

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

PEDRO HENRIQUE THIA YAMITI SANTOS

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM MATRIZ CERÂMICA À
BASE DE ALUMINA

BELO HORIZONTE
2017

PEDRO HENRIQUE THIAYAMITI SANTOS

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM MATRIZ CERÂMICA À
BASE DE ALUMINA

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao
corpo docente do Curso de Graduação em
Engenharia de Materiais do Centro Federal de
Educação Tecnológica de Minas Gerais como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia de Materiais

Orientador: Paulo Renato Perdigão de Paiva

BELO HORIZONTE
2017

PEDRO HENRIQUE THIAYAMITI SANTOS

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM MATRIZ CERÂMICA À
BASE DE ALUMINA

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao
corpo docente do Curso de Graduação em
Engenharia de Materiais do Centro Federal de
Educação Tecnológica de Minas Gerais como
requisito parcial para obtenção do título de
Bacharel em Engenharia de Materiais

Aprovado em :

Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva – Orientador

Profª. Dra. Roberta Viana Ferreira

Prof. Dr. Marcello Rosa Dumont

DEDICATÓRIA

À Deus, por abençoar a trajetória deste trabalho, pela oportunidade concedida de finalizar rapidamente a graduação, por estar sempre ao meu lado, me dando forças para prosseguir, tornando possível esta realização.

À minha mãe, meu ídolo e exemplo de vida, com amor e eterna gratidão, por me encorajar a superar os obstáculos na vida.

AGRADECIMENTOS

Ao professor e orientador Paulo Renato Perdigão de Paiva, profissional ao qual possuo imenso respeito e admiração, por sua competência, dedicação, compreensão, confiança depositada, amizade, e pelo incentivo e entusiasmo pelo tema.

À Saint Goban, pelo fornecimento do carvão de silício.

Ao Departamento de Química do CEFET MG, pelo fornecimento do óxido de magnésio.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET MG, pela infraestrutura utilizada.

Ao Departamento de Engenharia de Transportes e Estradas do CEFET MG, pelo microscópio eletrônico de varredura Hitachi TM 3000 e pelo moinho planetário Fritsch Pulverisette 5 utilizado.

À minha mãe Miriam Leiko pelo afeto e por me dar força e vigor para não desistir.

À minha namorada Rika Kikunaga pelo carinho e companheirismo e por me inspirar para concluir mais rápido esta etapa da vida.

Aos amigos que de forma indireta colaboraram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O desenvolvimento de materiais cerâmicos com melhores propriedades mecânicas é uma alternativa para substituição dos metais em aplicações mais avançadas, como por exemplo, na indústria automobilística e aeronáutica. Dentre estes materiais cerâmicos, matrizes de alumina tenacificadas com carbetos é uma alternativa que vem sendo avaliada, devido ao fato da tenacificação alterar as propriedades de resistência ao desgaste, a altas temperaturas, química, corrosão e abrasão, alta dureza, baixa densidade, baixa condutividade térmica. Com objetivo de analisar a influência do reforço de carbeto de silício na resistência mecânica de matrizes cerâmicas à base de alumina, foram sintetizados corpos de prova com incorporação de partículas micrométricas de carbeto de silício, nas proporções de 5 %, 10 % e 20 % em massa, e 1 % de óxido de magnésio, utilizando solução de álcool polivinílico como ligante. Os corpos de prova foram produzidos por prensagem uniaxial e sinterizados a 1400° C com rampa de aquecimento e resfriamento de 5° C por minuto. Inicialmente foram realizados ensaios de caracterização química e morfológica das matérias-primas. Após a sinterização dos corpos de prova foi realizada a análise da resistência mecânica, utilizando o ensaio de flexão de 3 pontos, além dos ensaios de absorção de água, porosidade aparente e retração linear. Os resultados mostraram que as matérias-primas encontravam-se em uma faixa granulométrica entre 1 µm a 45 µm, sendo a alumina a mais fina, seguido do óxido de magnésio e por fim o carbeto de silício. A alumina e o carbeto de silício possuem morfologia irregular, sendo que as partículas de carbeto de silício tem bordas mais pontiagudas. De acordo com os resultados de difração de raios X e fluorescência de raios X foi possível observar que as amostras apresentam alto grau de pureza. Conforme esperado a alumina possui área superficial maior do que o carbeto de silício. Nos corpos de prova pós sinterização, com o aumento do teor de carbeto de silício, foi possível verificar o aumento da retração linear, enquanto que a absorção de água e a porosidade reduziram. A resistência a flexão aumentou de $6,5 \cdot 10^6 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$, sem adição de carbeto de silício, para $46,4 \cdot 10^6 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$, com adição de até 10 % em massa de carbeto de silício.

Palavra chaves: Alumina; Carbeto de Silício; Propriedades Mecânicas; Caracterização.

