_2O_3 . A amostra S2.25 sinterizada em 1950 °C apresentou pelo refinamento de Rietveld, conforme apresentado no item 8.1, um percentual de 26,66% de silício residual.

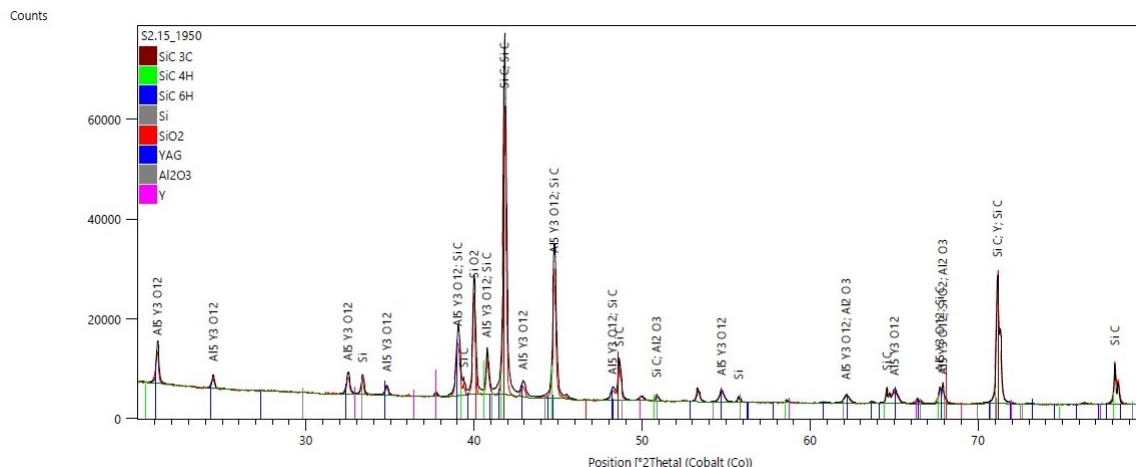


Figura 4.16 – Identificação dos picos de DRX da amostra S2.15_1950, da Etapa 3 de processamento.

No cenário particular da amostra S2.25_1950, que contém uma adição inicial de 25% em volume de Si, o refinamento de Rietveld ilustrado na Figura 4.17, revela a persistência de 26,66% em volume de silício não reagido.

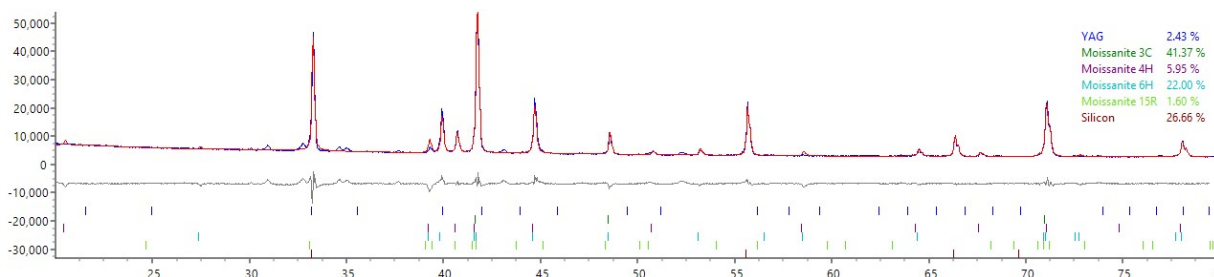


Figura 4.17 – Refinamento de Rietveld da amostra S2.25_1950.

Para as amostras fabricadas a partir de S1, também foi observada a presença de silício após os processamentos térmicos da Etapa 3, como é possível observar na indexação dos picos da amostra S1.15_1950, cujo difratograma é apresentado na Figura 4.18.

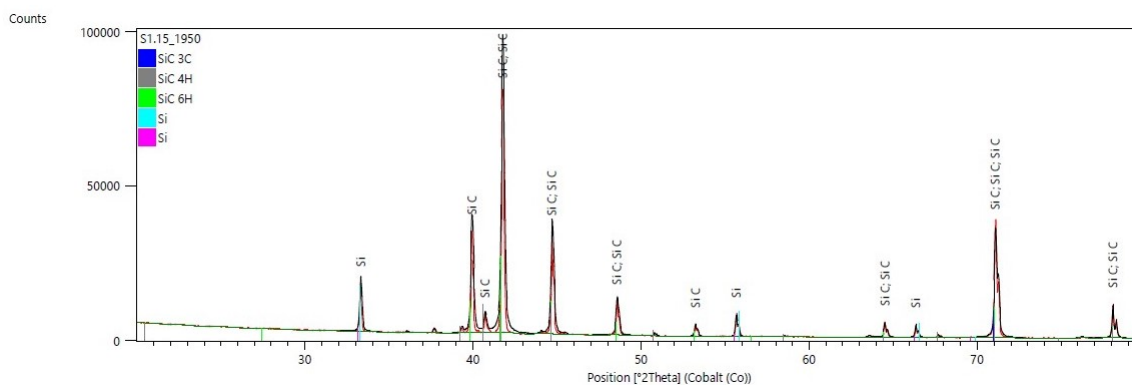


Figura 4.18 – Identificação dos picos de DRX da amostra S1.15_1950, da Etapa 3 de processamento.

Uma possível explicação para a detecção do Si nas amostras da Etapa 3 tanto para as amostras fabricadas com pós S1 ou S2, em oposição às amostras das Etapas 1 e 2, está na dimensão e configuração dos CP. Nas etapas iniciais, empregaram-se CP cilíndricos de menor tamanho, apoiados apenas em leito de SiC. Em contraste, na Etapa 3, as amostras, de perfil hexagonal, tinham um volume consideravelmente maior e foram totalmente imersas em um leito de pó. Devido à espessura das amostras e ao envolvimento completo em leito de pó, o Si enfrentou obstáculos para se dispersar a partir do núcleo do material. Essa hipótese será sustentada ao analisar os dados de perda de massa do material, discutidos no item 4.2.4.

4.2.2 Microestrutura

Após a conclusão da sinterização, procedeu-se com análises por Microscopia Eletrônica de Varredura nos corpos sinterizados. O objetivo foi examinar a distribuição dos aditivos, avaliar a morfologia das partículas e identificar eventuais defeitos internos. Para tal, os corpos de prova foram analisados na superfície da amostra e na superfície de fratura.

As Figuras 4.19 a 4.26 exibem as micrografias obtidas por MEV das amostras processadas na Etapa 1. Já as Figuras 4.27 a 4.37 mostram as imagens correspondentes às amostras sinterizadas durante a Etapa 3.

Na Figura 4.19, as micrografias dos corpos de prova (CP) de S1, sem adição de silício, e submetidos a tratamentos térmicos de 1600 °C e 1800 °C são apresentadas. Observa-se que, em ambas as temperaturas, as amostras ainda não alcançaram estágios avançados de sinterização.

Na amostra tratada a 1600 °C, as partículas de carvão de silício exibem dimensões reduzidas e morfologia irregular. Por outro lado, na amostra exposta a 1800 °C, embora as partículas ainda apresentem dimensões pequenas, seus contornos mostram-se mais arredondados. Adicionalmente, nota-se uma tendência à aglomeração das partículas, resultando em conjuntos com contornos ocasionalmente indistintos.

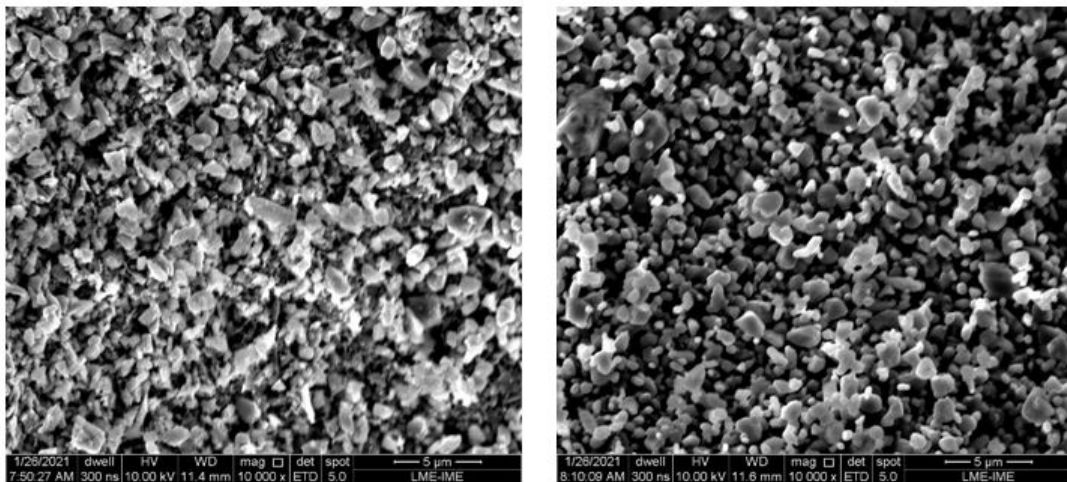


Figura 4.19 – Micrografia de (a) S1.00_1600 °C e (b) S1.00_1800 °C, com aumento de 10.000x.

Na Figura 4.20, são expostas as micrografias dos corpos de prova (CP) de S1, enriquecidos com 5% de Si, e submetidos a tratamentos térmicos de 1600 °C e 1800 °C (correspondente à Etapa 1). Similarmente ao observado nas amostras sem adição de Si, verifica-se que os CPs não alcançaram estágios maturados de sinterização em nenhuma das condições de temperatura.

Em relação à morfologia, as partículas nas amostras tratadas a 1600 °C apresentam contornos irregulares mas bem definidos. Já na condição de 1800 °C, os contornos são notavelmente mais arredondados e há a presença de pequenas aglomerações de partículas.

A Figura 4.21, por sua vez, apresenta a superfície de fratura do CP S1.05_1800°C, visualizada em baixo aumento. Nesta figura, é evidente a extensa

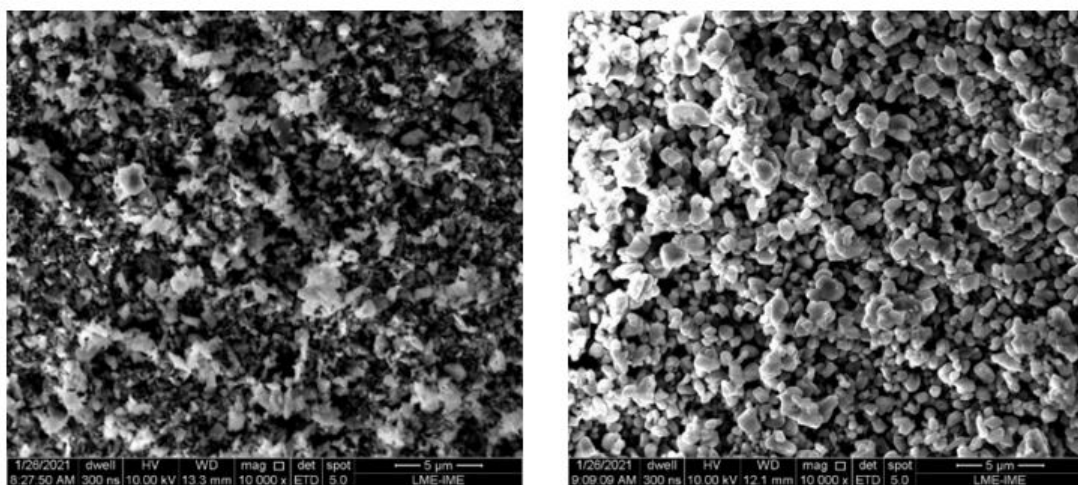


Figura 4.20 – Micrografia de (a) S1.05_1600 °C e (b) S1.05_1800 °C, com aumento de 10.000x.

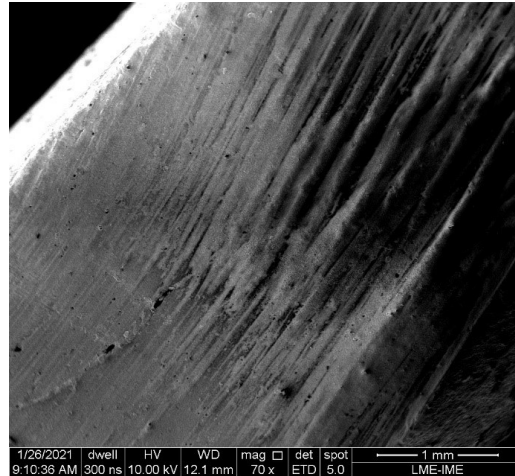


Figura 4.21 – Superfície de fratura do CP S1.05_1800 °C, com aumento de 70x.

Na Figura 4.22 são apresentadas as micrografias dos CP de S1 aditivadas com 15% de Si, que foram tratadas em 1600 °C e 1800 °C. Assim como ocorreu nas amostras anteriores é possível perceber que os CP não atingiram estágios avançados de sinterização. Nas amostras tratadas tanto em 1600 °C quanto em 1800 °C é possível observar o crescimento das partículas em comparação às condições anteriores, indicando que houve um aumento da resistência do material, que foi corroborado pela resistência ao corte que os CP apresentaram quando foram preparados para o ensaio de dureza. Na Figura 4.23 observa-se no detalhe a aglomeração de partículas, com o arredondamento dos contornos.

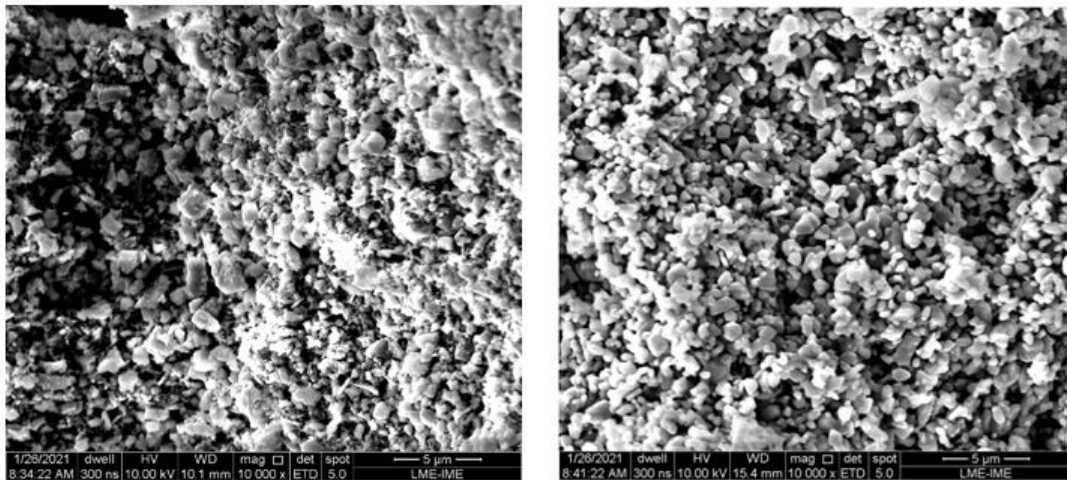


Figura 4.22 – Micrografia de (a) S1.15_1600 °C e (b) S1.15_1800 °C, com aumento de 10.000x

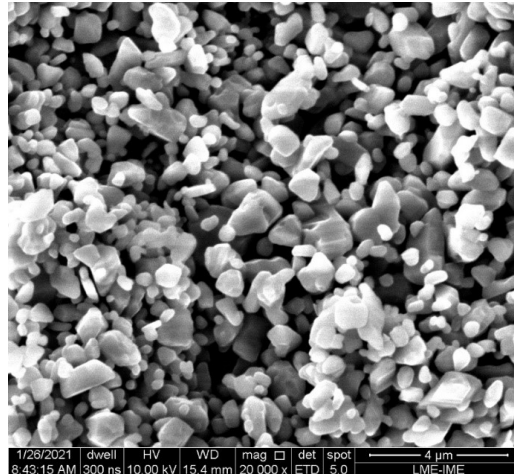


Figura 4.23 – Micrografia de S1.15_1800 °C, com aumento de 20.000x.

Na Figura 4.24 são apresentadas as micrografias dos CP de S1 aditivados com 25% de Si que foram tratados em 1600 °C e 1800 °C. Assim como ocorreu nas amostras anteriores, é possível perceber que os CP não atingiram estágios avançados de sinterização. O maior aglomeramento e crescimento das partículas pode ser observado para as 2 condições. Na análise pelo detector de elétrons retroespalhados, na Figura 4.25, observa-se uma distribuição homogênea na superfície de fratura da peça, podendo indicar que são precipitados de Si residual, ou poros causados pela volatilização do ligante ou do Si.

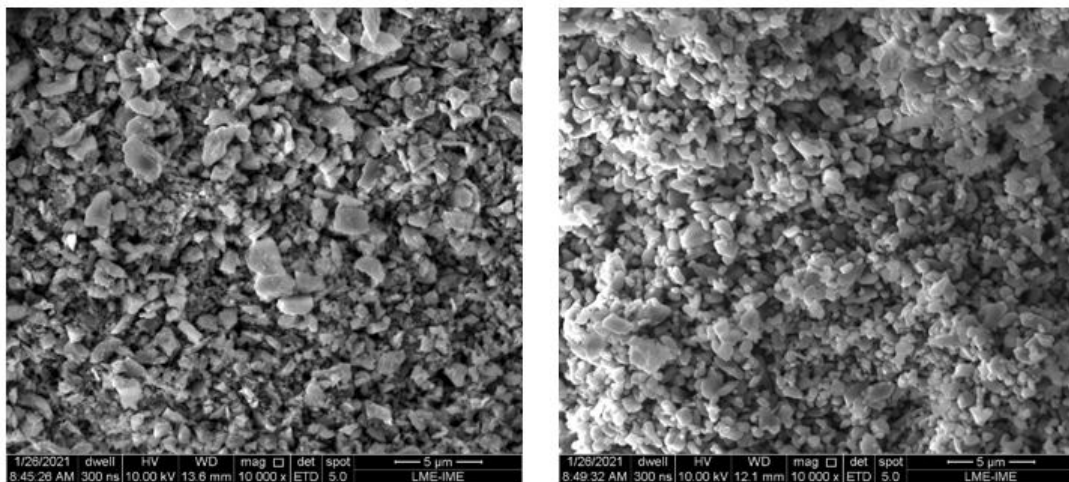


Figura 4.24 – Micrografia de (a) S1.25_1600 °C e (b) S1.25_1800 °C, com aumento de 10.000x.

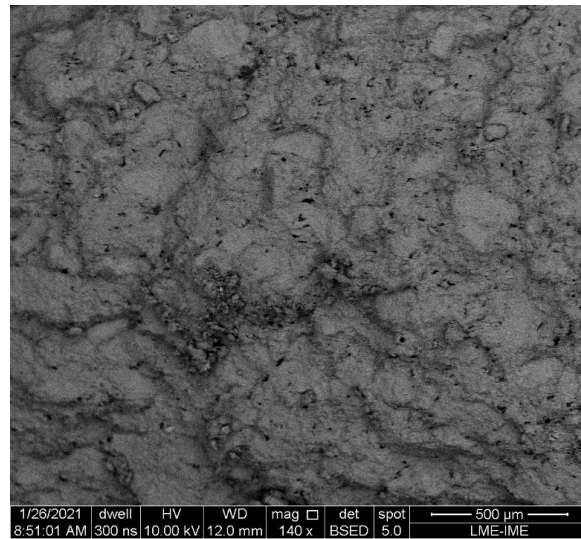


Figura 4.25 – Micrografia de S1.25_1800 °C, observada em detector de elétrons retroespalhados, com aumento de 140x.