ABSTRACT

The development of ceramic materials with better mechanical properties is an alternative for the replacement of metals in complex applications, such as in the automotive and aeronautical industries. Among these ceramic materials, carbide reinforced alumina based composites is an alternative that has been evaluated due to the fact that the toughening alter the properties of wear, high temperatures, corrosion and abrasion strength, high hardness, low density, low thermal conductivity and good chemical resistance. In order to analyze the influence of silicon carbide reinforcement on the mechanical strength of alumina ceramic matrices, samples were prepared with the incorporation of micrometer particles of silicon carbide in the proportions of 5 %, 10 % and 20 % by weight, and 1 % w of magnesium oxide, using an aqueous solution of polyvinyl alcohol as a binder. The specimens were produced by uniaxial pressing and sintered at 1400° C with a heating and cooling ramp of 5° C per minute. Initially, chemical and morphological characterization of the raw materials were carried out. After the sintering of the specimens, mechanical strength analysis was performed using the 3-point flexural test, in addition to water absorption, apparent porosity and retraction assays. The results showed that the raw materials were in a granulometric range between 1 µm to 45 µm, with alumina being the thinnest, followed by magnesium oxide and finally silicon carbide. Alumina and silicon carbide have irregular morphology, with the particles of silicon carbide exhibiting sharper edges. According to the results of X-ray diffraction and X-ray fluorescence, it was possible to observe that the samples have a high purity. As expected, alumina has a larger surface area than SiC. In the post sintering samples, with increasing silicon carbide content, it was possible to verify the increase in linear retraction, while water absorption and porosity reduced. Mechanical strength increased from $6.5 \cdot 10^6 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ without addition of silicon carbide to $46.4 \cdot 10^6 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ with addition of up to 10 w % of silicon carbide.

Keyword (s): Alumina; Silicon carbide; Mechanical properties; characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estruturas da α - Al_2O_3 (as esferas em lilás são átomos de oxigênio e as esferas vermelhas são os átomos de alumínio nas posições octaédricas).....	15
Figura 2 - Processos de obtenção de Al_2O_3	16
Figura 3 - Fluxograma processo Bayer de produção da alumina.....	16
Figura 4 - Imagem mostrando a evolução do processo de calcinação.....	17
Figura 5 - Esquema do empilhamentos do SiC (a – β -SiC e b- α -SiC) na célula unitária.....	18
Figura 6 - Diagrama processo Acheson de produção de SiC.....	19
Figura 7 - Representação esquemática do primeiro estágio de sinterização.....	24
Figura 8 - Representação esquemática do segundo estágio de sinterização.....	24
Figura 9 - Representação esquemática do terceiro estágio de sinterização.....	24
Figura 10 - Sinterização em fase líquida.....	25
Figura 11 - Efeito da dopagem de alumina por MgO ou ZrO_2	26
Figura 12 - Fluxograma dos materiais e métodos utilizados no trabalho.....	33
Figura 13 - Imagens de MEV das amostras de SiC e Al_2O_3	39
Figura 14 - Morfologia das partículas de SiC após a moagem no moinho planetário.....	40
Figura 15 - Difratoograma amostra de Al_2O_3	42
Figura 16 - Difratoograma amostra de SiC.....	43
Figura 17 - Difratoograma amostra de MgO.....	43
Figura 18 – Imagem dos corpos de prova após sinterização.....	44
Figura 19 - Superfície de fratura dos corpos de prova após ensaio de flexão.....	45
Figura 20- Micrografia da amostra de Al_2O_3 pura após sinterização.....	46
Figura 21 - Microscopias das fraturas dos corpos de prova após sinterização, com 5%, 10% e 20% de SiC, respectivamente.....	47
Figura 22 – Resultado de retração linear dos corpos de prova em função do teor de SiC incorporado, da sinterização e do tratamento térmico.....	48
Figura 23 – Resultado de porosidade aparente em função do teor de SiC incorporado, da sinterização e do tratamento térmico.....	49
Figura 24 – Resultado de absorção de água em função do teor de SiC incorporado, da sinterização e do tratamento térmico.....	50
Figura 25 – Resultado de resistência a flexão dos corpos de prova, para as composição por teor de SiC sinterizado e com tratamento térmico.....	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Insumos utilizados para produção de uma tonelada de Al_2O_3.....	16
Tabela 2 - Impurezas geradas no processo Bayer.....	17
Tabela 3 - Massas utilizadas nas misturas de pós para confecção dos corpos de prova..	34
Tabela 4 - Distribuição granulométrica das matérias primas.....	39
Tabela 5 - Área superficial das matérias primas.....	40
Tabela 6 - Resultado de FRX das matérias-primas.....	41

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	11
2. OBJETIVOS.....	13
2.1. Objetivo Geral.....	13
2.2. Objetivos Específicos.....	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
3.1. Compósitos de Matriz Cerâmica.....	14
3.2. Alumina.....	14
3.3. Carbetos de Silício.....	17
3.4. Tenacificação de Alumina com Carbetos de Silício.....	19
3.5. Prensagem.....	21
3.6. Sinterização.....	23
3.7. Refino do Grão por Utilização de Aditivos.....	26
3.8. Técnicas de Caracterização.....	27
3.8.1. Granulometria a laser.....	27
3.8.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	28
3.8.3. Área superficial pelo método BET.....	28
3.8.4. Fluorescência de raios X (FRX).....	29
3.8.5. Difração de raios X (DRX).....	30
3.8.6. Ensaio de flexão.....	31
3.8.7. Retração linear de queima.....	31
3.8.8. Absorção de água.....	31
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
4.1. Materiais.....	33
4.2. Metodologia.....	33
4.2.1. Preparação solução aquosa de PVA.....	33
4.2.2. Moagem.....	34
4.2.3. Preparações das misturas de pós cerâmicos.....	34
4.2.4. Homogeneização da mistura de pós com solução de PVA.....	34
4.2.5. Prensagem dos Corpos de Prova.....	34
4.2.6. Queima.....	35
4.2.6.1. Procedimento A.....	35
4.2.6.1. Procedimento B.....	35
4.3. Caracterização das Matérias Primas.....	35
4.3.1. Análise granulométrica a laser.....	35
4.3.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	35

4.3.3. Área superficial pelo método BET.....	36
4.3.4. Fluorescência de raios X (FRX).....	36
4.3.5. Difração de raios X (DRX).....	36
4.4. Determinações das Propriedades Físicas e Mecânicas.....	36
4.4.1. Retração linear (RL).....	36
4.4.2. Absorção de água (AA) e porosidade aparente (PA).....	37
4.4.3. Ensaio de flexão a três pontos.....	37
4.4.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	38
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	39
5.1. Caracterização das Matérias-Primas.....	39
5.1.1. Granulometria a laser.....	39
5.1.2. Microscopia eletrônica de varredura das matérias-primas.....	39
5.1.3. Área superficial pelo método BET.....	40
5.1.4. Análise semiquantitativa por espectrometria de fluorescência de raios X (FRX)	41
5.1.5. Análise por difração de raios X (DRX).....	41
5.2. Caracterização e Ensaio Mecânicos dos Corpos de Prova.....	44
5.2.1. Inspeção visual dos corpos de prova.....	44
5.2.2. Microscopia de varredura por feixe de elétrons dos corpos de prova sinterizados.....	45
5.2.3. Retração linear.....	48
5.2.4. Absorção de água e porosidade aparente.....	49
5.2.5. Resistência à flexão.....	50
6. CONCLUSÕES.....	53
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	54
8. REFERÊNCIAS.....	55

1. INTRODUÇÃO

A busca de novos materiais com melhor desempenho têm provocado grandes desafios à indústria moderna. Os materiais tradicionais, principalmente os metais, vêm sendo substituídos por materiais compósitos com melhor desempenho e propriedades mecânicas.

Dentre estes materiais compósitos, as cerâmicas avançadas tem sido objetivo de pesquisa, devido as suas propriedades mecânicas e físicas, como a resistência ao uso, alta resistência a corrosão e abrasão, alta dureza, baixa densidade, resistência a altas temperaturas, baixa condutividade térmica e boa resistência química além de algumas características específicas como supercondutividade, condutividade iônica e propriedades nucleares (REZENDE, 1997).

Porém, a cerâmica avançada ainda tem a aplicação limitada pela sua fragilidade, uma vez que uma micro trinca na cerâmica se propaga facilmente quando ela é submetida a altas tensões e/ou cargas de impacto. Portanto, pode-se afirmar o grande desafio da ciência e engenharia é aprender a lidar com essa fragilidade e/ou desenvolver métodos que possam aumentar a tenacidade (OLIVEIRA, 1997).

Outro fator importante que também pode diminuir a tenacidade das cerâmicas é porosidade residual advindo do processo de fabricação. Sabe-se que a maioria dos produtos cerâmicos são fabricados por prensagem com posterior sinterização, processo no qual as partículas se consolidam pela redução da sua energia de superfície. Neste processo, sempre haverá uma porosidade residual, que atua como concentradora de tensões e reduz a área da seção resistente em caso de uma força trativa, causando assim influencia nas propriedades mecânicas e demais à fração volumétrica de poros (REZENDE, 1997).

A alumina mantém-se na liderança da indústria de cerâmicas avançadas, devido ao seu custo moderado, sua versatilidade e desempenho. As composições cerâmicas a base de SiC e nitreto de silício, entretanto, apresentam um crescimento, visto que novas variedades com maior resistência estão sendo desenvolvidas (OLIVEIRA, 1997).

Compósitos a base de alumina tem sido muito utilizado como materiais de alta tecnologia. Por isso, visando à melhoria de suas propriedades mecânicas e resistência ao desgaste, um grupo de compósitos vem sendo desenvolvidos e intensamente estudados. Dentre estes se destacam alumina-carbeto de titânio, alumina-zircônia e alumina-carbeto de silício (WAHI & ILSCHNER, 1980; FERREIRA, 2001).

O carbeto de silício, devido às suas fortes covalentes, apresenta propriedades como elevada resistência à oxidação, às altas temperaturas, ao desgaste e ao impacto, além de condutividade elétrica e térmica, o que permite uma vasta gama de aplicações como abrasivos, refratários, ferramentas de corte, revestimento em barras de reatores nucleares, suporte catalítico e equipamentos eletrônicos (MARINS, 2008).