Na Figura 4.26 são apresentadas as micrografias dos CP de S2 aditivadas com 15% de Si, que foram tratadas em 1600 °C e 1800 °C. Diferentemente das amostras tratadas anteriormente, esse material possui aditivos de sinterização que são responsáveis pela redução da temperatura de sinterização do material. No CP tratado em 1600 °C é possível observar as pequenas partículas de SiC com tamanho bem homogêneo e bem aglomeradas. Já no CP tratado em 1800 °C é possível observar que essas partículas além de mais aglomeradas apresentaram um crescimento em relação às partículas tratadas em 1600 °C. Essa maior aglomeração das partículas é corroborada pela densificação que será apresentada na Tabela 4.8, onde ambas as amostras de S2.15, apresentaram maior densificação do que todas as demais amostras de S1.

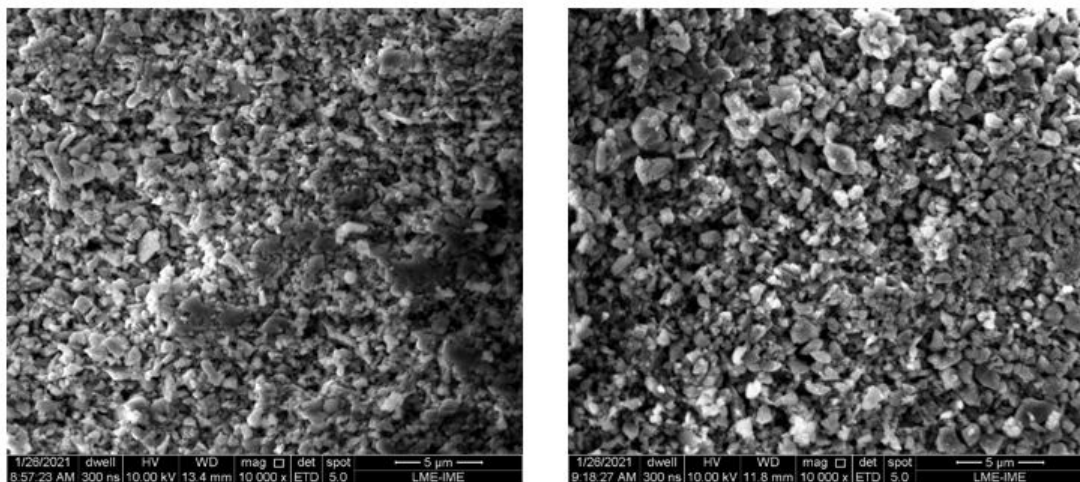


Figura 4.26 – Micrografia de (a) S2.15_1600 °C e (b) S2.15_1800 °C, com aumento de 10.000x.

No conjunto de imagens a seguir, serão mostradas as micrografias das amostras da

Etapa 3, que foram sinterizadas a 1950 °C durante 1 hora em temperatura de patamar. A Figura 4.27 exibe a micrografia da amostra S1.15. Em comparação com a Figura 4.23 é possível notar uma evolução discreta no processo de sinterização do material. As partículas estão mais aglomeradas e apresentam maior empescoçamento entre si. Contudo, fica evidente que os estágios finais de sinterização ainda não foram alcançados. Persistem grandes espaços interparticulares, que se traduzem em uma alta porosidade do material. Essa observação será confirmada na seção subsequente, quando serão discutidos os baixos níveis de densificação do material, que é corroborada pela análise da superfície da amostra, mesmo em baixo aumento Figura 4.28, onde é possível observar, na figura da esquerda, a grande quantidade de trincas e poros superficiais e, na figura da direita, o detalhe da largura de uma das trincas.

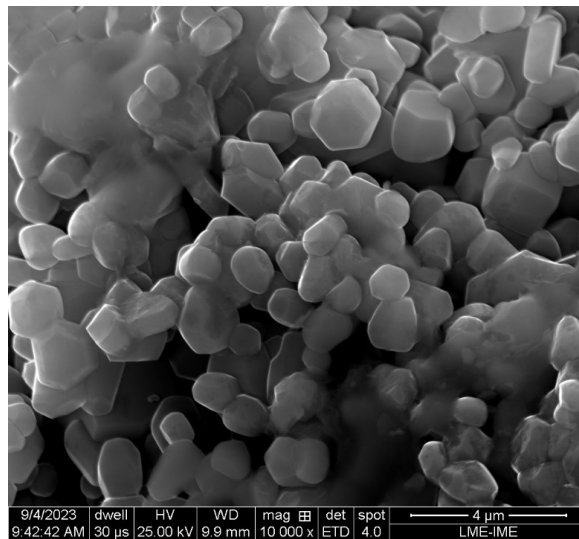


Figura 4.27 – Micrografia de S1.15_1950 °C, com aumento de 10.000x.

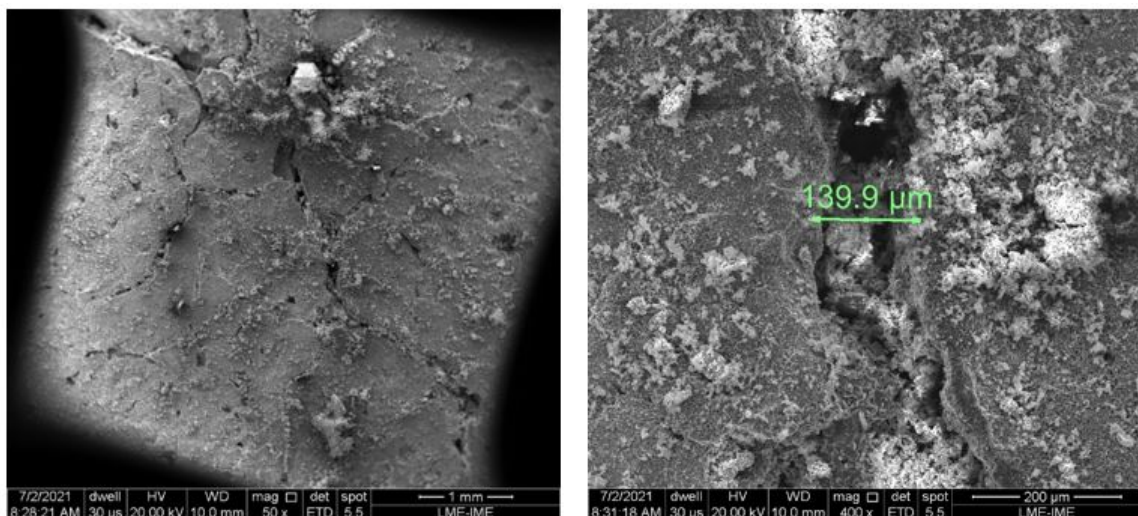


Figura 4.28 – Superfície da amostra S1.15 com (a) 50x de aumento e (b) 400x de aumento.

Na Figura 4.29, constata-se que a amostra S2.00 completou todos os estágios de

sinterização de forma satisfatória. As partículas exibem um alto grau de aglomeração e evidenciam um notável crescimento granular. A superfície de fratura apresenta características típicas de um material frágil, incluindo a predominância de fraturas intergranulares e a presença significativa de planos de clivagem.

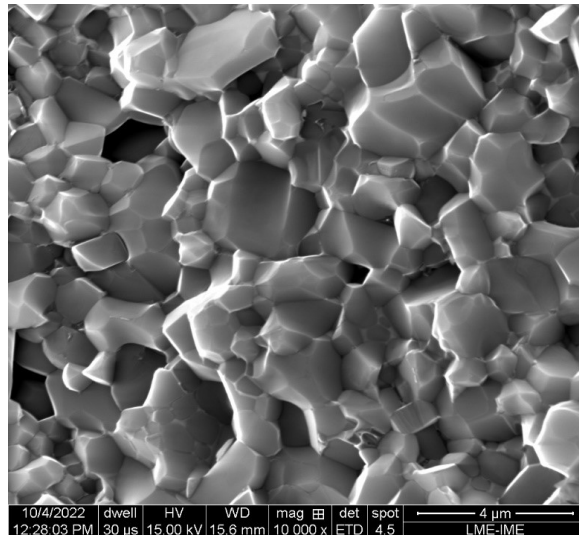


Figura 4.29 – Micrografia da superfície de fratura de S2.00_1950 °C, com aumento de 10.000x.

Na Figura 4.30, que exibe uma micrografia da amostra S2.00 capturada com um detector de elétrons retroespalhados, é possível identificar pontos de maior luminosidade nos contornos dos grãos. Esses pontos luminosos resultam da fase líquida empregada durante o processo de sinterização do pó comercial S2, conforme Tabela 3.2. A composição elementar das regiões contendo esses pontos foi elucidada por meio de espectroscopia por dispersão de energia de raios X, revelando a presença dos seguintes elementos na amostra, conforme Tabela 4.4.

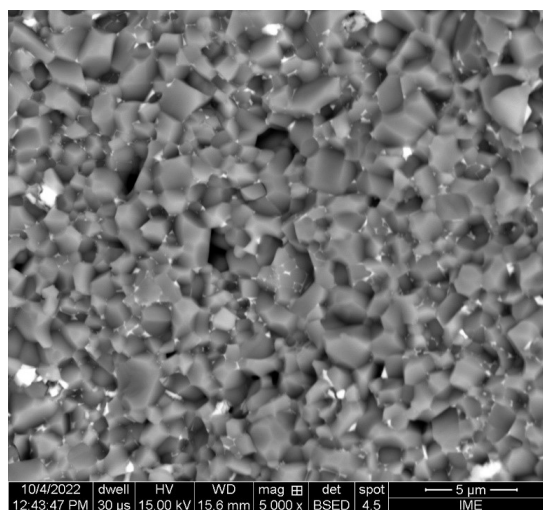


Figura 4.30 – Micrografia de S2.00_1950 °C, observada em detector de elétrons retroespalhados, com aumento de 5.000x.

Tabela 4.4 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.00_1950 °C.

Elemento	% atômico	% massa
Si	55,82	72,88
C	42,28	23,61
Y	0,47	1,96
Al	0,97	1,21
O	0,46	0,34

Na Figura 4.31, é possível observar a porosidade aparente do material. Notavelmente, os poros são menores em comparação com aqueles observados na amostra S1.15. Adicionalmente, o material não apresenta fissuras ou trincas na superfície.

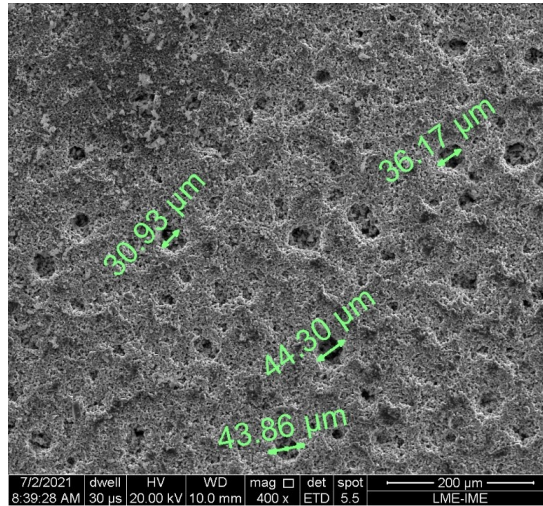


Figura 4.31 – Micrografia da superfície da amostra S2.00_1950, com aumento de 400x.

Na Figura 4.32, a micrografia exhibe a amostra S2.05, sinterizada a uma temperatura de 1950 °C. Esta amostra, similar à S2.00, revela uma superfície de fratura intrinsecamente frágil, predominada por fraturas intergranulares e apresentando distintos planos de clivagem. Nota-se que as partículas de SiC alcançaram as etapas conclusivas de sinterização.

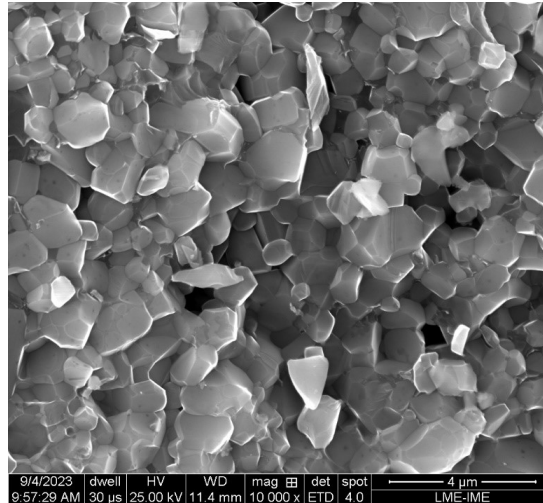


Figura 4.32 – Micrografia da superfície de fratura de S2.05_1950 °C, com aumento de 10.000x.

A Figura 4.33, gerada através de um detector de elétrons retroespalhados, revela regiões mais claras nos contornos dos grãos. Essas regiões são resultantes da solidificação da fase líquida nos contornos de grão, um fenômeno que também é evidenciado de forma mais detalhada na Figura 4.34, com uma ampliação de 20.000 x. Os elementos presentes na amostra foram identificados por EDS na região da micrografia, como apresentado na Tabela 4.5.

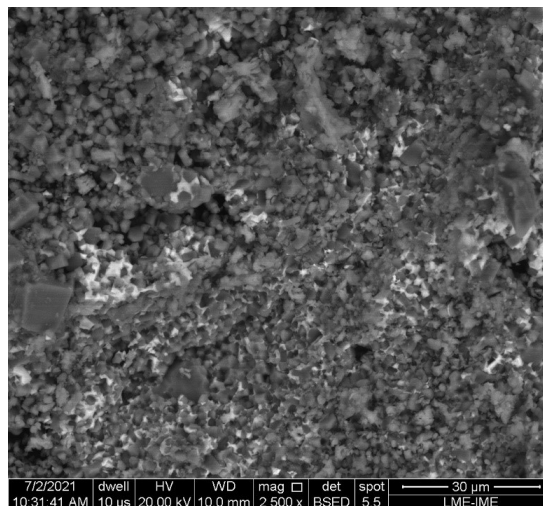


Figura 4.33 – Micrografia de S2.05_1950 °C, observada em detector de elétrons retroespalhados, com aumento de 2.500x.

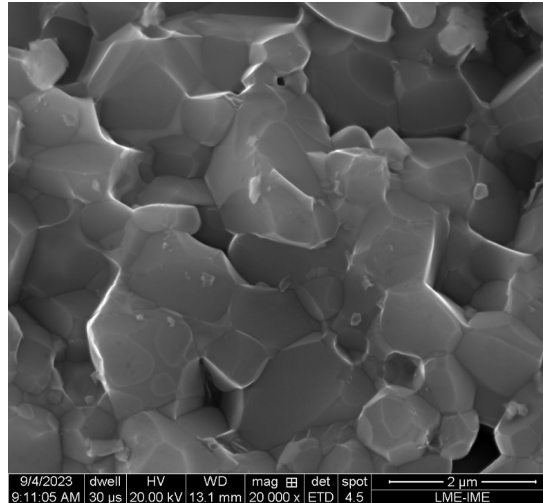


Figura 4.34 – Micrografia de S2.05_1950 °C, observada com aumento de 20.000x.

Tabela 4.5 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.05_1950 °C.

Elemento	% atômico	% massa
Si	57,05	69,93
C	37,87	19,85
Y	2,55	3,01
Al	1,71	6,64
O	0,82	0,57

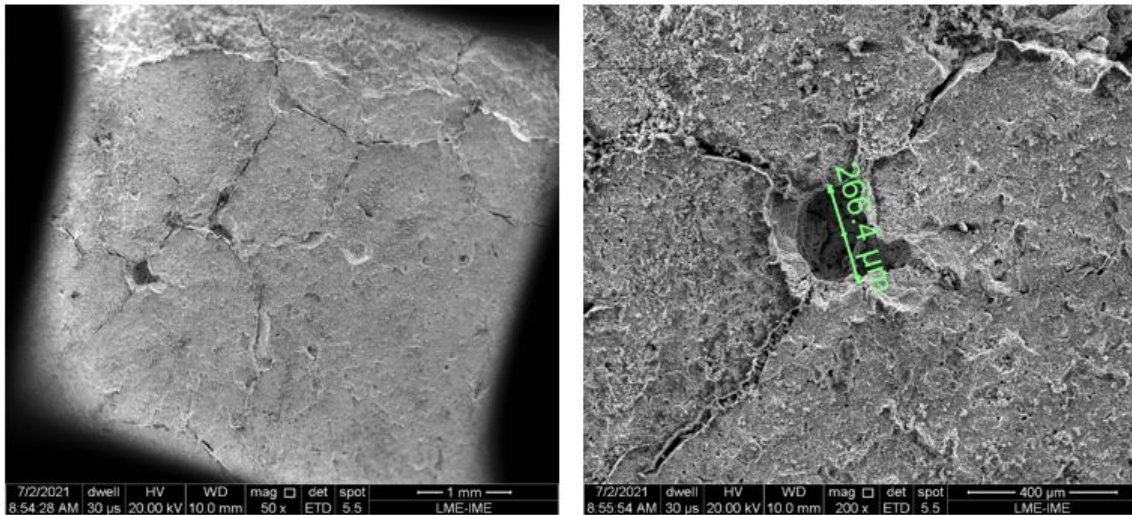


Figura 4.35 – Micrografia da superfície da amostra S2.05_1950, com (a) aumento de 50x e (b) aumento de 200x.

Na Figura 4.35(a) a porosidade superficial do material é claramente visível. Diferentemente da amostra S2.00, esta exibe trincas e fissuras na superfície. A Figura 4.35(b) oferece uma visão mais detalhada, evidenciando as dimensões específicas da porosidade superficial na amostra.

Na Figura 4.36 a microestrutura da amostra S2.15 sinterizada a 1950 °C é apresentada. Diferentemente das amostras S2.00 e S2.05, os grãos nesta amostra parecem não ter alcançado os estágios avançados de sinterização. Isso é evidenciado pela presença de espaçamentos significativos entre os grãos e pela persistência de grãos menores que ainda não passaram pelo processo de coalescimento.

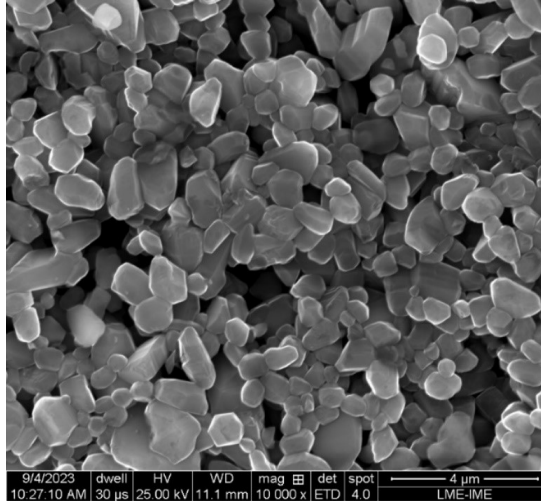


Figura 4.36 – Micrografia da superfície de fratura de S2.15_1950 °C, com aumento de 20.000x.