O compósito alumina-carbeto de silício vem sendo muito estudado, pois sabe-se que o carbeto de silício é um material cerâmico sintético que apresenta densidade relativamente baixa, alta dureza, elevada estabilidade térmica e boa condutividade térmica, resultando em boa resistência ao desgaste e ao choque térmico (PROCHAZKA, 1975).

Nas últimas décadas houve um esforço para se identificar métodos de obtenção de cerâmicas melhores. Desde o trabalho pioneiro de Niihara em 1990, a adição de nanopartículas ou whiskers como uma segunda fase tem sido considerado um dos métodos mais promissores de aprimorar as propriedades mecânicas de cerâmicas à base de alumina policristalina (BRANDT, 1999).

Dentro desse contexto este trabalho visa estudar a influência da incorporação de carbeto de silício com tamanho de partículas micrométrico, em matrizes cerâmicas a base de alumina, com finalidade de aumentar a resistência dessas matrizes e com isso propiciar novas aplicações deste compósito.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Analisar a influência da adição de carbetos de silício nas propriedades de compósitos com matriz à base de alumina.

2.2. Objetivos Específicos

- Realizar a caracterização das matérias- primas;
- Analisar a influência de tratamento térmico antes da sinterização;
- Realizar a caracterização dos corpos de prova sinterizados;
- Analisar o efeito do aumento da proporção de adição de carbetos de silício na matriz de Al_2O_3 .

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Compósitos de Matriz Cerâmica

Materiais compósitos são misturas macroscópica de fases, com morfologias distintas (uma fase contínua, designada como matriz, e uma fase descontínua, designada como reforço), desenvolvidas com o intuito de obtenção das melhores combinações de propriedades comparando com seus constituintes individuais (CALLISTER, 2008)

Os materiais compósitos de matriz cerâmicas são desenvolvidos em geral para tentar resolver o problema da baixa tenacidade dos materiais cerâmicos, que impede a utilização em uma gama maior de aplicações industriais. Existem diversos mecanismos pelos quais a introdução da segunda fase no sistema, eleva a energia requerida para propagação de trincas, reduzindo assim a fragilidade do composto, como por exemplo “pull out” e bridging de whiskers e fibras e deflexão de trincas LERICHE and CAMBIER, 1990).

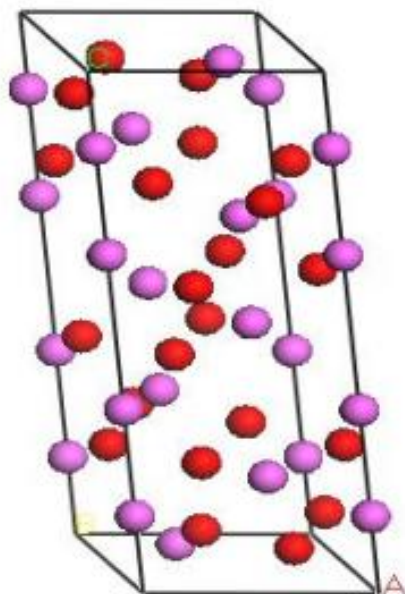
Vários parâmetros influenciam nas propriedades finais destes compósitos, como por exemplo o tamanho, o formato, a natureza química (que afetará na inensidade da interação na interface entre matriz e reforço) das partículas, e também a homogeneização durante a incorporação desta segunda fase, por isso há uma tendência por utilização de segunda fase nanométrica (FARIA, 2005).

3.2. Alumina

Na indústria de cerâmicas técnicas, o Al_2O_3 é matéria prima de maior aplicação. Além de sua elevada disponibilidade, facilidade de processamento e de possuir baixo custo relativo, quando comparada com outras matérias primas cerâmicas sintética. O Al_2O_3 também possui elevada estabilidade química e térmica (ROCHA, 2011).

A sua estrutura cristalina mais encontrada é o coríndon ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), no qual os íons de oxigênio estão arrançados numa estrutura hexagonal compacta enquanto os íons de alumínio preenchem os interstícios octaédricos, como está evidenciado na Figura 1 (LI and SHEN, 2014).

Figura 1 - Estruturas da α -Al₂O₃ (as esferas em lilás são átomos de oxigênio e as esferas vermelhas são os átomos de alumínio nas posições octaédricas).