A Tabela 4.6 mostra os elementos químicos detectados na amostra S2.15, na região da micrografia da Figura 4.36. É notável um aumento significativo no teor de silício quando comparado às amostras S2.00 e S2.05. Isso indica que, pelo percentual atômico de Si encontrado, acima de 50%, pode-se afirmar que nem todo Si está associado ao SiC, uma parcela considerável do silício adicionado como aditivo permaneceu na estrutura da amostra após o processo de sinterização.

Tabela 4.6 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.15_1950 °C.

Elemento	% atômico	% massa
Si	63,12	79,74
C	36,37	19,65
Y	0,0	1,01
Al	0,51	0,62
O	0,0	0,0

Na Figura 4.37, observa-se a microestrutura da amostra S2.25, que foi sinterizada a 1950 °C. Contrariamente às demais amostras em que o silício foi adicionado ao pó comercial, os grãos desta específica amostra exibem um formato irregular e evidenciam um mínimo de coalescência entre si. Este comportamento está em consonância com a baixa densidade do material, que será detalhadamente discutida em seção subsequente.

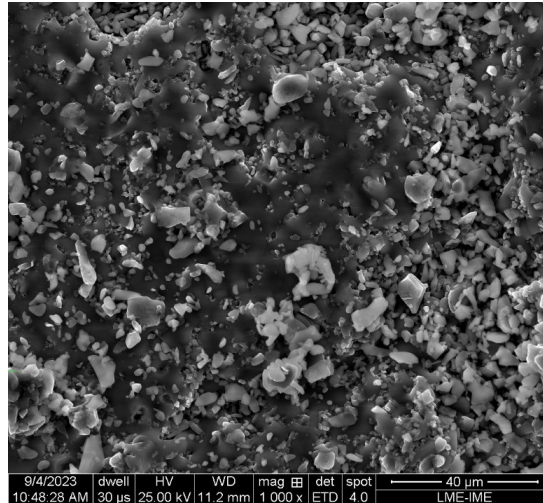


Figura 4.37 – Micrografia da superfície de fratura de S2.25_1950 °C, com aumento de 1.000x.

A Tabela 4.7 revela os elementos químicos identificados na amostra S2.25. Nota-se que o percentual de silício é superior ao encontrado na amostra S2.15, o que é consequência da maior quantidade de silício adicionado à mistura inicial. Esse excesso de Si pode ser claramente observado na Figura 4.37, onde é representado pelas partículas de tonalidade mais clara.

Tabela 4.7 – Elementos identificados no EDS da amostra S2.25_1950 °C.

Elemento	% atômico	% massa
Si	70,77	84,61
C	28,53	14,59
Y	0,0	0,0
Al	0,70	0,80
O	0,0	0,0

4.2.3 Densidade e Porosidade

Os resultados de densidade aparente, porosidade total, densificação em relação à densidade da mistura inicial (ρ_m) e de densidade teórica, estabelecida a partir do ajuste das fases por meio do refinamento de Rietveld para as amostras prensadas a frio e sinterizadas sem pressão da Etapa 1 são mostradas na Tabela 4.8.

Os grupos que apresentaram melhores densificação foram o S2.15_1600 °C e S2.15_1800 °C, com percentual de densificação acima de 60%. Constatou-se, neste caso, que a quantidade de aditivos possui grande influência no aumento da densidade. Os valores de densificação obtidos são bem abaixo dos valores encontrados na literatura para o SiC aditivado com Al_2O_3 e Y_2O_3 , como pode ser observado na Tabela 4.9, em comparação com a amostra S2.15_1800.

Tabela 4.8 – Resultados de Arquimedes e densificação para a Etapa 1 de Sinterização.

CP	dma (g/cm ³)	pa	D (1-pa)	dma/ ρ_m	dma/ ρ_t
S1_1600 °C	1,55	0,51	0,49	0,48	0,48
S2_1800 °C	1,71	0,59	0,41	0,53	0,53
S1.05_1600 °C	1,69	0,45	0,55	0,53	0,53
S1.05_1800 °C	1,62	0,49	0,51	0,51	0,50
S1.15_1600 °C	1,68	0,44	0,56	0,54	0,52
S1.15_1800 °C	1,60	0,49	0,51	0,52	0,50
S1.25_1600 °C	1,64	0,45	0,55	0,55	0,51
S1.25_1800 °C	1,52	0,50	0,50	0,51	0,47
S2.15_1600 °C	1,91	0,37	0,63	0,62	0,60
S2.15_1800 °C	2,10	0,32	0,68	0,68	0,65

Na Tabela 4.9 é possível comparar o resultado da condição que apresentou a maior densificação até o momento deste estudo com outros resultados obtidos por autores que estudaram a sinterização do SiC no IME. As condições estudadas são diferentes nos percentuais de aditivos, temperatura de difusão e tempo de patamar na temperatura de sinterização. O material em estudo teve uma baixa temperatura de sinterização e não teve tempo de patamar, o que justifica o resultado inferior aos demais estudos, que em todos os casos tiveram o tempo de patamar de pelo menos 30 min na temperatura de sinterização.

Tabela 4.9 – Comparação da densificação de S2.15_1800 com dados da literatura.

Amostra	Aditivos	Processo	Temperatura (°C)	Patamar (min)	Densificação (%)
S2.15	15%vol Si 9% (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	LPS	1800	0	68
GONÇALVES <i>et al.</i> , 2017)	5% (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	LPS	1950	30	89,68
(SALEIRO <i>et al.</i> , 2018)	5% (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	LPS	1950	30	91,93
(LIMA, 2006)	5% (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	LPS	1800	30	95,75
(SANTOS, 2003)	5%vol (Al ₂ O ₃ e Y ₂ O ₃)	LPS	1780	120	99,00

Fonte: Adaptado de Santos (2003), Lima (2006), Gonçalves *et al.* (2017), Saleiro *et al.* (2018).

Fruto dos resultados de densificação apresentados, foram planejadas a Etapa 2 e 3 de sinterizações, repetindo a temperatura de 1800 °C, além de realizar a sinterização em temperaturas superiores com a aplicação de patamar na temperatura mais elevada, no intuito de se obter uma melhor densificação. Os resultados obtidos para a densificação para a Etapa 2 estão apresentados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Resultados de Arquimedes para a Etapa 2 de Sinterização.

CP	dma (g/cm ³)	pa	D (1-pa)	dma/ ρ_m
S1.05_1800 °C	1,64	0,39	0,61	0,52
S1.05_1950 °C	1,59	0,49	0,51	0,50
S1.15_1800 °C	1,59	0,48	0,52	0,52
S1.15_1950 °C	1,72	0,43	0,57	0,56
S1.15_2100 °C	1,74	0,44	0,56	0,57
S1.15_2000 °C	1,79	0,44	0,56	0,58
S1.25_1800 °C	1,45	0,54	0,46	0,49
S1.25_1950 °C	1,50	0,50	0,50	0,50
S1.25_2100 °C	1,36	0,57	0,43	0,46
S1.25_2000 °C	1,51	0,58	0,42	0,51
S2.00_1800 °C	2,83	0,09	0,91	0,88
S2.00_1950 °C	3,18	0,01	0,99	0,99
S2.00_2100 °C	3,14	0,04	0,96	0,98
S2.00_2000 °C	2,97	0,03	0,97	0,92
S2.05_1800 °C	2,80	0,06	0,94	0,88
S2.05_1950 °C	3,01	0,02	0,98	0,97
S2.05_2100 °C	3,01	0,01	0,99	0,95
S2.05_2000 °C	3,07	0,01	0,99	0,97
S2.15_1800 °C	2,04	0,34	0,66	0,66
S2.15_1950 °C	2,70	0,09	0,91	0,88
S2.15_2100 °C	2,52	0,17	0,83	0,82
S2.15_2000 °C	2,79	0,08	0,92	0,91
S2.25_1800 °C	2,49	0,17	0,83	0,83
S2.25_1950 °C	2,70	0,07	0,93	0,90
S2.25_2100 °C	2,48	0,22	0,78	0,83
S2.25_2000 °C	2,89	0,01	0,99	0,97

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

Na Tabela 4.10 são destacados os resultados onde dma/ρ_t foram superiores à 95%, destacamos, como já esperado, os valores para S2, SiC aditivado comercialmente e os valores para S2.00 e S2.15. Fruto desses resultados foram selecionadas as condições para a realização da Etapa 3 de Sinterização.

Na Tabela 4.11, estão descritos os valores da densidade geométrica (ρ_g) e da densidade relativa, calculada através da relação ρ_g/ρ_t , para os corpos de prova prismáticos hexagonais sinterizados na Etapa 3. A análise desses dados indica que a introdução de silício na composição foi decisiva para a diminuição da densidade do material. Este resultado era antecipado, dado que o silício apresenta uma densidade teórica de 2,33 g/cm³, significativamente inferior à densidade do carbetto de silício, que é de 3,21 g/cm³.

Contudo, mesmo quando ajustada à densidade teórica das misturas iniciais, as amostras enriquecidas com maiores concentrações de Si exibiram níveis mais baixos de densificação. Essa característica pode ser atribuída à prevalência de porosidade tanto na superfície como no interior dos CPs, como pôde ser corroborado pelas imagens obtidas via

microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Tabela 4.11 – Resultados ρ_g e densidade relativa (ρ_g/ρ_m) dos CP sinterizados na Etapa 3.

CP	ρ_g verde (g/cm ³)	Densidade verde relativa (%)	ρ_g sinterizado (g/cm ³)	Densidade relativa à mistura inicial (%)	Densidade relativa ao SiC puro (3,21 g/cm ³) (%)
S1.15	1,64	51%	1,87	61%	58%
S2.00	1,78	56%	3,06	95%	95%
S2.05	1,76	56%	2,91	92%	91%
S2.15	1,75	57%	2,60	85%	81%
S2.25	1,75	59%	2,44	82%	76%

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

4.2.4 Retração e Perda de Massa

Na Tabela 4.12 é possível observar os valores de retração e de perda de massa para os CP cilíndricos sinterizados em 1600 °C e 1800 °C (Etapa 1 de Sinterização). Da análise desses resultados pode-se concluir que para o S1 a perda de massa está diretamente ligada à temperatura de sinterização. Pode-se supor que o Si presente na mistura, quando submetido ao processo de sinterização, ao atingir a sua temperatura de fusão, começa a escoar do material. A perda de material para a temperatura de sinterização de 1600 °C foi relativamente pequena, uma vez que essa temperatura é próxima à temperatura de fusão (1414 °C) e por não ter havido temperatura de patamar, ficando em torno de 3% para todas as condições de adição. Essa perda inclusive é mais impactada pela volatilização do ligante PEG.

Para as amostras de S1 sinterizadas em 1800 °C, o efeito da composição foi mais pronunciado, evidenciando que houve maior escoamento de Si dos materiais com maiores composições de Si, proporcionada pela temperatura significativamente superior à temperatura de fusão.

Para as amostras de S2 a grande quantidade de ligantes presentes neste pó comercial foi responsável pela perda de massa maior do que o S1 em todas as condições, mesmo com a maior adição de Si.

Em relação à retração volumétrica, por terem sido utilizadas temperaturas abaixo das comumente utilizadas para a sinterização do SiC, a retração das amostras de S1 aditivadas de Si foram insignificantes para todas as condições, enquanto as amostras de S2 sofreram significativa retração, com média de 21,31% para a temperatura de sinterização de 1600 °C e 35% para a temperatura de 1800 °C. Como confirmado pelos resultados de microscopia eletrônica, o coalescimento das partículas foi mais eficiente para o S2 do que para o S1.

Tabela 4.12 – Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 1.

CP	Retração volumétrica (%)	Retração linear (altura) (%)	Retração linear (diâmetro) (%)	Perda de massa (%)
S1.00_1600 °C	1,05%	0,92%	0,07	3,08%
S2.00_1800 °C	1,39%	0,74%	0,33	4,96%
S1.05_1600 °C	0,63%	0%	0,36	2,89%
S1.05_1800 °C	1,65%	1,21%	0,22	7,18%
S1.15_1600 °C	1,85%	1,06%	0,40	3,16%
S1.15_1800 °C	2,82%	2,39%	0,22	8,28%
S1.25_1600 °C	1,54%	0,53%	0,51	3,83%
S1.25_1800 °C	2,87%	1,00%	0,96	12,31%
S2.15_1600 °C	21,31%	20,49%	0,51	6,04%
S2.15_1800 °C	35,11%	24,63%	7,13	14,21%

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

Na Tabela 4.13 são apresentados os resultados de retração e perda de massa para os CP sinterizados na Etapa 2. Nota-se um aumento significativo de retração e perda de massa em relação aos resultados apresentados na Etapa 1. Os valores mais acentuados dentro de uma mesma mistura foram identificados nas sinterizações nas temperaturas mais elevadas. Se comparadas as misturas, aquelas que apresentaram as maiores retrações e perdas de massa foram as misturas com maiores adições de Si, indicando que parte do Si aditivado foi fundido e retirado do interior da amostra.

Tabela 4.13 – Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 2.

CP	Retração volumétrica (%)	Retração linear (altura) (%)	Retração Linear (diâmetro) (%)	Perda de massa (%)
S1.05_1800 °C	11,76%	1,29%	5,44%	9,44%
S1.05_1950 °C	7,00%	2,39%	2,44%	9,74%
S1.15_1800 °C	10,53%	1,55%	4,67%	16,15%
S1.15_1950 °C	21,05%	5,36%	21,05%	18,83%
S1.15_2100 °C	23,79%	5,49%	23,79%	18,77%
S1.15_2000 °C	27,04%	7,56%	27,04%	22,87%
S1.25_1800 °C	20,44%	0,31%	10,67%	25,58%
S1.25_1950 °C	19,66%	-0,43%	10,56%	24,73%
S1.25_2100 °C	14,13%	1,11%	6,82%	24,95%
S1.25_2000 °C	9,54%	0,00%	4,90%	22,21%
S2.00_1800 °C	43,72%	14,07%	19,11%	14,14%
S2.00_1950 °C	51,63%	19,90%	22,27%	19,12%
S2.00_2100 °C	50,33%	16,23%	23,00%	21,50%
S2.00_2000 °C	50,50%	15,20%	23,58%	17,18%
S2.05_1800 °C	50,51%	17,31%	22,64%	20,12%
S2.05_1950 °C	48,03%	13,60%	22,44%	20,55%
S2.05_2100 °C	48,03%	13,60%	22,44%	20,55%
S2.05_2000 °C	49,20%	15,06%	22,67%	18,41%
S2.15_1800 °C	40,42%	11,63%	17,89%	16,66%
S2.15_1950 °C	44,61%	10,93%	21,15%	20,91%
S2.15_2100 °C	41,57%	10,68%	19,11%	21,61%
S2.15_2000 °C	45,30%	12,85%	20,78%	19,31%
S2.25_1800 °C	43,20%	13,90%	18,78%	20,42%
S2.25_1950 °C	49,64%	18,06%	21,61%	23,72%
S2.25_2100 °C	49,06%	17,46%	21,44%	27,10%
S2.25_2000 °C	51,37%	19,45%	22,33%	22,18%

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

Na Tabela 4.14, estão compilados os dados relativos à retração e à perda de massa dos corpos de prova (CP) prismáticos hexagonais sinterizados na Etapa 3. Conforme observado nos dados de densidade, os CPs contendo a composição S2 exibiram taxas de retração substancialmente superiores em comparação aos fabricados com a composição S1. Este fenômeno foi consistente ao longo de todas as três etapas de sinterização.

É interessante notar que, em contraste com a Etapa 2, a perda de massa manteve-

se praticamente inalterada entre as amostras, independentemente da quantidade de Si adicionado. Duas variáveis podem ter influenciado este comportamento. Primeiramente, as sinterizações da Etapa 3 foram realizadas com as peças imersas em um leito de pó, diferentemente das Etapas 1 e 2, onde os CPs foram simplesmente colocados sobre um leito de SiC de granulometria mais elevada.

O segundo fator está relacionado à geometria do material. Os CPs de formato hexagonal apresentaram espessuras aproximadamente cinco vezes maiores do que os CPs cilíndricos. Esta diferença geométrica pode ter atuado como uma barreira para a evaporação ou remoção do Si a partir do interior das amostras, contribuindo para a estabilização dos valores de perda de massa observados.

Tabela 4.14 – Resultados de retração e perda de massa para as amostras sinterizadas na Etapa 3.

CP	Retração volumétrica (%)	Retração linear (altura) (%)	Retração Linear (diâmetro da circunferência inscrita) (%)	Perda de massa (%)
S1.15_1950 °C	10,23%	2,57%	3,6%	7,31%
S2.00_1950 °C	49,18%	18,85%	20,29%	10,93%
S2.05_1950 °C	47,33%	16,85%	19,41%	11,90%
S2.15_1950 °C	40,74%	15,07%	16,07%	11,54%
S2.25_1950 °C	37,24%	13,46%	14,43%	11,96%

S1 – SiC sem aditivos comerciais e S2 – SiC aditivado comercialmente.

De maneira geral, todas as amostras evidenciaram uma perda de massa, um fenômeno amplamente documentado na literatura para sinterizados de carbetos de silício (GULBRANSEN; JANSSON, 1972). No contexto das composições examinadas na Etapa 3, destaca-se o caso da amostra S1.15. Esta particular composição manifestou uma redução de massa, que pode ser atribuível às seguintes reações químicas:

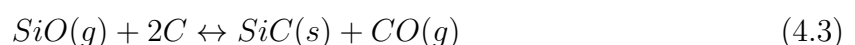
a) O SiO_2 é o principal contaminante na superfície do SiC, além de ser produto da oxidação do Si, podendo gerar os seguintes gases:

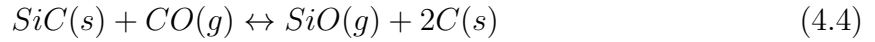


b) O carbono do cadinho pode reagir com 2SiO_2 , ocasionando na seguinte reação:



c) Pode ocorrer a oxidação do SiC com $\text{CO}(g)$ ou SiO , gerando as seguintes reações:





Para as amostras confeccionadas com base no pó S2, além das reações anteriormente listadas, outras reações decorrentes da presença de aditivos de sinterização têm sido discutidas na literatura por diversos pesquisadores (BAUD *et al.*, 2003; FALK, 1997; LEE *et al.*, 1996). Conforme observado por Chen *et al.* (2022), as principais fases gasosas formadas são Al(g), Al₂O(g), SiO(g) e CO(g). Fases como Y(g) e YO(g) surgem em quantidades menores e tendem a diminuir ainda mais com a formação de compostos resultantes da interação entre o Y₂O₃ e o Al₂O₃. As reações potencialmente presentes nesse sistema são as seguintes:

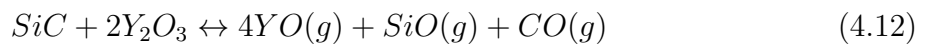
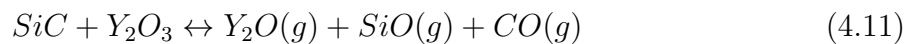
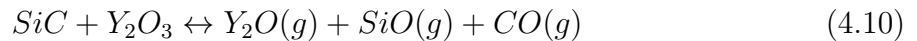
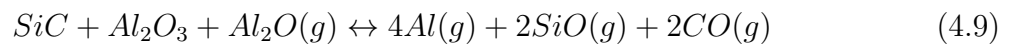
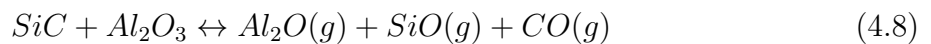
a) A Alumina do S2 pode sublimar pela seguinte reação:



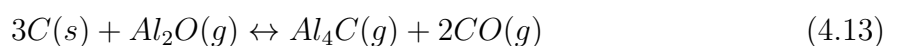
b) Pode haver vaporização da ítria do S2, conforme as reações:



c) O SiC pode reagir com os aditivos presentes:



d) Pode ocorrer oxidação do SiC com o Al₂O da seguinte forma:



Como discutido anteriormente, vários mecanismos contribuíram para a perda de massa dos compósitos prensados, especialmente aqueles desenvolvidos para aplicações balísticas na Etapa 3. No entanto, ao comparar as perdas de massa nas amostras aditivadas com variações de 0 a 25% em volume de silício, observa-se que a perda de massa se manteve relativamente estável, independentemente do nível de aditivação. Esse fenômeno é corroborado pela análise dos difratogramas e dos mapas de espectroscopia por dispersão de energia de raios X (EDS), os quais confirmaram a presença de resíduos de silício após a sinterização do material.

Conforme apresentado no item 3.3.5, foram realizados testes complementares com misturas fabricadas a partir de pó S1, com a intenção de reproduzir resultados obtidos por meio de processos RBSC. Os resultados de perda de massa e retração estão apresentados na Tabela 4.15. Da análise dos resultados, para as 3 situações, houve expansão do material, efeito oposto à densificação do material. A perda de massa foi minimizada à medida que o Si foi adicionado à mistura após a mistura do SiC com o grafite, no entanto, para todas as situações, as peças permaneceram quebradiças e não apresentaram resistência necessária para a realização de ensaios mecânicos.

Tabela 4.15 – Resultados de variação volumétrica e perda de massa dos testes complementares com mistura a partir de S1.

CP	Temperatura de sinterização (°C)	Varição volumétrica (%)	Varição linear (altura) (%)	Varição Linear (diâmetro da circunferência inscrita) (%)	Perda de massa (%)
SiC + (Si + C)	1950	+37,57%	+18,36%	+7,81%	9,78%
(SiC + C) + Si	1950	+30,00%	+12,73%	+7,39%	1,75%
(SiC + C) + (Si)	1450	+34,50%	+15,82%	+7,76%	2,40%

4.2.5 Resistência à Flexão

Na Figura 4.38 são apresentados os resultados do ensaio de resistência à flexão para o CP S1.15. Como a amostra não atingiu os estágios finais de sinterização, o resultado foi muito inferior às amostras onde foram utilizados o pó S2. No pó S2, a adição de Si resultou na redução dos valores de resistência à flexão, enquanto a amostra S2.00 apresentou o resultado de 282,88 MPa, todas as demais composições apresentaram valores significativamente inferiores. O grupo S2.25 apresentou os menores valores de resistência à flexão, com média de 200,81 MPa. A alta adição de Si reduziu consideravelmente a resistência à flexão da cerâmica de SiC, principalmente pelo fato das amostras terem apresentado porosidade superior às sem adição de SiC.

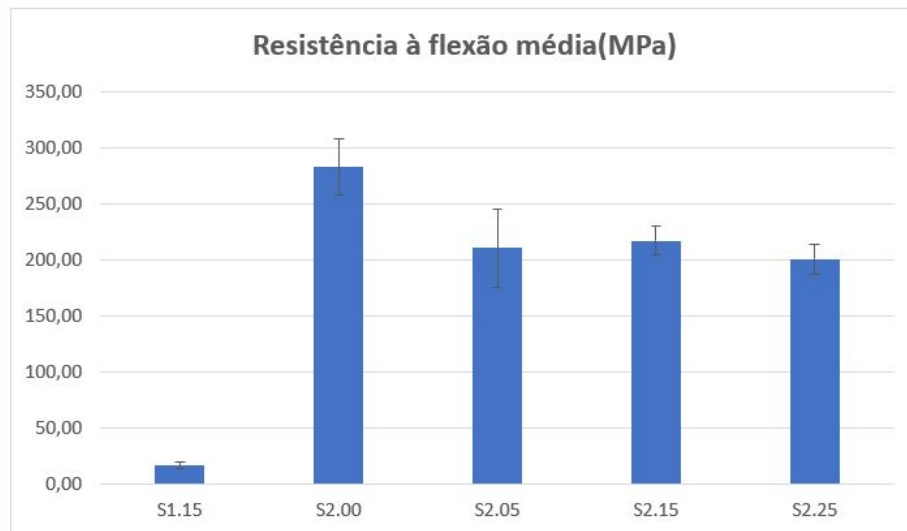


Figura 4.38 – Resultados da tensão média de flexão para amostras sinterizadas à 1950 °C na Etapa 2 de sinterizações.

4.2.6 Módulo de Elasticidade

Conforme detalhado na Figura 4.39, os dados oriundos do ensaio de excitação por impulso forneceram os Módulos de Elasticidade (E) para as amostras em questão. Tal como ocorrido nos testes de flexão, a composição S1.15 mostrou-se significativamente inferior às amostras que utilizaram o pó S2, evidenciando que o aumento da temperatura de sinterização de 1950 °C para 2100 °C não foi suficiente para melhorar esta propriedade mecânica.

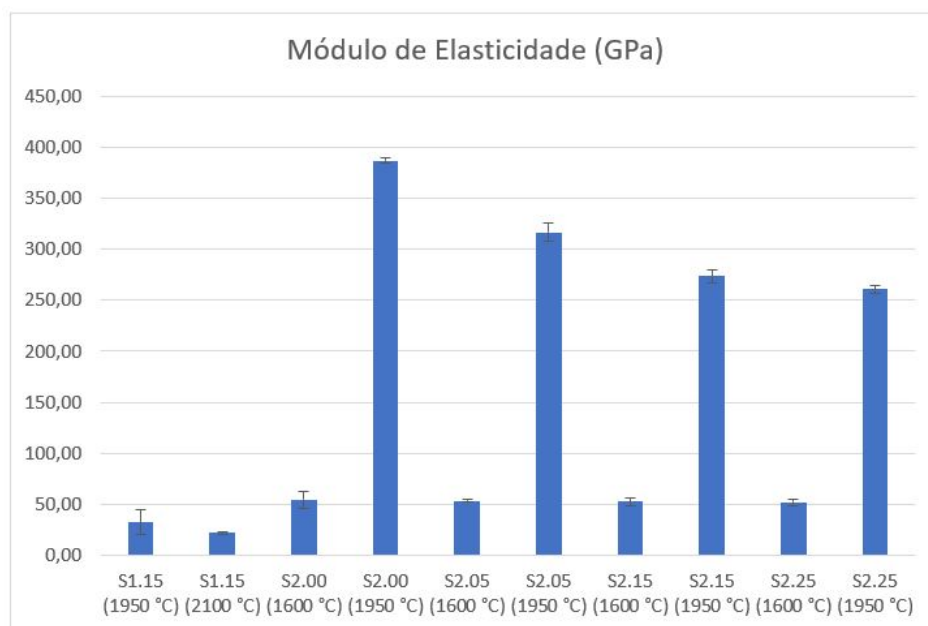


Figura 4.39 – Valores do Módulo de Elasticidade (E) obtidos pelo ensaio de excitação por impulso.

Em relação às amostras produzidas com o pó S2, observou-se que a adição de silício levou a uma diminuição nos valores de E. No entanto, todas as composições testadas apresentaram valores de E superiores a 250 GPa. É importante salientar que as etapas finais do processo de sinterização se mostraram cruciais para alcançar propriedades mecânicas desejáveis, como evidenciado pela diferença nos valores de E obtidos nas temperaturas de 1600 °C e 1950 °C.

Com os resultados obtidos para o módulo de elasticidade (FIG. 4.39) e para ρ_g sinterizado (Tabela 4.11), foi possível calcular a velocidade sônica longitudinal (C_0) do material e a impedância de choque do material (Z), conforme apresentado na Tabela 4.16. Nota-se que os valores obtidos para a amostra S1.15 são muito inferiores aos valores obtidos para as amostras fabricadas a partir de S2, que por sua vez apresentaram pouca variação da velocidade sônica longitudinal, independentemente da adição de Si, estando os valores obtidos de acordo com os valores encontrados na literatura, conforme foi apresentado na Tabela 2.10. Os valores da impedância de choque diminuíram conforme a aditivação de silício, fruto principalmente da redução da densidade do material. Materiais com alta impedância de choque tendem a ser bons em refletir ondas de choque, o que é uma característica desejável em blindagens balísticas. No entanto, uma alta impedância de choque também pode ser associada a uma maior probabilidade de fissuração ou delaminação, o que poderia comprometer a integridade estrutural do material.

Assim, embora uma alta impedância de choque possa ser benéfica para a eficácia balística, ela não é o único fator a considerar.

Tabela 4.16 – Valores obtidos para velocidade sônica longitudinal das amostras.

Amostra	Velocidade sônica longitudinal C_0 ($\mu\text{m/s}$)	Impedância de choque Z ($\text{kg/m}^2\text{s}$)
S1.15	4,14	$7,75 \times 10^6$
S2.00	11,25	$34,41 \times 10^6$
S2.05	10,43	$30,36 \times 10^6$
S2.15	10,26	$26,67 \times 10^6$
S2.25	10,34	$25,23 \times 10^6$

4.2.7 Dureza Vickers

Na Figura 4.40 pode-se observar que a adição de Si à composição do SiC influenciou na dureza da cerâmica de SiC. As adições de 15 e 25 %vol de Si na composição do SiC resultaram em aumento da dureza. Os valores de dureza atingiram o valor máximo na amostra S2.15 e depois apresentaram redução na dureza para a amostra S2.25. Esta redução nos valores de dureza para S2.25 é devido ao alto teor de Si. Um alto teor de aditivos de sinterização pode resultar na formação de uma microestrutura grosseira com uma grande quantidade de fase líquida acomodada nos contornos de grão. Essas fases

presentes nos contornos de grão possuem dureza menor que o SiC, reduzindo a dureza do material.

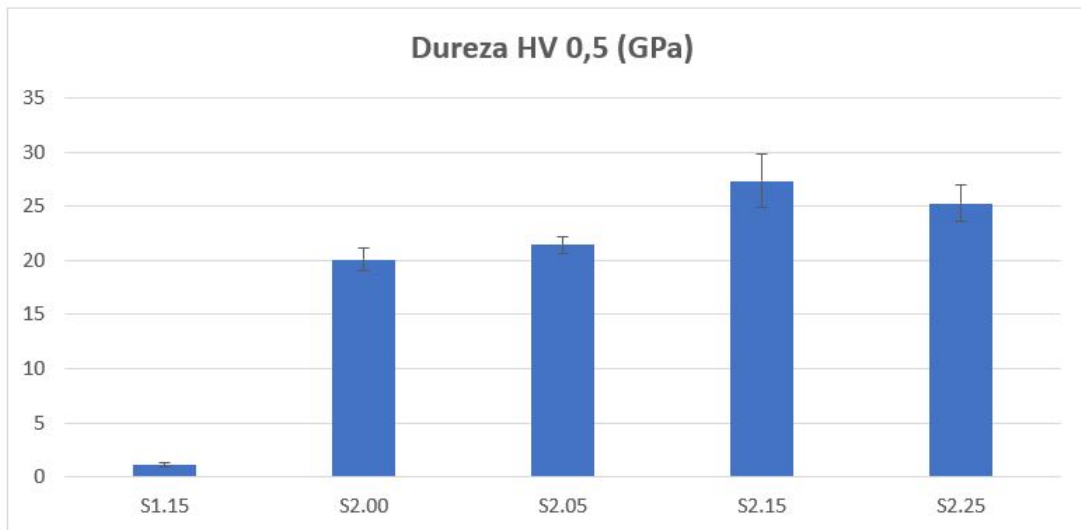


Figura 4.40 – Resultados de dureza HV 0,5.

As amostras S1.15 apresentaram grande dificuldade para medição da dureza, tanto que os valores medidos são muito menores do que as demais, assim como foi constatado nos demais ensaios mecânicos, corroborando com o fato que as amostras não chegaram ao estágio final de sinterização, apresentando alta porosidade. Na Figura 4.41 é possível observar a indentação com 0,5 kgf na amostra S1.15.

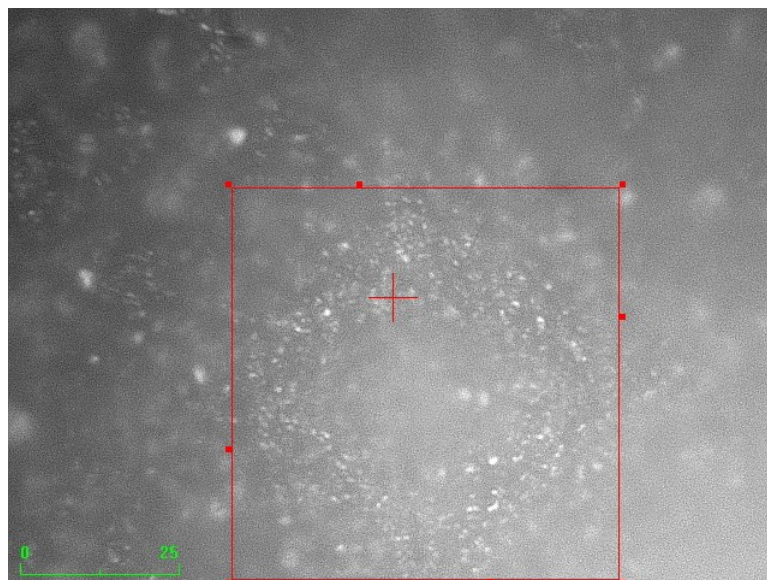


Figura 4.41 – Indentação HV 0,5 em amostra S1.15.

Além de HV 0,5, foram realizadas as durezas HV 0,2, HV 1,0 e HV 2,0. No entanto, em consonância com os testes realizados em SiC observados na literatura (NASTIC *et al.*, 2015), optou-se por adotar como os valores das durezas dos materiais, os testes realizados

com 0,5 kgf. Medidas realizadas com cargas menores que essa tendem a apresentar alto percentual de recuperação elástica da indentação. Já para valores de carga superiores a 0,5 kgf, foi observado o trincamento da superfície da amostra nos vértices das indentações, para S2.00 e S2.05, e, para as amostras S2.15 e S2.25, foi observado um trincamento nas arestas, que acaba dissipando a energia da indentação, ocasionando em leituras menores dos valores de dureza (Figura 4.42). Os valores de dureza HV 0,5, para todas as amostras fabricadas a partir do pó S2 apresentaram valores dentro dos limites da literatura, entre 20 e 27 GPa (LIMA, 2006), e ainda significativamente acima superiores aos valores indicados para materiais cerâmicos para aplicação balística, acima de 15 GPa (NASTIC *et al.*, 2015).

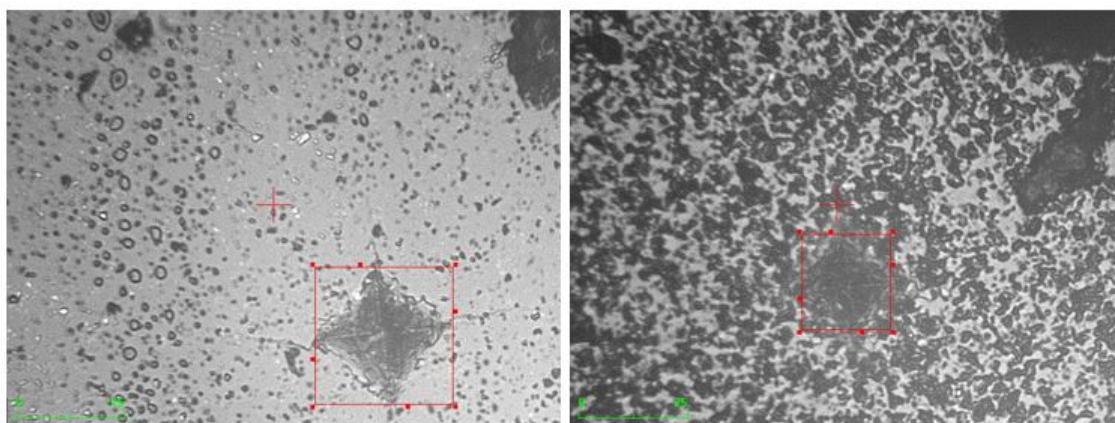


Figura 4.42 – (a) trincas radiais apresentadas na amostra S2.05 e (b) deformação nas arestas apresentadas na amostra S2.25.

4.2.8 Dureza Knoop

Os resultados das medições de dureza Knoop realizados nas amostras fabricadas a partir do pó S2 sob as cargas de 0,1, 0,2, 0,5 e 1,0 kgf são apresentados nas Figura 4.43. As indentações de dureza Knoop nas amostras fabricadas a partir do pó S1 não ficaram legíveis, não sendo possível a sua determinação.

A dureza Knoop é muito utilizada para avaliação de materiais frágeis, pelo fato da geometria do penetrador, que permite em uma área de contato inferior à área da dureza Vickers, com uma diagonal maior e de leitura mais fácil. No entanto, embora a dureza seja uma característica intrínseca do material, os valores de HV e HK para cargas semelhantes tendem a apresentar diferenças em média até 15% superiores para HV (GHORBAL *et al.*, 2017). A diferença entre os valores é atribuída à recuperação elástica ocorrida na penetração Knoop. Enquanto as diagonais de penetração permanecem praticamente inalteradas após a remoção da carga na dureza Vickers, na penetração Knoop ocorre um deslocamento radial das bordas de impressão dentro da área de contato (GHORBAL *et al.*, 2017).

A dependência dos valores de dureza com a carga é notada geralmente em baixas cargas. Nessas condições, o valor da dureza tende a cair com o aumento da carga, até

tornar-se constante. Este efeito é chamado de ISE (“*indentation size effect*” – efeito da carga de indentação).