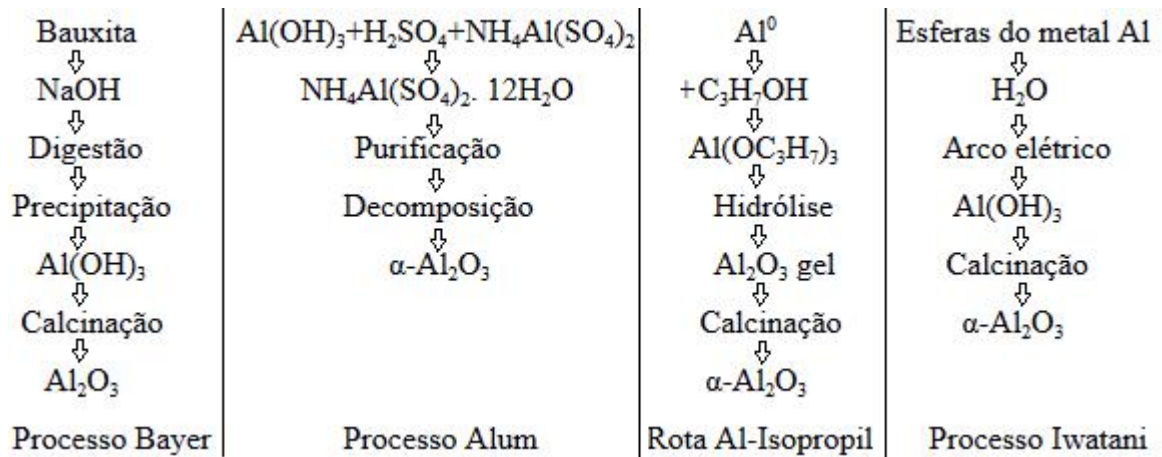


Fonte: ROSÁRIO, 2012.

O α -Al₂O₃ é termodinamicamente estável com estabilidade química e dureza elevada e superfície específica relativamente baixa (AZEVEDO, 2016) .

Apesar da existência de outras rotas para produção do Al₂O₃, conforme representadas na Figura 2 (ARENARE, 2008), o processo mais utilizado para a obtenção da Al₂O₃ é o processo Bayer, como está representado no esquema na Figura 3, e utiliza como insumos os produtos descritos na Tabela 1. Nesse processo a bauxita é moída e digerida em autoclave com uma solução de hidróxido de sódio, carbonato de sódio e cal. Após a digestão e resfriamento, são separados por sedimentação e filtração a lama vermelha licor. Em seguida ocorre a digestão e a suspensão de aluminato de sódio é introduzida em precipitadores, onde germes de gibsite catalisam a formação de hidróxido de alumínio (Al(OH)₃). Finalmente, o precipitado é separado, lavado e calcinado (FILHO, 2012).

Figura 2 - Processos de obtenção de Al₂O₃.



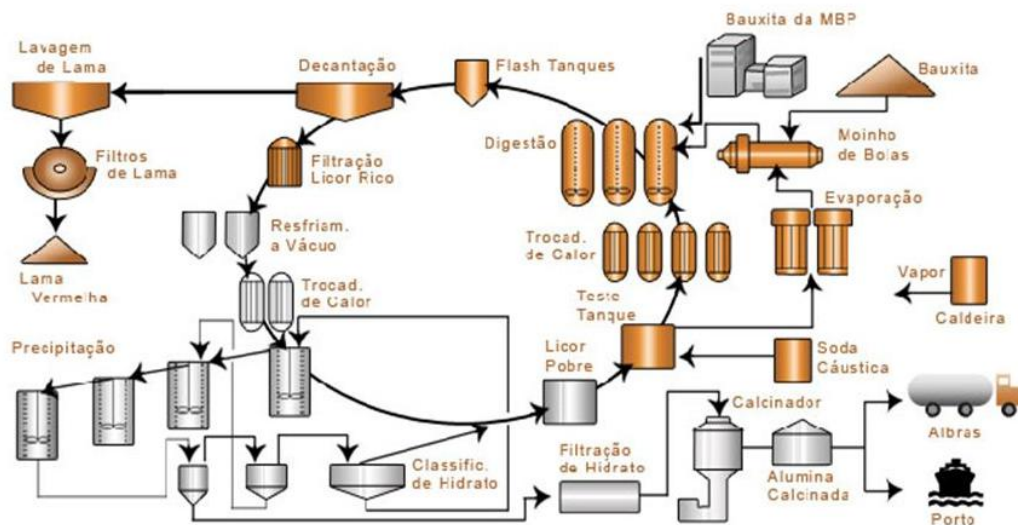
Fonte: ARENARE, 2008

Tabela 1 - Insumos utilizados para produção de uma tonelada de Al₂O₃.

Insumos	Quantidade para produção de 10 ³ kg de Al ₂ O ₃
Bauxita	1,85 · 10 ³ a 3,4 · 10 ³ kg
Cal	10 a 50 kg
Soda Cáustica	40 · 10 ³ a 140 · 10 ³ kg
Vapor	1,5 · 10 ³ a 4 · 10 ³ kg
Óleo Combustível para Calcinação	80 a 130 kg
Floculante Sintético	0,1 a 1 kg
Energia Elétrica	5,4 · 10 ⁹ a 1,4 · 10 ¹⁰ J
Produtividade	1,8 · 10 ³ a 1,08 · 10 ⁴ s
Água	0,5 a 2,0 m ³

Fonte: Instituto Observatório Social, 2008.

Figura 3 - Fluxograma processo Bayer de produção da alumina.



Fonte: FILHO, 2012.

As impurezas principais geradas durante o processo são ferro e sódio, entretanto podem conter outros tipos com menores teores, como estão descritas na Tabela 2.

Tabela 2 - Impurezas geradas no processo Bayer.

Impurezas e características da alumina obtida pelo Processo Bayer			
Impurezas	% em massa	Impurezas	% em massa
Si	0,004 – 0,01	Mn	0,0005 – 0,0015
Fe	0,009 – 0,03	Ti	0,001 – 0,005
Na	0,02 – 0,50	P	0,0005 – 0,001
Ca	0,01 – 0,07	Ga	0,01 – 0,05
Zn	0,005 – 0,015		

Fonte: SAMPAIO et al. 2005.