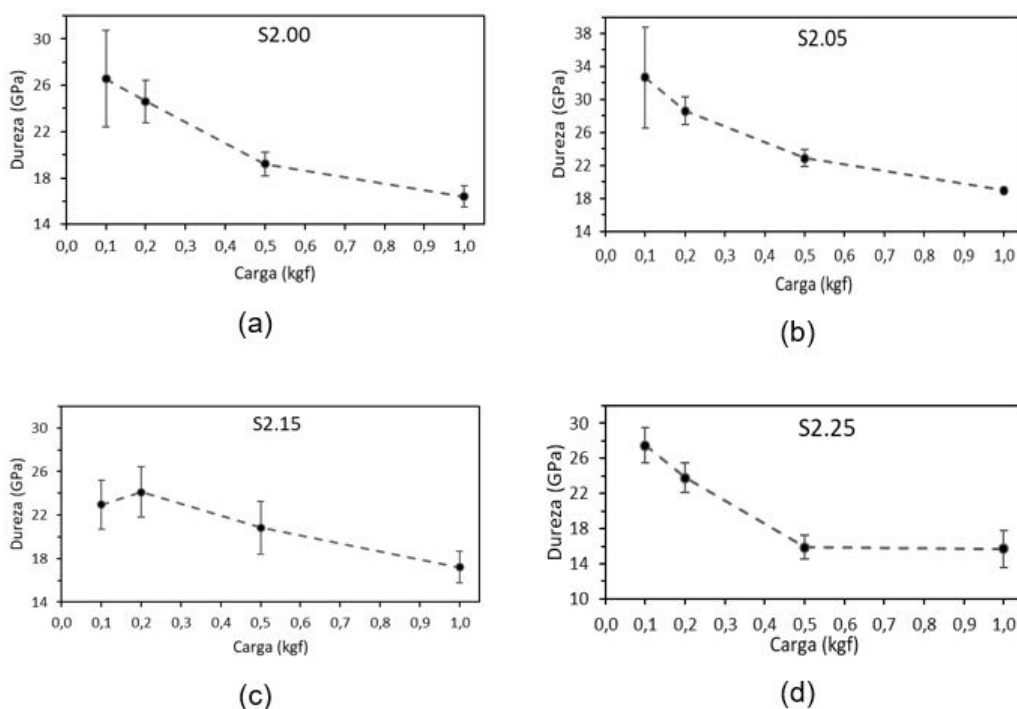


Figura 4.43 – Resultados de dureza Knoop para as amostras (a) S2.00, (b) S2.05, (c) S2.15 e (d) S2.25.

Conforme observado na Figura 4.43 em todas as amostras testadas, praticamente não há variação significativa dos valores para as medições de dureza acima de 0,5 kgf.

4.2.9 Dureza Rockwell A

Conforme discutido na seção 3.5.1, embora não haja uma norma estabelecida para a condução de testes de dureza HRA em materiais cerâmicos, esta metodologia tem sido frequentemente empregada por diversos pesquisadores, especialmente em estudos voltados para aplicações balísticas (ULLNER *et al.*, 2001; KIM; KIM, 2002; MEDVEDOVSKI; SARKAR, 2004). A razão para sua ampla utilização reside na simplicidade e eficácia do procedimento experimental.

Os dados de dureza HRA para as amostras derivadas das composições com o pó S2 são apresentado na Figura 4.44. As análises em amostras originadas de S1 não puderam ser concluídas, já que essas amostras fraturaram inteiramente sob uma carga de penetração de 60 kgf.

Na avaliação dos resultados de dureza HRA, observa-se uma estabilidade nos valores entre as amostras S2.00, S2.05 e S2.15. Contudo, a composição S2.25 manifestou uma ligeira diminuição em sua dureza em comparação com as outras amostras. Esta constatação

é particularmente interessante quando comparada com os dados obtidos através do ensaio de dureza Vickers (HV 0,5), onde a amostra S2.25 exibiu valores superiores de dureza.

Essa discrepância pode ser atribuída principalmente à influência dos poros na superfície das amostras. Conforme demonstrado anteriormente, amostras com níveis mais elevados de adição de silício apresentaram porosidades maiores. No teste de microindentação Vickers, a indentação é geralmente realizada em áreas com menor presença de poros para garantir leituras mais precisas. No entanto, o método de dureza Rockwell não oferece a opção de evitar áreas porosas, o que impactou negativamente as amostras com maior teor de silício aditivado, devido à prevalência de poros em sua estrutura. Assim, para fins comparativos, a dureza Rockwell parece ser um método mais adequado para caracterização de materiais heterogêneos (MEDVEDOVSKI; SARKAR, 2004).

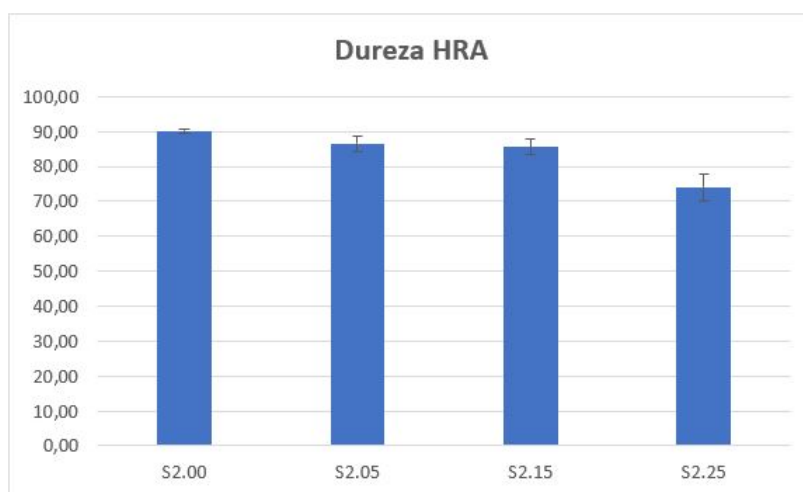


Figura 4.44 – Resultados de dureza HRA para as amostras fabricadas a partir do pó S2.

4.2.10 Relação Dureza/Densidade

Além das propriedades mecânicas, a densidade do material deve ser considerada. Nesse aspecto, uma menor densidade é benéfica para a aplicação do material, indicando que o peso final de componentes com a mesma espessura será menor para as composições com densidades reduzidas. Assim, as amostras S2.15 e S2.25 apresentaram densidades significativamente inferiores às amostras com menor adição de Si.

Ashby e Cebon (1993) desenvolveu uma ferramenta conceitual para orientar a seleção de materiais para aplicação balística. A ferramenta emprega índices de desempenho para descrever o desempenho dos materiais. Para esse tipo de aplicação, o peso é uma consideração importante, sendo preferível uma densidade mais baixa. Por outro lado, a dureza é outro fator relevante, já que o material cerâmico é responsável pela fragmentação do projétil no momento do impacto; para tal, sua dureza deve ser significativamente superior à da ponta do projétil. Como tanto a dureza quanto a densidade são parâmetros

importantes para avaliar o desempenho balístico da cerâmica, Liu, Tuan e Chen (2013) propuseram um índice de desempenho, considerando a relação dureza/densidade, para classificar o desempenho balístico da cerâmica para aplicação em coletes à prova de balas.

A relação dureza/densidade atua como um índice direto para classificar a cerâmica para aplicação balística. A Figura 4.45 mostra que o desempenho das composições tratadas neste estudo é superior ao de muitas outras cerâmicas, como alumina, RBSC, e carbeto de boro ligado por reação (*Reaction Bonded Boron Carbide* – RBBC).

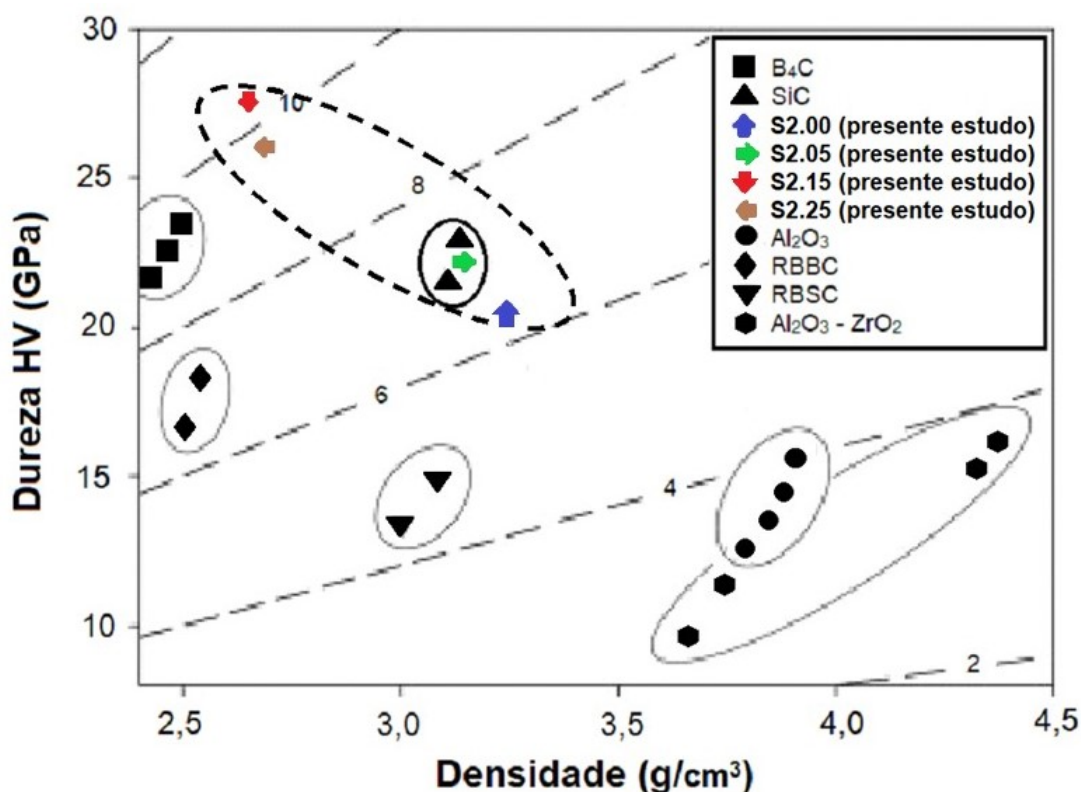


Figura 4.45 – Gráfico da relação dureza/densidade de cerâmicas de aplicação balística.

Embora os SBM compostos pelas cerâmicas S2.00 e S2.05 tenham apresentado menores deformações BFD, os SBM compostos pelas cerâmicas S2.15 e S2.25 exibiram melhor relação dureza/densidade, portanto, é possível afirmar que as soluções aditivadas com Si possuem excelente potencial para aplicação balística, visto que suas propriedades são superiores a diversos materiais balísticos relatados na literatura.

4.2.11 Tenacidade à Fratura

Na Tabela 4.17 são apresentados os resultados de K_{IC} para as amostras testadas. Não foi possível realizar o teste nas amostras com maiores percentuais de adição de Si, S2.15 e S2.25, em virtude da alta porosidade do material.

Tabela 4.17 – Resultados de K_{IC} para as amostras testadas.

CP	K_{IC} (Anstis) (MPa.m ^{1/2})	K_{IC} (Niihara) (MPa.m ^{1/2})	K_{IC} (Liang) (MPa.m ^{1/2})
S2.00	4,60 ± 1,43	6,26 ± 1,94	4,23 ± 1,13
S2.05	5,14 ± 0,40	7,17 ± 1,45	4,37 ± 0,66
S2.15	NR	NR	NR
S2.25	NR	NR	NR

NR – não realizado por falta de trinca de indentação.

As amostras designadas como S2.15 e S2.25 não exibiram trincas induzidas por indentação, mesmo quando sujeitas a uma força máxima de 2,0 kgf por 30 segundos, que é o limite de capacidade da máquina de microindentação utilizada. Os resultados obtidos para a tenacidade à fratura são consistentes com dados publicados anteriormente. Lima (2006) relatou um valor de 8,18 MPa.m^{1/2} para uma amostra de SiC aditivada com Al₂O₃ e Y₂O₃. De forma similar, Lee, Kim e Kim (1994) e Padture e Lawn (1994) alcançaram valores de 8,3 e 8,0 MPa · m^{1/2}, respectivamente, em experimentos sob condições comparáveis.

É importante salientar que uma comparação direta dos valores de K_{IC} obtidos neste estudo com aqueles reportados na literatura requer consideração meticulosa. Métodos de medição distintos levam a resultados variáveis, que são aplicáveis apenas às condições específicas da técnica em questão, conforme estabelecido pela norma ASTM C 1421-01b. Quando se utiliza o método IF, a documentação das cargas aplicadas e a caracterização por meio das curvas de tenacidade frequentemente não são fornecidas (QUINN; BRADT, 2007). Este método em particular é conhecido por sua ampla variação nos resultados, que pode chegar a uma faixa de 30 a 40% (LAWN; MARSHALL, 1979). Portanto, os valores derivados desta investigação são estritamente aplicáveis às amostras testadas e às condições experimentais específicas empregadas.

Da análise dos valores apresentados na Tabela 4.17, observa-se que não houve variação significativa nos resultados de S2.00 e S2.05, observa-se ainda, considerando as 3 equações utilizadas, que os valores de S2.05, embora estejam dentro das faixas de tolerância, ficaram acima dos valores de S2.00, indicando uma tendência de aumento da tenacidade à fratura para amostra que foi aditivada com silício.

4.2.12 Testes Balísticos

Nas Tabelas 4.18 e 4.19, são exibidos os dados derivados dos ensaios balísticos conduzidos em amostras sinterizadas, utilizando munições de calibres 7,62x39 mm MSC (M43) e 5,56 x 45 mm SS109, respectivamente.

A amostra S1.15 também passou pelo exame balístico. No entanto, observou-se penetração total do projétil balístico em todos os disparos efetuados. A Figura 4.46 ilustra

o projétil após três impactos, onde se nota que o projétil atravessou não apenas a camada cerâmica, mas também a camada de polietileno de ultra alto peso molecular e o material de suporte PR1. É importante mencionar que a onda de choque gerada no impacto ocasionou a fragmentação dos insertos cerâmicos adjacentes à zona de impacto.

Esses resultados já eram esperados para a composição S1.15, visto que todas as propriedades mecânicas levantadas dessa composição ficaram muito aquém das desejáveis para um material de aplicação balística.

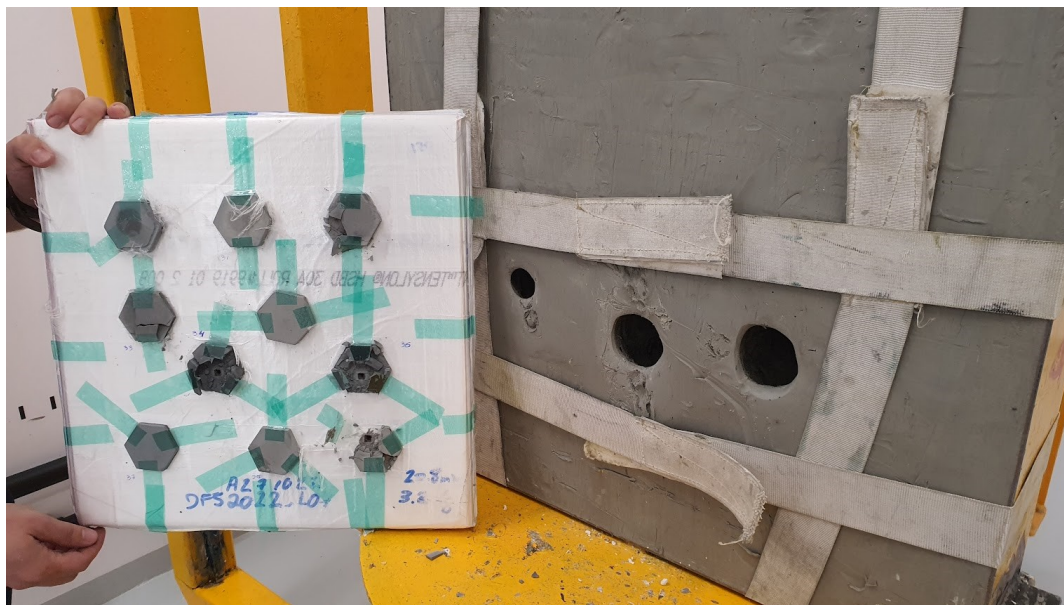


Figura 4.46 – Teste balístico da amostra S1.15.

Tabela 4.18 – Penetração BFD em milímetros para os ensaios balísticos sob o calibre 7,62x39 mm MSC (M43).

Espessura CP (mm)	S2.00	S2.05	S2.15	S2.25
6,5	12,7	16,7	19,2	16,7
5,5	18,5	17,4	24,1	24,3
3,5	15,8	17,7	24,3	24,7

Tabela 4.19 – Penetração BFD em milímetros para os ensaios balísticos sob o calibre 5,56 x 45 mm SS109.

Espessura CP (mm)	S2.00	S2.05	S2.15	S2.25
8,0	6,1	10,5	15,4	17,1
7	9,9	10,5	15,3	17,2
5,5	6,8	9,9	20,5	19,3
3,5	19,3	21,9	25,5 (P)	20,3 (P)
2,8	18,7	24,6		

Para fins de comprovação de eficácia dos insertos cerâmicos, foram realizados disparos na placa de polietileno de ultra alto peso molecular, que como pode ser observado na Figura 4.47, foi penetrado por completo.



Figura 4.47 – Teste realizado na placa de polietileno de ultra alto peso molecular, sem o inserto cerâmico.

Conforme observado nas Tabelas 4.18 e 4.19, as composições S2.00, S2.05, S2.15 e S2.25 foram testadas contra os dois calibres especificados: 7,62x39 mm MSC (M43) e 5,56 x 45 mm SS109. No caso do calibre 7,62x39 mm MSC (M43), todas as amostras exibiram desempenho balístico satisfatório. Segundo os critérios estabelecidos, o limite máximo de penetração em plastilina foi fixado em 44 mm. Dentro desse contexto, a amostra S2.25 registrou a maior penetração, com um trauma de 24,7 mm, conforme apresentado na Tabela 4.18. Esses níveis reduzidos de trauma, aproximadamente 50% inferiores ao limite máximo estabelecido, indicam que o material não apenas oferece proteção balística eficaz, mas também minimiza potenciais lesões nos usuários. Na Figura 4.48 é possível observar o trauma causado em PR1 sob o impacto da munição 7,62x39 mm MSC (M43).

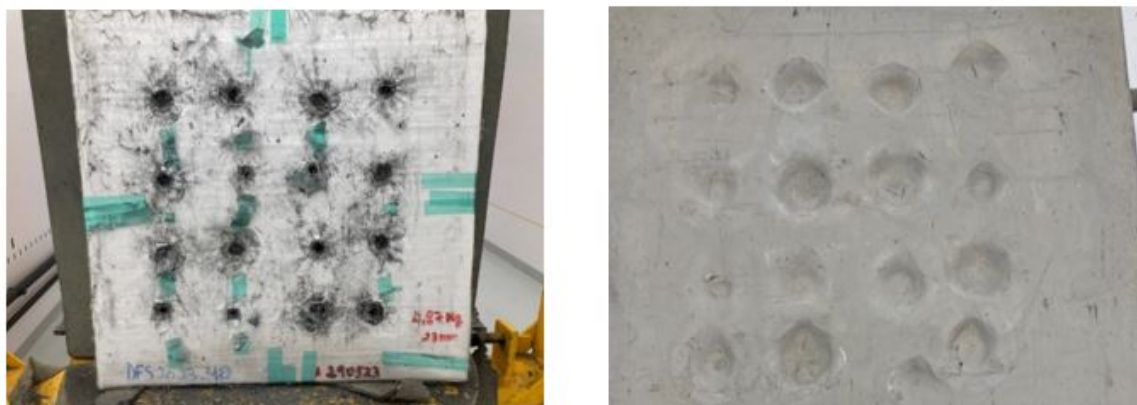


Figura 4.48 – (a) placa SBM após os impactos balísticos e (b) penetração BFD no material de apoio PR1.