O Al_2O_3 produzido pelo processo Bayer para ser utilizada como matéria prima em cerâmica técnica tem que ser calcinada a uma temperatura aproximadamente de 1250°C , com o objetivo de reduzir o teor da impureza de óxido de sódio (Na_2O) e controlar o tamanho e forma dos cristais. A imagem obtida no microscópio eletrônico de varredura (Figura 4) ilustra a transformação do $\text{Al}(\text{OH})_3$ para $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ durante o processo de calcinação (ANDREU, 2007).

Figura 4 - Imagem mostrando a evolução do processo de calcinação.



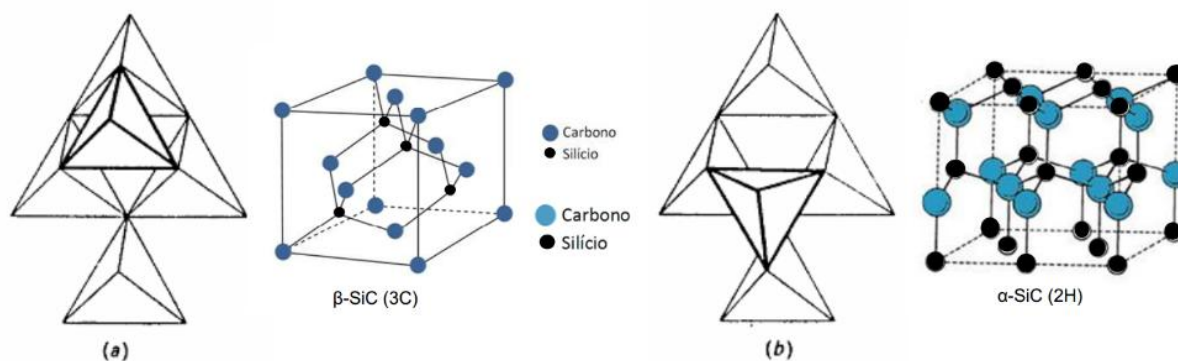
Fonte ANDREU, 2007.

3.3. Carbetto de Silício

O carbetto de silício (SiC) é um material cristalino que exhibe polimorfismo, podendo ser cúbica, hexagonais ou romboédricas, a primeira é designada por carbetto de silício beta ($\beta\text{-SiC}$) e as demais são o carbetto de silício alfa ($\alpha\text{-SiC}$). Sendo que a diferença entre eles é devido a um deslocamento helicoidal durante sua formação (SILVA, 2009).

A estrutura básica do SiC é um tetraedro com carbono no centro e silício nos vértices (ou vice-versa) que se empilham de forma paralela (Figura 5a) ou sequência de uma combinação de camadas paralelas e antiparalelas (Figura 5b) (CHIMELLI, 2010 e SILVA, 2009).

Figura 5 -Esquema do empilhamentos do SiC (a – β -SiC e b- α -SiC) na célula unitária.



Fonte: CHIMELLI, 2010 e SILVA, 2009.

A principal propriedade do SiC é a elevada dureza, superado apenas pelo diamante, pelo nitreto cúbico de boro e pelo carbeta de boro. Além disso, ele é muito resistente ao desgaste, ao calor e quimicamente inerte a todos os álcalis e ácidos. Estas propriedades fazem do SiC um material cerâmico abrasivo que pode ser usado em condições extremas de operação. Dentre as suas propriedades podem-se destacar as seguintes (KNIPPENBERG, 1963, LIMA & TENÓRIO, 2011):

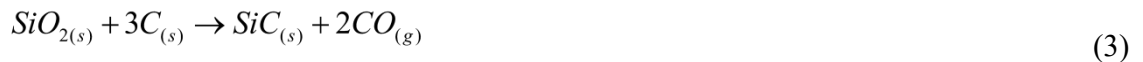
- Densidade: $3,21 \cdot 10^3 \text{ kg m}^{-3}$
- Dureza Vickers: $29 \cdot 10^9 \text{ N m}^{-2}$
- Coeficiente de expansão térmica: $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- Condutividade térmica: 50 a $100 \text{ kg m s}^{-3} \text{ K}$
- Resistência típica a temperatura: 1500° C no ar, 2400° C em atmosfera inerte
- Calor específico: $750 \text{ m}^2 \text{ s}^{-2} \text{ K}$

O SiC é produzido principalmente em fornos de resistência elétricos, pelo processo Acheson, que leva o nome do seu criador, o americano E.G. Acheson que desenvolveu o processo em 1891. Em um forno Acheson, uma mistura de material de carbono (geralmente coque de petróleo ou carvão), silício e areia de quartzo reage quimicamente em altas temperaturas que variam de 1700° C a 2500° C . A energia para a reação é fornecida pelo aquecimento resistivo de um núcleo de grafite, que é feito conectando esse núcleo a dois

eletrodos nas duas extremidades do forno (Figura 6). A reação geral é descrita pela equação 3, destrinchada nas semi-reações representadas pelas Equações 1 e 2 a seguir (KNIPPENBERG, 1963, LIMA & TENÓRIO, 2011):

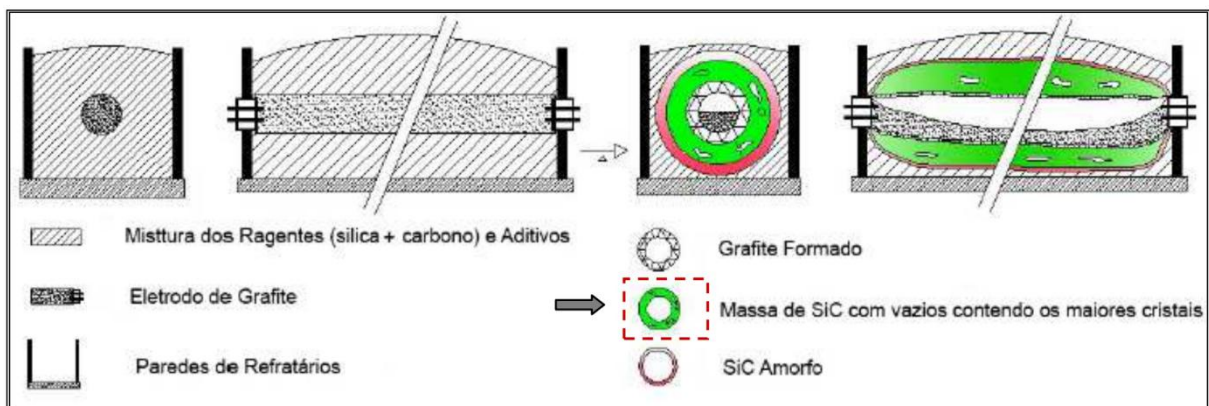


Reação global



O SiC é formado na forma de um lingote sólido cilíndrico em torno do núcleo, com camadas radiais internas formadas por grafite, α -SiC (fase mais estável), β -SiC (fase metaestável) com grau metalúrgico e um material não reagido na parte externa. O SiC pode ser produzido na cor preta ou verde, dependendo da qualidade das matérias primas. Após o resfriamento do lingote o material bruto do SiC é triturado em diferentes tipos de britadores e moinhos, classificado, e também podem ser tratado quimicamente para obter propriedades específicas para determinadas aplicações (KNIPPENBERG, 1963).

Figura 6 - Diagrama processo Acheson de produção de SiC.



Fonte: KNIPPENBERG, 1963.

3.4. Tenacificação de Alumina com Carbetto de Silício

Tenacificação refere-se a minimização da propagação de trincas, em geral pelo aumento da energia necessária para que o material se fracture (HABLITZEL, et al, 2011).

Estudos sobre a tenacificação de matriz cerâmica de Al_2O_3 por partículas de uma segunda fase vêm sendo desenvolvida após o trabalho pioneiro de Niihara, na década de 90 (JOHNSON, et al, 2014).

A partir desse estudo muitas tentativas têm sido feitas para melhorar a resistência mecânica do Al_2O_3 , pode-se destacar a produção de compósitos com matriz de Al_2O_3 reforçados por SiC e carbetos de titânio (BRANDT, 1999).

As cerâmicas reforçadas apresentam melhor resistência ao choque térmico, maior dureza e maior resistência a flexão, tornando-as mais apropriadas para aplicações em usinagem e aplicações em elevadas temperaturas, sem causar deformações superficiais (JACK, 1985).

Um sistema de destaque é o $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$, uma vez que comparado com a matriz de alumina o compósito apresenta maior resistência mecânica. Citam-se, por exemplo, aumento de 300 % na resistência à flexão e 50 % na tenacidade a fratura com a adição de 5 % em volume de partículas de SiC, entretanto esses valores só podem ser alcançados com tamanho de partícula de carbetos de SiC de, aproximadamente, $2 \cdot 10^{-7}$ m (NIIHARA, 1991).

Adição de nanopartículas de SiC em matriz de Al_2O_3 têm mostrado resistência à fluência e a taxa de fluência são, respectivamente, 10 vezes maior e 3 vezes menor do que do Al_2O_3 . A resistência desse compósito sinterizados e prensados a quente (1150°C) pode ser aumentada de 150 % a 300 % quando adicionado 5 % de SiC (NIIHARA, 1991; OHJI et al, 1998) obteve um aumento de 25 % a 40 % na tenacidade para compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$.

Niihara (1991) também avaliou o aumento na resistência a flexão e tenacidade a fratura de matriz cerâmica de Al_2O_3 reforçado com 5 % em volume de SiC com tamanho de partículas de $0,3 \cdot 10^{-6}$ m e prensada a quente. A resistência aumentou de $3,8 \cdot 10^8$ N m^{-2} para $1 \cdot 10^9$ N m^{-2} e a tenacidade a fratura aumentou de $3,5 \cdot 10^6$ $\text{N m}^{-3/2}$ para $4,8 \cdot 10^6$ $\text{N m}^{-3/2}$.