Nos ensaios com o calibre 5,56 x 45 mm SS109, conforme detalhado na Tabela 4.19 todas as amostras com espessura de inserto cerâmico de 5,5 mm exibiram desempenho balístico adequado. Entretanto, ao avaliar as placas cerâmicas com espessura de 3,5 mm, notou-se que uma entre as cinco amostras testadas para a composição S2.15 e duas das cinco amostras da composição S2.25 sofreram penetração completa. Dessa forma, apesar da maioria dos impactos ter sido eficazmente mitigada pelo SBM, o desempenho é considerado insatisfatório. Isso ocorre porque, de acordo com a norma NIJ 0101.07, qualquer forma de penetração completa é inadmissível para a aprovação de um sistema balístico.

As amostras de composições S2.00 e S2.05 também foram submetidas a testes com insertos cerâmicos de espessura reduzida, especificamente 2,8 mm. Notavelmente, mesmo com essa limitada espessura, o desempenho balístico revelou-se satisfatório.

Na Tabela 4.20 são apresentados os resultados de uma extrapolação do peso de uma placa *stand alone* do tipo *full cut* de dimensões 10 x 12 polegadas, levando em consideração as soluções cerâmicas desenvolvidas e o polietileno de ultra alto peso molecular utilizado da empresa DuPont. Em laranja estão destacados os pesos dos materiais que foram considerados insatisfatórios nos testes balísticos, em verde estão destacados os pesos dos SBM que foram considerados satisfatórios nos testes balísticos, em azul são destacadas as soluções que além de serem consideradas satisfatórias nos testes balísticos, apresentam o peso final inferior à maioria das soluções apresentadas no mercado. Considerando as diversas opções apresentadas no mercado, foi adotado que o peso de 2,7 Kg por placa pode ser considerado como uma solução “ótima”. Observa-se que todas as misturas fabricadas a partir de S2 possuem soluções que apresentam peso reduzido quando comparados aos demais materiais existentes no mercado.

Tabela 4.20 – Peso SBM (kg) para cada espessura de solução de inserto cerâmico desenvolvido.

Peso SBM (kg) para cada espessura de solução de inserto cerâmico desenvolvido						
Solução/ espessura	8,0 mm	7,0 mm	6,5 mm	5,5 mm	3,5 mm	2,8 mm
S1.15	2,512	2,372	2,301	2,161	1,88	1,782
S2.00	3,226	2,996	2,882	2,652	2,193	2,032
S2.05	3,139	2,920	2,811	2,592	2,155	2,002
S2.15	2,952	2,757	2,659	2,464	2,073	1,937
S2.25	2,852	2,669	2,578	2,395	2,030	1,902

Na Tabela 4.21 são apresentados alguns produtos encontrados no mercado, alguns deles carecem de maiores informações quanto às suas matérias primas, mas servem como dados comparativos para as soluções desenvolvidas nesta tese. Possivelmente as placas com peso abaixo de 2,0 Kg possuem insertos cerâmicos de B_4C , visto o custo muito superior aos demais itens. Os valores apresentados foram retirados dos sites dos fabricantes, não sendo levado em consideração possíveis impostos de importação e custos de transporte.

Tabela 4.21 – Placas *stand alone* disponíveis no mercado.

Fabricante	Origem	Peso (kg)	Proteção	Preço (US\$)	Inserto Cerâmico
UARM Protection	EUA	3,4	III++	329	Al_2O_3
United Shield International	Inglaterra	3,14	III++	350	NI
Combat System	Rep Tcheca	2,87	III++	496	SiC
Hoplite Armor	EUA	2,78	III++	472	Al_2O_3
UARM Protection	EUA	2,54	III++	512	SiC
Cerberus	África do Sul	1,9	III++	850	NI
UARM Protection	EUA	1,6	III++	1117	B_4C
Cerberus	África do Sul	1,5	III++	1109	NI

NI – Não informado.

4.2.13 Resumo dos Resultados Obtidos

Na Tabela 4.22 são apresentados os principais resultados para as composições desenvolvidas neste trabalho. Entre parêntesis, são ordenados os resultados encontrados em ordem decrescente (do melhor para o pior) dos valores apresentados.

Tabela 4.22 – Resumo dos principais resultados obtidos.

Condição	Dureza Vickers 0,5 kgf (GPa)	Dureza HRA	E (GPa)	Resist. Flexão (MPa)	Menor espessura 7,62x39 mm (mm)	Menor espessura 5,56 x 45 mm (mm)	Peso da placa SBM (Kg) (1)
S1.15	1,73 (5)	- (5)	32,10 (5)	16,11 (5)	- (5)	- (5)	- (5)
S2.00	20,06 (4)	90,16 (1)	387,03 (1)	282,88 (1)	3,5 (1)	2,8(1)	2.032 (2)
S2.05	21,42 (3)	86,53 (2)	316,72 (2)	210,60 (3)	3,5 (1)	2,8 (1)	2.002 (1)
S2.15	27,30 (1)	85,55 (3)	273,05 (3)	216,70 (2)	3,5 (1)	5,5 (3)	2.464 (4)
S2.25	25,27 (2)	74,08 (4)	260,80 (4)	200,81 (4)	3,5 (1)	5,5 (3)	2.395 (3)

(1) Peso da placa SBM (25 x 30 cm) de menor espessura aprovada para os 2 calibres testados.

5 CONCLUSÕES

O aprimoramento de placas balísticas capazes de resistir a ameaças emergentes tem sido um foco crítico para as Forças Armadas. Este cenário ganhou relevância adicional devido aos recentes critérios estabelecidos pelo Ministério da Defesa e pelo Exército Brasileiro. O mercado nacional, atualmente, não atende às demandas para fabricação de sistemas balísticos alinhados aos padrões prescritos pelo MD para as FA.

Aspectos como mobilidade em combate, nível de proteção, área de cobertura e peso do material são fatores decisivos na seleção de equipamentos para operações militares. A tendência atual favorece sistemas que proporcionam maior mobilidade, ao mesmo tempo que oferecem proteção eficaz contra munições de alta energia cinética. Nesse contexto, o presente estudo introduziu com sucesso soluções balísticas de origem nacional, especificamente materiais do tipo SBM, adequados para a composição de placas autônomas em coletes táticos.

Com base nos experimentos realizados, as seguintes conclusões foram obtidas:

- 1) A adição de silício ao carbetto de Silício, sem outros aditivos (S1), não proporcionou a sinterização completa do material até temperaturas de 2100 °C. As amostras de CP hexagonais constituídas apenas de SiC e Si exibiram alta porosidade, baixa densificação (61%) e propriedades mecânicas substancialmente inferiores quando comparadas com outras misturas e não resistiram aos impactos balísticos.
- 2) Apesar disso, a adição de silício proporcionou uma maior densificação a verde permitindo um melhor manuseio dos CP.
- 3) Foram realizadas alternativas experimentais visando otimizar a adição de Si ao pó de SiC. Ambas as abordagens não obtiveram sucesso em melhorar as propriedades mecânicas dos CP, que após tratamentos térmicos apresentaram fragilidade e expansão volumétrica aumentada. Estes experimentos tiveram como referência o processo RBSC, tendo sido aditivado grafite em pó, como fonte de carbono, na tentativa de reação com o Si fundido no interior do material.
- 4) A estratégia implementada na Etapa 3, que consistiu em envolver as peças em um leito de pó durante o processo de sinterização, provou ser eficaz. Isso é evidenciado pela redução notável na perda de massa em comparação com as Etapas 1 e 2, tanto para as amostras derivadas de S1 quanto de S2. Além disso, os resultados sugerem que a geometria dos corpos de provas podem influenciar na eficiência da densificação através da retenção de silício no núcleo do material, conforme corroborado pelas análises de difração de raios X, imagens de MEV e análise de EDS.

- 5) A adição de Si nas amostras de SiC já enriquecido com alumina e ítria (S2) resultou em desempenho mecânico satisfatório. Os CP apresentaram boa densificação (entre 82% e 95%) e propriedades mecânicas significativamente melhoradas (E acima de 250 GPa, Resistência à Flexão acima de 200 GPa e HV 05 acima de 20 GPa), ultrapassando as características dos materiais de partida.
- 6) Os testes balísticos revelaram que todas as composições derivadas do pó S2 atingiram um desempenho satisfatório nos calibres testados em diversas espessuras do CP cerâmico. As composições S2.00 e S2.05 tiveram desempenho satisfatório para espessuras de até 2,8 mm.
- 7) A relação entre dureza e densidade dos materiais desenvolvidos superou os valores relatados na literatura para amostras fabricadas pelo método RBSC. O valor de densidade do CP sinterizado de até 2,44 g/cm³ é substancialmente inferior aos valores obtidos para cerâmicas balísticas fabricadas por RBSC, de 2,80 g/cm³. Apesar da maior porosidade observada em algumas amostras, o desempenho balístico se mostrou promissor, justificando futuras aplicações em placas *stand alone*.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sinterização das misturas fabricadas a partir do pó S1 em equipamento SPS adquirido por meio de Projeto FINEP em parceria de pesquisadores do IME, UFRGS e UFSC.

Utilizar técnicas avançadas de microscopia, como a microscopia eletrônica de transmissão (TEM), para examinar a microestrutura do SiC com diferentes níveis de adição de Si.

Empregar simulações numéricas e na Barra Hopkinson para entender a influência da adição de Si na resistência ao impacto e na dissipação de energia das placas balísticas.

Examinar a durabilidade e o desempenho do SiC com adição de Si sob diferentes condições ambientais para avaliar sua aptidão para uso prolongado.

Fazer uma análise de custo-benefício do uso de SiC com adição de Si, em comparação com outros materiais balísticos.

REFERÊNCIAS

- AALUND, R. **Programmable System and Method of Spark Plasma Sintering**. [S.l.]: Google Patents, 2010. US Patent App. 12/342,868.
- ABREU, G. da S.; SKURY, A. L. D. Um recorte sobre a tecnologia de sinterização por plasma pulsado (sps). **Exatas & Engenharias**, Institutos Superiores de Ensino do Censa, v. 5, n. 11, 2015.
- ALBERO, J. 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.
- ANDRASKAR, N. D.; TIWARI, G.; GOEL, M. D. Impact response of ceramic structures-a review. **Ceramics International**, Elsevier, 2022.
- ANSTIS, G.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of the American ceramic society**, Wiley Online Library, v. 64, n. 9, p. 533–538, 1981.
- Armor Express. **SPC - Soldier Plate Carrier**. 2023. Disponível em: <<https://www.armorexpress.com/federal-military-programs/>>.
- ASGHARZADEH, H.; EHSANI, N. Densification and microstructural evolutions during reaction sintering of sic-si-c powder compacts. **International Scholarly Research Notices**, Hindawi, v. 2011, 2011.
- ASHBY, M. F.; CEBON, D. Materials selection in mechanical design. **Le Journal de Physique IV**, EDP sciences, v. 3, n. C7, p. C7–1, 1993.
- ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. [S.l.]: Cengage Learning, 2023.
- BARSOUM, M. **Fundamentals of ceramics**. [S.l.]: CRC press, 2019.
- BAUD, S.; THÉVENOT, F.; PISCH, A.; CHATILLON, C. High temperature sintering of sic with oxide additives: I. analysis in the sic-al₂o₃ and sic-al₂o₃-y₂o₃ systems. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 23, n. 1, p. 1–8, 2003.
- BELLA, B. L. **HISTORIA ANTIGUA 16 - HEGEMONIA DE ROMA – 5 guadahumi**. 2017. [Http://babilonialabella.blogspot.com/2017/03/historia-antigua-16-hegemonia-de-roma-5.html](http://babilonialabella.blogspot.com/2017/03/historia-antigua-16-hegemonia-de-roma-5.html). 2017. Disponível em: <<http://babilonialabella.blogspot.com/2017/03/historia-antigua-16-hegemonia-de-roma-5.html>>.
- BELTRÃO, M. S. da S. **Avaliação dos Parâmetros Morfométricos de Cerâmicas Celulares Obtidas a Partir de Polímeros Organometálicos**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.
- BENZAÏT, Z.; TRABZON, L. A review of recent research on materials used in polymer-matrix composites for body armor application. **Journal of Composite Materials**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 52, n. 23, p. 3241–3263, 2018.

BHATNAGAR, A. **Lightweight ballistic composites: military and law-enforcement applications**. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2016.

BHATNAGAR, A. *Lightweight fiber-reinforced composites for ballistic applications*. Elsevier, 2018.

BRASIL. Portaria normativa nº 14/md, de 23 de março de 2018. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 2018. Disponível em: <<https://www.gov.br/mj/pt-br/assuntos/sua-seguranca/seguranca-publica/pro-seguranca/normas/nt-senasp-no-003-2021-coletes-de-protecao-balistica>>.

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

CANTO, R. B.; CARVALHO, J. d.; PURQUERIO, B. d. M.; SANTOS, N. C. d. Fabricação de moldes para prensagem isostática utilizando tecnologias cad/cae e prototipagem rápida. **Ciência & Engenharia/Science & Engineering Journal**, p. 61–67, 2004.

CARTER, C. B.; WILLIAMS, D. B. **Transmission electron microscopy: Diffraction, imaging, and spectrometry**. [S.l.]: Springer, 2016.

CHAWLA, K. K. **Composite materials: science and engineering**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.

CHEN, R.; BRATTEN, A.; RITTENHOUSE, J.; WEN, H. Effects of mechanically alloying al₂o₃ and y₂o₃ additives on the liquid phase sintering behavior and properties of sic. **Ceramics International**, Elsevier, v. 48, n. 21, p. 31679–31685, 2022.

CHIMELLI, C. P. **Processamento, caracterização e propriedades do carbetto de silício (SiC) obtido por sinterização em fase líquida**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

COSTA, U. O.; NASCIMENTO, L. F. C.; GARCIA, J. M.; MONTEIRO, S. N.; LUZ, F. S. d.; PINHEIRO, W. A.; FILHO, F. d. C. G. Effect of graphene oxide coating on natural fiber composite for multilayered ballistic armor. **Polymers**, MDPI, v. 11, n. 8, p. 1356, 2019.

CROUCH, I. G. Body armour—new materials, new systems. **Defence Technology**, Elsevier, v. 15, n. 3, p. 241–253, 2019.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray Diffraction**. [S.l.]: Addison-Wesley Publishing, 1956.

CUROSU, I.; LIEBSCHER, M.; MECHTCHERINE, V.; BELLMANN, C.; MICHEL, S. Tensile behavior of high-strength strain-hardening cement-based composites (hs-shcc) made with high-performance polyethylene, aramid and pbo fibers. **Cement and Concrete Research**, Elsevier, v. 98, p. 71–81, 2017.

DAVID, N.; GAO, X.-L.; ZHENG, J. Ballistic resistant body armor: contemporary and prospective materials and related protection mechanisms. 2009.

DEWANGAN, M. K.; PANIGRAHI, S. K. Factors influencing the ballistic impact mechanisms of textile composite materials: A review. **Polymers for Advanced Technologies**, Wiley Online Library, v. 32, n. 5, p. 1901–1923, 2021.

- DRESCH, A. B.; VENTURINI, J.; ARCARO, S.; MONTEDO, O. R.; BERGMANN, C. P. Ballistic ceramics and analysis of their mechanical properties for armour applications: A review. **Ceramics International**, Elsevier, v. 47, n. 7, p. 8743–8761, 2021.
- DUPONT. **O que é o V50 e como ele pode salvar uma vida?:** Aplicação em blindagem automotiva. [S.l.], 2015.
- EVANS, A. G.; CHARLES, E. A. Fracture toughness determinations by indentation. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley, v. 59, n. 7-8, p. 371–372, 1976.
- FALK, L. K. Microstructural development during liquid phase sintering of silicon carbide ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 17, n. 8, p. 983–994, 1997.
- FIGUEIREDO, A. B.-H. d. S.; JÚNIOR, É. P. L.; GOMES, A. V.; MELO, G. B. M. d.; MONTEIRO, S. N.; BIASI, R. S. d. Response to ballistic impact of alumina-uhmwpe composites. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 21, p. e20170959, 2018.
- FILHO, P. R. da S. G. O projeto sistema combatente brasileiro–cobra. **Revista Doutrina Militar Terrestre**, v. 7, n. 19, p. 6–9, 2019.
- FLINDERS, M.; RAY, D.; ANDERSON, A.; CUTLER, R. A. High-toughness silicon carbide as armor. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 88, n. 8, p. 2217–2226, 2005.
- GANGULY, M.; PARIDA, S.; SINHA, E.; ROUT, S.; SIMANSHU, A.; HUSSAIN, A.; KIM, I. Structural, dielectric and electrical properties of bafe0. 5nb0. 5o3 ceramic prepared by solid-state reaction technique. **Materials Chemistry and physics**, Elsevier, v. 131, n. 1-2, p. 535–539, 2011.
- GERMAN, R. M. **Sintering theory and practice**. [S.l.: s.n.], 1996.
- GHORBAL, G. B.; TRICOTEAUX, A.; THUAULT, A.; LOUIS, G.; CHICOT, D. Comparison of conventional knoop and vickers hardness of ceramic materials. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 37, n. 6, p. 2531–2535, 2017.
- GOMES, A. V. **Comportamento balístico de alumina com adição de nióbia e variação da geometria do alvo**. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.
- GONÇALVES, D. C.; SALEIRO, G. T.; MATIAS, P. C.; GOMES, A. V.; RAMOS, V.; CAMPOS, J. B. B. d.; MELO, F. C. L. d.; LIMA, E. S. Microstructural characterization and influence of ceramography method on the microhardness of sintering agents added silicon carbide. **Materials Research**, SciELO Brasil, v. 20, p. 92–96, 2017.
- GULBRANSEN, E. A.; JANSSON, S. A. The high-temperature oxidation, reduction, and volatilization reactions of silicon and silicon carbide. **Oxidation of metals**, Springer, v. 4, n. 3, p. 181–201, 1972.
- HART, S. V.; PROGRAMS, D. O. J. W. D. O. O. J. Report to the attorney general on body armor safety initiative testing and activities. **Office of Justice Programs, Department of Justice: Washington, DC, USA**, 2004.

- HAZELL, P. J. The science of terminal ballistics. In: **The Story of the Gun: History, Science, and Impact on Society**. [S.l.]: Springer, 2021. p. 141–157.
- HENDERSON, J. Ballistic body armor-protecting the protectors, 2008. **Strategic Standardization, 0-18**, 2019.
- HEYDARIAN, A.; SAJJADI, S. A.; JOHNSON, M. A proposed model for spark plasma sintering of sic-si nanocomposite with different sic particle sizes. **Journal of Composite Materials**, SAGE Publications Sage UK: London, England, v. 54, n. 19, p. 2599–2609, 2020.
- HEYDARIAN, A.; SAJJADI, S. A.; KERN, F.; JOHNSON, M. Characteristics evaluation of sic/si nanocomposites produced by spark plasma sintering. **Materials Science and Technology**, Taylor & Francis, 2019.
- HU, D.; ZHANG, Y.; SHEN, Z.; CAI, Q. Investigation on the ballistic behavior of mosaic sic/uhmwpe composite armor systems. **Ceramics International**, Elsevier, v. 43, n. 13, p. 10368–10376, 2017.
- HWANG, J.-Y.; HUANG, X.; GARKIDA, A.; HEIN, A. Waste colored glasses as sintering aid in ceramic tiles production. **JMMCE**, v. 5, n. 5, p. 119–129, 2006.
- IWM Museum. **Body Armour, PASGT (US)**. 2023. Disponível em: <<https://www.iwm.org.uk/collections/item/object/30013077>>.
- JONES, A. C.; HITCHMAN, M. L. **Chemical vapour deposition: precursors, processes and applications**. [S.l.]: Royal society of chemistry, 2009.
- JR, S. J. B.; BORGES, P. C.; AZEVEDO, E. C.; LIMA, E. S. Influência do número de camadas de tecido no desempenho balístico de alvos de kevlar® xp s103. **Revista Militar de Ciência e Tecnologia**, v. 36, n. 1, 2019.
- KANEL, G.; BLESS, S.; RAJENDRAN, A. Behavior of brittle materials under dynamic loading. **Institute for Advanced Technology, The University of Texas at Austin, Tech. Rep. IAT. R**, v. 219, 2000.
- KARANDIKAR, P.; EVANS, G.; WONG, S.; AGHAJANIAN, M.; SENNETT, M. A review of ceramics for armor applications. **Advances in Ceramic Armor IV**, The American Ceramic Society, v. 29, p. 163–175, 2009.
- KAUFMANN, C.; CRONIN, D.; WORSWICK, M.; PAGEAU, G.; BETH, A. Influence of material properties on the ballistic performance of ceramics for personal body armour. **Shock and Vibration**, IOS Press, v. 10, n. 1, p. 51–58, 2003.
- KIM, H.; KIM, T. Measurement of hardness on traditional ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 22, n. 9-10, p. 1437–1445, 2002.
- KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to ceramics**. [S.l.]: John wiley & sons, 1976. v. 17.
- KUKUSHKIN, S. **Silicon Carbide: From Fundamentals to Applications**. [S.l.]: MDPI, 2021. 1081 p.

- LAMMERS, M.; KLOP, E.; NORTHOLT, M.; SIKKEMA, D. Mechanical properties and structural transitions in the new rigid-rod polymer fibre pipd (m5') during the manufacturing process. **Polymer**, Elsevier, v. 39, n. 24, p. 5999–6005, 1998.
- LAMMLE, R. **A Brief History of Bulletproof Vests**. 2010. Disponível em: <<https://www.mentalfloss.com/article/24039/brief-history-bulletproof-vests>>.
- LAWN, B.; MARSHALL, D. Hardness, toughness, and brittleness: an indentation analysis. **Journal of the American ceramic society**, Wiley Online Library, v. 62, n. 7-8, p. 347–350, 1979.
- LEE, J.-K.; TANAKA, H.; KIM, H.; KIM, D.-J. Microstructural changes in liquid-phase sintered α -silicon carbide. **Materials Letters**, Elsevier, v. 29, n. 1-3, p. 135–142, 1996.
- LEE, S. K.; KIM, Y. C.; KIM, C. H. Microstructural development and mechanical properties of pressureless-sintered sic with plate-like grains using al₂o₃-y₂o₃ additives. **Journal of materials science**, Springer, v. 29, p. 5321–5326, 1994.
- LESKE, A. D. Uma revisão sobre a inovação em defesa: do spin-off ao spin-in. **Brazilian Journal of Political Economy**, SciELO Brasil, v. 38, p. 377–391, 2018.
- LI, Y.; FAN, H.; GAO, X.-L. Ballistic helmets: Recent advances in materials, protection mechanisms, performance, and head injury mitigation. **Composites Part B: Engineering**, Elsevier, v. 238, p. 109890, 2022.
- LIANG, K.; ORANGE, G.; FANTOZZI, G. Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials. **Journal of materials science**, Springer, v. 25, p. 207–214, 1990.
- LIMA, E. S. **Sinterização do SiC com Adição do Compósito Al₂O₃-YAG**. Tese (Doutorado) — Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2006.
- LIU, C.-Y.; TUAN, W.-H.; CHEN, S.-C. Ballistic performance of liquid-phase sintered silicon carbide. **Ceramics International**, Elsevier, v. 39, n. 7, p. 8253–8259, 2013.
- LIU, F.; MU, X.; GAO, C.; GUO, Z.; ZHANG, C.; GUO, J.; CAO, J.; LIN, G. The study on the preparation of alon transparent ceramic and its ballistic resistance. In: IOP PUBLISHING. **Journal of Physics: Conference Series**. [S.l.], 2023. v. 2587, n. 1, p. 012016.
- LOPEZ, C. T. **New Soldier armor weighs less, offers more options**. 2017. Disponível em: <https://www.army.mil/article/184156/new_soldier_armor_weighs_less_offers_more_options>.
- MADAPURA, S.; STECKL, A.; LOBODA, M. Heteroepitaxial growth of sic on si (100) and (111) by chemical vapor deposition using trimethylsilane. **Journal of the electrochemical society**, IOP Publishing, v. 146, n. 3, p. 1197, 1999.
- MAWKHLIENG, U.; MAJUMDAR, A.; LAHA, A. A review of fibrous materials for soft body armour applications. **RSC advances**, Royal Society of Chemistry, v. 10, n. 2, p. 1066–1086, 2020.
- MEDVEDOVSKI, E. Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. part 1. **Ceramics International**, Elsevier, v. 36, n. 7, p. 2103–2115, 2010.

MEDVEDOVSKI, E. Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure. part 2. **Ceramics International**, Elsevier, v. 36, n. 7, p. 2117–2127, 2010.

MEDVEDOVSKI, E.; SARKAR, P. Indentation testing of armor ceramics. In: WILEY ONLINE LIBRARY. **28th International Conference on Advanced Ceramics and Composites A: Ceramic Engineering and Science Proceedings**. [S.l.], 2004. v. 25, p. 589–596.

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

MIRANZO, P.; RAMÍREZ, C.; ROMÁN-MANSO, B.; GARZÓN, L.; GUTIÉRREZ, H. R.; TERRONES, M.; OCAL, C.; OSENDI, M. I.; BELMONTE, M. In situ processing of electrically conducting graphene/sic nanocomposites. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 33, n. 10, p. 1665–1674, 2013.

MONTEIRO, S. N.; BRAGA, F. de O.; LIMA, E. P.; LOURO, L. H. L.; DRELICH, J. W. Promising curaua fiber-reinforced polyester composite for high-impact ballistic multilayered armor. **Polymer Engineering & Science**, Wiley Online Library, v. 57, n. 9, p. 947–954, 2017.

MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; BARBOSA, A. P.; BEVITORI, A. B.; SILVA, I. L. A. D.; COSTA, L. L. D. Natural lignocellulosic fibers as engineering materials—an overview. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Springer, v. 42, p. 2963–2974, 2011.

MORI, V.; SANTOS, R. L. C. d.; SOBRAL, L. G. S. Metalurgia do silício: processos de obtenção e impactos ambientais. CETEM, 2007.

MORRIS, R. **Relembrando os aviadores da 2ª Guerra Mundiais**. 2008. Disponível em: <<http://untoldvalor.blogspot.com/2008/04/flight-clothing-for-high-altitudes.html>>.

MS Instruments. **Conditioning Chamber Showing Tumbler (NIJ 0101.06)**. 2017. Disponível em: <<https://www.iwm.org.uk/collections/item/object/30013077>>.

NASSAU, K. Synthetic moissanite: A new man-made jewel. **CURRENT SCIENCE-BANGALORE-**, CURRENT SCIENCE ASSOC/INDIAN ACADEMY OF SCIENCES, v. 79, n. 11, p. 1572–1577, 2000.

NASTIC, A.; MERATI, A.; BIELAWSKI, M.; BOLDUC, M.; FAKOLUJO, O.; NGANBE, M. Instrumented and vickers indentation for the characterization of stiffness, hardness and toughness of zirconia toughened al₂o₃ and sic armor. **Journal of Materials Science & Technology**, Elsevier, v. 31, n. 8, p. 773–783, 2015.

NATIONAL INSTITUTE OF JUSTICE. **NIJ 0101.06**: Ballistic resistance of personal body armor. [S.l.], 2008.

NEHER, R.; HERRMANN, M.; BRANDT, K.; JAENICKE-ROESSLER, K.; PAN, Z.; FABRICHNAYA, O.; SEIFERT, H. Liquid phase formation in the system sic, al₂o₃, y₂o₃. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 31, n. 1-2, p. 175–181, 2011.

NIE, J.; XU, Y.; ZHANG, L.; CHENG, L.; MA, J. Microstructure and tensile behavior of multiply needled c/sic composite fabricated by chemical vapor infiltration. **Journal of materials processing technology**, Elsevier, v. 209, n. 1, p. 572–576, 2009.

- NIIHARA, K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced palmqvist crack in ceramics. **Journal of materials science letters**, v. 2, n. 5, p. 221–223, 1983.
- NIJ STANDARDS. **NIJ 0101.04**: Ballistic resistance of law enforcement and corrections standards and testing program. [S.l.], 2000.
- NIJ STANDARDS. **NIJ 0123.00**: Specification for nij ballistic protection levels and associated test threats. [S.l.], 2023.
- NURAZZI, N.; ASYRAF, M.; KHALINA, A.; ABDULLAH, N.; AISYAH, H.; RAFIQAH, S. A.; SABARUDDIN, F.; KAMARUDIN, S.; NORRAHIM, M.; ILYAS, R. *et al.* A review on natural fiber reinforced polymer composite for bullet proof and ballistic applications. **Polymers**, MDPI, v. 13, n. 4, p. 646, 2021.
- OLESEN, J. **The good and the bad: Ballistic hard armor plates**. 2019. Disponível em: <<https://pgd-bodyarmor.com/the-good-and-the-bad-ballistic-hard-armor-plates/>>.
- PADTURE, N. P.; LAWN, B. R. Toughness properties of a silicon carbide with an in situ induced heterogeneous grain structure. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 77, n. 10, p. 2518–2522, 1994.
- PAI, A.; KINI, C. R.; SHENOY, S. Development of materials and structures for shielding applications against blast and ballistic impact: A detailed review. **Thin-Walled Structures**, Elsevier, v. 179, p. 109664, 2022.
- PAUL, P. **Production of dense bodies of silicon carbide**. [S.l.]: Google Patents, 1966. US Patent 3,275,722.
- PEDERSEN, H.; LEONE, S.; KORDINA, O.; HENRY, A.; NISHIZAWA, S.-i.; KOSHKKA, Y.; JANZÉN, E. Chloride-based cvd growth of silicon carbide for electronic applications. **Chemical reviews**, ACS Publications, v. 112, n. 4, p. 2434–2453, 2012.
- PICKERING, E.; O'MASTA, M.; WADLEY, H.; DESHPANDE, V. Effect of confinement on the static and dynamic indentation response of model ceramic and cermet materials. **International Journal of Impact Engineering**, Elsevier, v. 110, p. 123–137, 2017.
- POWELL, A. R.; ROWLAND, L. B. Sic materials-progress, status, and potential road-blocks. **Proceedings of the IEEE**, IEEE, v. 90, n. 6, p. 942–955, 2002.
- PRAT, N.; RONGIERAS, F.; SARRON, J.-C.; MIRAS, A.; VOIGLIO, E. Contemporary body armor: technical data, injuries, and limits. **European journal of trauma and emergency surgery**, Springer, v. 38, p. 95–105, 2012.
- PRESAS, M.; PASTOR, J.; LLORCA, J.; ARELLANO-LÓPEZ, A. de; MARTINEZ-FERNANDEZ, J.; SEPULVEDA, R. Mechanical behavior of biomorphic si/sic porous composites. **Scripta Materialia**, Elsevier, v. 53, n. 10, p. 1175–1180, 2005.
- PRESSER, V.; NICKEL, K. G. Silica on silicon carbide. **Critical reviews in solid state and materials sciences**, Taylor & Francis, v. 33, n. 1, p. 1–99, 2008.
- PROCHAZKA, S. High performance application. in: Proceedings of the second army materials technology conference. **Burke JJ Gorum AE, and Katz RN (Eds.)**, p. 235–252, 1975.

- QUINN, G. D.; BRADT, R. C. On the vickers indentation fracture toughness test. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 90, n. 3, p. 673–680, 2007.
- RAHAMAN, M. N. **Ceramic processing and sintering**. [S.l.]: CRC press, 2017. v. 1.
- RAHBEEK, D. B.; JOHNSEN, B. B. Dynamic behaviour of ceramic armour systems. 2015.
- RAMSDELL, L. S. Studies on silicon carbide. **American Mineralogist: Journal of Earth and Planetary Materials**, Mineralogical Society of America, v. 32, n. 1-2, p. 64–82, 1947.
- REED, J. S. Principles of ceramics processing. Wiley New York, 1995.
- ROMERO, F. A brief history of body armor. **Time. April**, v. 7, 2009.
- ROWEL, D. M. A history of bulletproof vest and body armor. 2011.
- SALEIRO, G. T.; GONÇALVES, D. C.; NETO, C. A. d. C.; CAMPOS, J. B. d.; LIMA, E. de S. Mechanical behavior of sic additivated with Al_2O_3 and Y_2O_3 produced by synthesis by auto combustion sustained at high temperature/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**, Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 15, n. 2, p. 96, 2018.
- SANGSUWAN, P.; OREJAS, J. A.; GATICA, J. E.; TEWARI, S. N.; SINGH, M. Reaction-bonded silicon carbide by reactive infiltration. **Industrial & engineering chemistry research**, ACS Publications, v. 40, n. 23, p. 5191–5198, 2001.
- SANTOS, M. A. P. **Processamento e Caracterização de Carbetos de Silício Nacional**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003.
- SCAFE, E.; GIUNTA, G.; FABBRI, L.; RESE, L. D.; PORTU, G. D.; GUICCIARDI, S. Mechanical behaviour of silicon-silicon carbide composites. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 16, n. 7, p. 703–712, 1996.
- Schunk Carbon Technology. **Monolithic Plates for Ceramic Body Armor**. 2023. Disponível em: <<https://www.schunk-group.com/technical-ceramics/en/products/detail/monolithic-plates-for-ceramic-body-armor~p13332>>.
- SCITI, D.; BELLOSI, A. Effects of additives on densification, microstructure and properties of liquid-phase sintered silicon carbide. **Journal of materials science**, Springer, v. 35, p. 3849–3855, 2000.
- Security Pro USA. **SECPRO ADVANCED EOD SUIT**. 2023. Disponível em: <<https://www.securityprousa.com/products/secpro-advanced-eod-suit>>.
- SHEN, Z.; HU, D.; YANG, G.; HAN, X. Ballistic reliability study on sic/uhmwpe composite armor against armor-piercing bullet. **Composite Structures**, Elsevier, v. 213, p. 209–219, 2019.
- SILVA, A. G. P. d.; JÚNIOR, C. A. A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 44, p. 225–232, 1998.

- SILVA, C. **Processamento de carbetto de silício ligado por reação**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.
- SILVA, M. D.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. **Cerâmica**, SciELO Brasil, v. 60, p. 323–331, 2014.
- SILVEIRA, P. H. P. M. da; CARDOSO, B. F. d. A. F.; MARCHI, B. Z.; MONTEIRO, S. N. Amazon natural fibers for application in engineering composites and sustainable actions: A review. **ENG**, MDPI AG, v. 5, n. 1, p. 1–48, 2024.
- TABIEI, A.; NILAKANTAN, G. Ballistic impact of dry woven fabric composites: a review. 2008.
- TAYLOR, K. M. **Cold molded dense silicon carbide articles and method of making the same**. [S.l.]: Google Patents, 1965. US Patent 3,205,043.
- THOMAS, E. L. Opportunities in protection materials science and technology for future army applications. **Advances in Ceramic Armor VIII**, Wiley Online Library, p. 145–148, 2012.
- ULLNER, C.; GERMAK, A.; DOUSSAL, H. L.; MORRELL, R.; REICH, T.; VANDERMEULEN, W. Hardness testing on advanced technical ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 21, n. 4, p. 439–451, 2001.
- VIVAS, V. Influência da degradação ambiental no comportamento mecânico e balístico de compósitos produzidos com fibra de polietileno de ultra alto peso molecular. **Instituto Militar de Engenharia**, 2013.
- WACHTMAN JR., J. B. Structural ceramics. San Diego, CA (US); Academic Press, Inc., 1989.
- WANG, L.-Y.; LUO, R.-Y.; CUI, G.-y.; CHEN, Z.-f. Effects of pyrolysis temperatures on the oxidation behavior of pip-processed sicf/sic composites. **Ceramics International**, Elsevier, v. 46, n. 11, p. 17846–17856, 2020.
- WANG, Y.; DONG, S.; LI, X.; HONG, C.; ZHANG, X. Synthesis, properties, and multifarious applications of sic nanoparticles: A review. **Ceramics International**, Elsevier, v. 48, n. 7, p. 8882–8913, 2022.
- WANG, Y.; TAN, S.; JIANG, D. The effect of porous carbon preform and the infiltration process on the properties of reaction-formed sic. **Carbon**, Elsevier, v. 42, n. 8-9, p. 1833–1839, 2004.
- WILHELM, M.; BIR, C. Injuries to law enforcement officers: the backface signature injury. **Forensic science international**, Elsevier, v. 174, n. 1, p. 6–11, 2008.
- YADAV, R.; NAEBE, M.; WANG, X.; KANDASUBRAMANIAN, B. Body armour materials: from steel to contemporary biomimetic systems. **RSC advances**, Royal Society of Chemistry, v. 6, n. 116, p. 115145–115174, 2016.
- ZHANG, B.; MARINO, F.; FERRARIS, M. Liquid-phase hot-pressing and wc-particle reinforcement of sic-si composites. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 14, n. 6, p. 549–555, 1994.

ZHANG, H.; SHI, M.; ZHANG, J.; WANG, S. Effects of sunshine uv irradiation on the tensile properties and structure of ultrahigh molecular weight polyethylene fiber. **Journal of applied polymer science**, Wiley Online Library, v. 89, n. 10, p. 2757–2763, 2003.

ZHAO, Z.-N.; HAN, B.; LI, F.-H.; ZHANG, R.; SU, P.-B.; YANG, M.; ZHANG, Q.; ZHANG, Q.-C.; LU, T. J. Enhanced bi-layer mosaic armor: experiments and simulation. **Ceramics International**, Elsevier, v. 46, n. 15, p. 23854–23866, 2020.

ZHITNYUK, S.; MAKAROV, N.; GUSEVA, T. New silicon carbide based ceramic armor materials. **Glass and ceramics**, Springer, v. 71, n. 1-2, p. 6–9, 2014.

ZOCHOWSKI, P.; BAJKOWSKI, M.; GRYGORUK, R.; MAGIER, M.; BURIAN, W.; PYKA, D.; BOCIAN, M.; JAMROZIAK, K. Comparison of numerical simulation techniques of ballistic ceramics under projectile impact conditions. **Materials**, MDPI, v. 15, n. 1, p. 18, 2021.

ZUKAS, J. A.; WALTERS, W. **Explosive effects and applications**. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2013.

APÊNDICE A – DIFRATOGRAMAS REFINADOS PELO MÉTODO DE RIETVELD

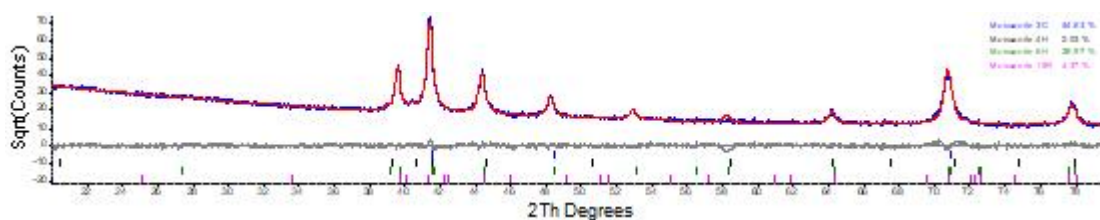


Figura A.1 – S1 (pó) – S1.00

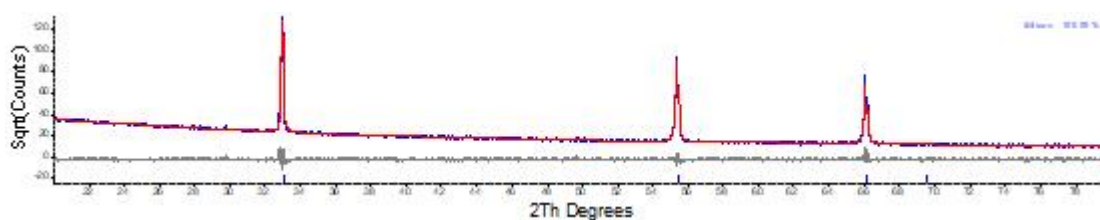


Figura A.2 – Si

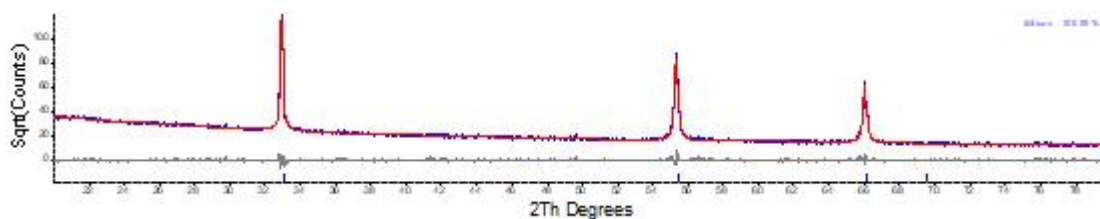


Figura A.3 – Si (moído)

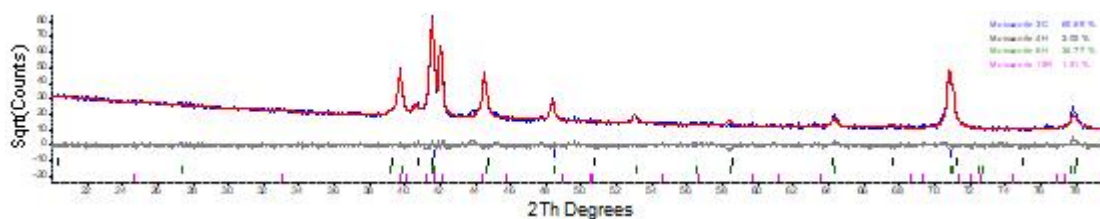


Figura A.4 – S1_1600 °C

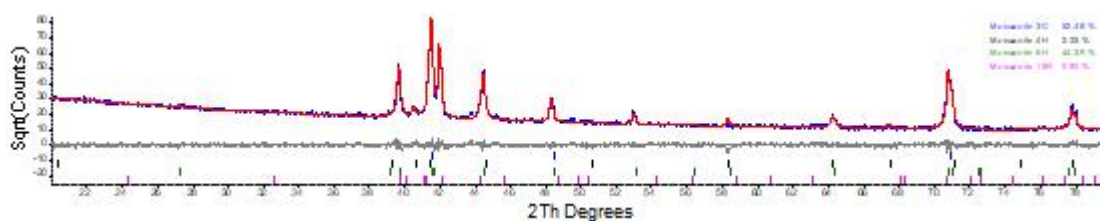


Figura A.5 – S1_1800 °C

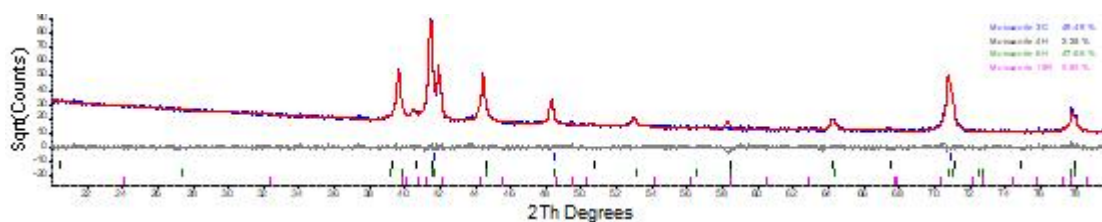


Figura A.6 – S1.05_1600 °C

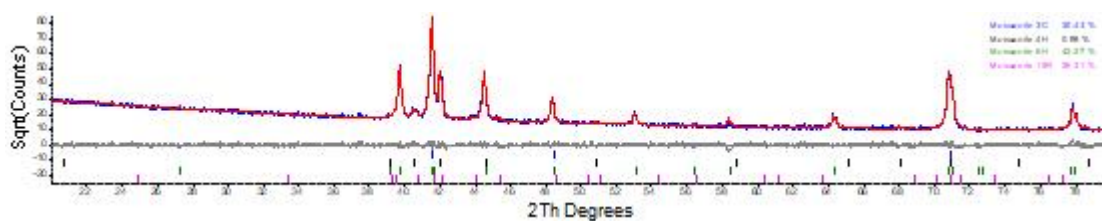


Figura A.7 – S1.05_1800 °C

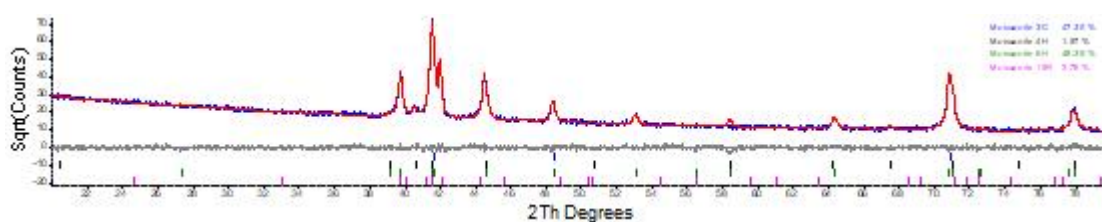


Figura A.8 – S1.15_1600 °C

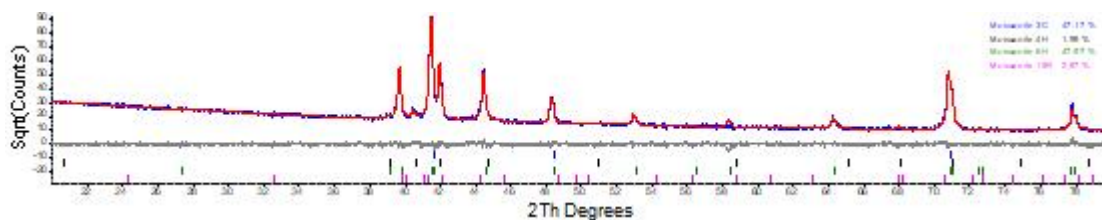


Figura A.9 – S1.15_1800°C

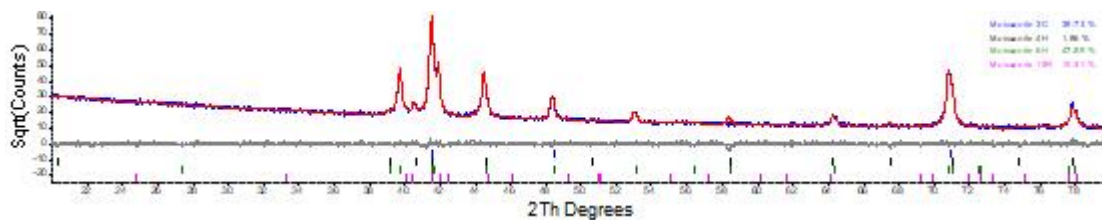


Figura A.10 – S1.25_1600 °C

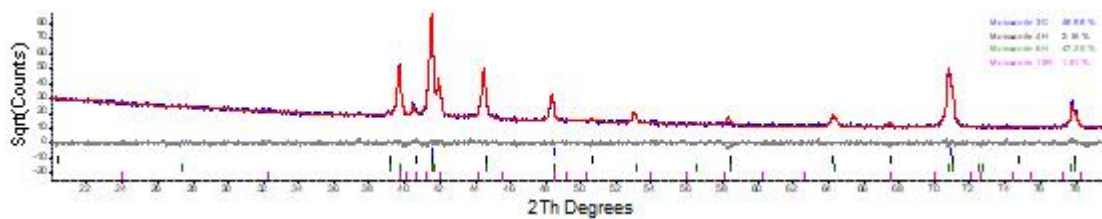


Figura A.11 – S1.25_1800 °C

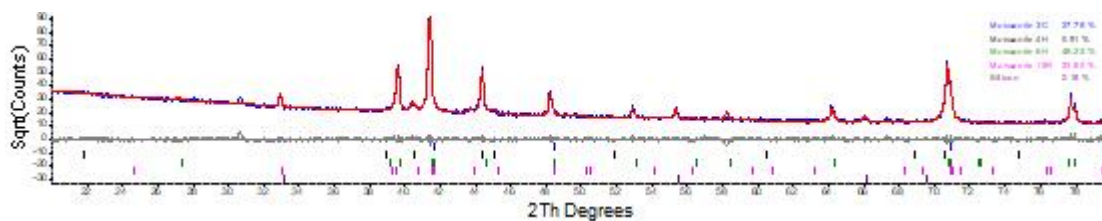


Figura A.12 – Leito de pó (inicial)

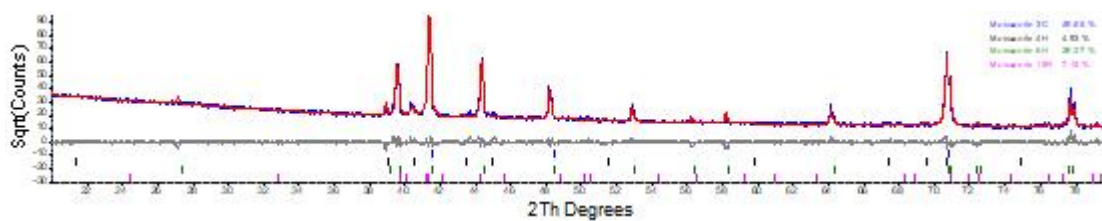


Figura A.13 – Leito de pó (final)

APÊNDICE B – ANÁLISE DE VARIÂNCIA E TESTE DE TUKEY

B.1 Dureza HV0,5

Dureza HV 0,5					
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
S2.00	2086	1904	2105	2087	1921
S2.05	2272	2227	2166	2185	2066
S2.15	2435	2614	2971	2649	3080
S2.25	2540	2413	2730	2539	2822

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	5	10103	2020,6	9831,3
S2.05	5	10916	2183,2	5959,7
S2.15	5	13749	2749,8	71415,7
S2.25	5	13044	2608,8	27021,7

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1782753	3	594251,1	20,80922	9,06E-06	3,238872
Dentro dos grupos	456913,6	16	28557,1			
Total	2239667	19				

TUKEY

QMR	28557,1
Composições	4
Graus de liberdade	16
nº de repetições	5
q	4,05
dms	306,07

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	2020,6	2183,2	162,6	Igual
S2.00 - S2.15	2020,6	2749,8	729,2	Diferente
S2.00 - S2.25	2020,6	2608,8	588,2	Diferente
S2.05 - S2.15	2183,2	2749,8	566,6	Diferente
S2.05 - S2.25	2183,2	2608,8	425,6	Diferente
S2.15 - S2.25	2749,8	2608,8	141	Igual

B.2 Arquimedes

DMA (g/cm ³)					
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
S2.00	3,21	3,14	3,17	3,18	3,18
S2.05	3,13	3,10	3,07	3,18	3,04
S2.15	2,86	2,66	2,57	2,72	2,72
S2.25	2,73	2,72	2,73	2,69	2,65

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	5	15,87	3,17	0,00
S2.05	5	15,53	3,11	0,00
S2.15	5	13,52	2,70	0,01
S2.25	5	13,52	2,70	0,00

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,961812	3	0,320604	82,76442	5,86E-10	3,238872
Dentro dos grupos	0,061979	16	0,003874			
Total	1,023791	19				

TUKEY

QMR	0,003873693
Composições	4
Graus de liberdade	16
nº de repetições	5
q	4,05
dms	0,11

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	3,17	3,11	0,07	Igual
S2.00 - S2.15	3,17	2,70	0,47	Diferente
S2.00 - S2.25	3,17	2,70	0,47	Diferente
S2.05 - S2.15	3,11	2,70	0,40	Diferente
S2.05 - S2.25	3,11	2,70	0,40	Diferente
S2.15 - S2.25	2,70	2,70	0,00	Igual

B.3 Densidade do CP Verde

DENSIDADE VERDE (g/cm ³)											
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	CP9	CP10	CP11
S2.00	1,83	1,94	1,89	1,90	1,93	1,95	1,95	1,92	1,88	1,95	1,92
S2.05	1,90	1,92	1,88	1,90	1,90	1,90	1,95	1,91	1,96	1,92	1,95
S2.15	1,82	1,86	1,83	1,84	1,83	1,85	1,88	1,85	1,88	1,83	1,83
S2.25	1,79	1,81	1,82	1,83	1,78	1,82	1,82	1,82	1,78	1,82	1,75

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	11	21,04624	1,913295	0,001319
S2.05	11	21,09253	1,917503	0,000582
S2.15	11	20,30161	1,845601	0,000388
S2.25	11	19,84495	1,804087	0,00058

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,099779	3	0,03326	46,38558	4,32E-13	2,838745
Dentro dos grupos	0,028681	40	0,000717			
Total	0,12846	43				

TUKEY

QMR	0,000717027
Composições	4
Graus de liberdade	40
nº de repetições	11
q	3,79
dms	0,03

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	1,91	1,92	0,00	Igual
S2.00 - S2.15	1,91	1,85	0,07	Diferente
S2.00 - S2.25	1,91	1,80	0,11	Diferente
S2.05 - S2.15	1,92	1,85	0,07	Diferente
S2.05 - S2.25	1,92	1,80	0,11	Diferente
S2.15 - S2.25	1,85	1,80	0,04	Diferente

B.4 Ensaio de Flexão

FLEXÃO (MPa)							
	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4	CP 5	CP 6	CP 7
S2.00	266,48	281,75	272,93	330,84	301,09	270,35	256,72
S2.05	143,99	212,32	230,74	196,22	160,92	252,78	122,41
S2.15	208,43	215,53	212,55	205,87	244,12	217,83	212,60
S2.25	199,43	203,19	208,42	217,94	204,28	186,90	178,92

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	7	1980,159	282,8799	640,4276
S2.05	7	1319,387	188,4839	2275,609
S2.15	7	1516,926	216,7038	162,4078
S2.25	7	1399,073	199,8676	172,8588

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	37433,14	3	12477,71	15,35103	8,71E-06	3,008787
Dentro dos grupos	19507,82	24	812,8259			
Total	56940,96	27				

TUKEY

QMR	812,8258534
Composições	4
Graus de liberdade	24
nº de repetições	7
q	3,9
dms	42,03

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	282,88	188,48	94,40	Diferente
S2.00 - S2.15	282,88	216,70	66,18	Diferente
S2.00 - S2.25	282,88	199,87	83,01	Diferente
S2.05 - S2.15	188,48	216,70	28,22	Igual
S2.05 - S2.25	188,48	199,87	11,38	Igual
S2.15 - S2.25	216,70	199,87	16,84	Igual

B.5 Tenacidade à Fratura - Método Niihara

K _{IC} Niihara				
	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4
S2.00	4,82	8,47	5,49	6,27
S2.05	8,43	7,27	5,55	7,46

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	4	25,056	6,264	2,522
S2.05	4	28,698	7,175	1,436

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	1,658	1,000	1,658	0,838	0,395	5,987
Dentro dos grupos	11,873	6,000	1,979			
Total	13,531	7,000				

TUKEY

QMR	1,978828
Composições	2
Graus de liberdade	6
nº de repetições	4
q	3,46
dms	2,43

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	6,26	5,55	0,72	Igual

B.6 Tenacidade à Fratura - Método Anstis

K _{IC} Asntis				
	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4
S2.00	3,54	6,22	4,03	4,60
S2.05	5,36	5,47	4,57	5,15

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	4	18,386	4,596	1,358
S2.05	4	20,551	5,138	0,160

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,586367411	1	0,586	0,773	0,413	5,987
Dentro dos grupos	4,552783759	6	0,759			
Total	5,139151171	7				

Tukey

QMR	0,759
Composições	2
Graus de liberdade	6
nº de repetições	4
q	3,46
dms	1,51

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	4,60	5,14	0,54	Igual

B.7 Tenacidade à Fratura - Método Liang

K _{IC} Liang				
	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4
S2.00	3,39	5,52	3,78	4,23
S2.05	5,12	4,46	3,52	4,39

Anova: fator único

RESUMO

Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
S2.00	4	16,923	4,231	0,862
S2.05	4	17,495	4,374	0,435

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,041	1,000	0,041	0,063	0,810	5,987
Dentro dos grupos	3,890	6,000	0,648			
Total	3,931	7,000				

QMR	0,648
Composições	2
Graus de liberdade	6
nº de repetições	4
q	3,46
dms	1,39

	Média 1	Média 2	Módulo da diferença	Classificação
S2.00 - S2.05	4,23	4,37	0,14	Igual