Em uma pesquisa colaborativa entre a Arco Chemical e Oak Ridge National Lab à respeito da resistência a choque térmico, Al_2O_3 puro apresentou decréscimo pronunciado em resistência mecânica a 200°C resfriada abruptamente em água, enquanto com reforços de whiskers suportou um choque térmico até 900°C .

RHODES et al (1986) obteve para Al_2O_3 puro um módulo de Weibull de 4,6 enquanto com a adição de 15% de whiskers obteve 13,4 e com 25% apresentou módulo de Weibull de 22,5.

Segundo Tiegs (1985) o aumento de teor de whiskers de SiC para ordem de 40 % a 60 % em volume, conseguem manter a resistência a fratura em $6 \cdot 10^8$ N m^{-2} mesmo a 1200°C no ensaio de flexão a 4 pontos.

O aumento da resistência mecânica pode ser explicada pela mudança da forma da fratura. Os nanocompósitos geralmente apresentam trincas intragranular, enquanto que o Al_2O_3 apresentar fratura intergranular, como foi demonstrado por Rigueiro et al. (1998). A redução na tenacidade a fratura ocorre no contorno de grão e é causada pelo mecanismo de tenacificação deflexão de trinca pelas nanopartículas de SiC situadas nos contornos de grãos (RIGUEIRO et al, 1998).

Faria (2006) observou que a adição de SiC na composição de rolos cerâmicos de Al_2O_3 proporcionou uma melhora nas propriedades termomecânicas e na resistência ao choque dos mesmos. De acordo com o autor a resistência a flexão dos rolos aumentou de 25 % com adição de 7 % de SiC e tingiu um aumento máximo 54 % com a adição de 12 % de SiC, ressaltando que as amostras foram sinterizadas a 1450°C . A densificação pode está associada ao SiO_2 , obtido da oxidação do SiC, que auxilia na sinterização do Al_2O_3 , contribuindo para o fechamento dos poros.

O valor de resistência à flexão para o Al_2O_3 descrita no Handbook de Materiais Cerâmicos é de 358 Mpa na temperatura ambiente para amostras com densidade de 96 % DT e tamanho de grãos de $2 \cdot 10^{-6}\text{ m}$ a $20 \cdot 10^{-6}\text{ m}$. Para Densidade de 99,5 % e tamanho de partículas (grãos) de $5 \cdot 10^{-6}\text{ m}$ a $50 \cdot 10^{-6}\text{ m}$ este valor aumenta $3,79 \cdot 10^8\text{ N m}^{-2}$ e para densidade de 99,9 % DT e para partículas de $1 \cdot 10^{-6}\text{ m}$ a $6 \cdot 10^{-6}\text{ m}$ a resistência à flexão é de $5,51 \cdot 10^8\text{ N m}^{-2}$ (SCHNEIDER, 1991).

A utilização conjunta de terras raras também mostraram uma tenacidade a fratura maior, devido a deflexão de trincas, em amostras de Al_2O_3 com 5 % de SiC com 800 ppm de Y^{+3} , Nd^{+3} e La^{+3} prensadas com $4 \cdot 10^7\text{ N m}^{-2}$ a 1550°C por 1 hora em atmosfera de argônio. Além disso apresentaram 99,5 % da densidade teórica (DENG, 2004).

3.5. Prensagem

A conformação de peças cerâmicas por prensagem uniaxial é muito utilizada, pois proporciona alta produtividade, automatização e peças com tamanho e geometrias variadas (AMORÓS, 2000). A prensagem consiste em se preencher a cavidade de um molde rígido com o material (pó ou granulado) e aplicar uma pressão uniaxial até que o corpo atinja densidade e resistência mecânica adequada. O processo de compactação dos grânulos pode ser dividido em três estágios (MORT, et al. 1994; AMORÓS, 2000):

Estágio 1: ocorre o empacotamento e rearranjo das partículas, reduzindo o volume de poros intergranulares;

Estágio 2: as partículas são deformadas plasticamente e/ou fraturadas, ocorrendo a redução contínua do tamanho e volume dos poros intergranulares;

Estágio 3: neste estágio teoricamente não há mais porosidade intergranular e o aumento da densificação é pequena.

A prensagem pode ser influenciada por pelas características das partículas, tais como distribuição de tamanho, resistência à deformação ou à fratura, densidade e empacotamento de partículas e aditivos orgânicos adicionados (ligantes, plastificantes e lubrificantes). Estes aditivos afetam diretamente o empacotamento, e com isso a homogeneidade do compactado (AMORÓS, 2001).

O lubrificante é responsável pela redução do atrito entre as partículas e a parede do molde, com isso contribui para a diminuição do gradiente de densidade ao longo da peça e reduz o desgaste da matriz. O ligante aumenta a resistência mecânica da peça a verde, além de influenciar na resistência mecânica e no deslizamento das partículas (UPPALAPATI and GREEN, 2005). O peso molecular e a temperatura de transição vítrea (T_g) do ligante afeta significativamente as características do compactado. O ideal é que a temperatura na qual as partículas são prensadas esteja acima da temperatura de transição vítrea (T_g) do mesmo, pois dessa forma as cadeias destes polímeros (utilizados com ligante) estariam suficientemente flexíveis e deformáveis para permitir a movimentação entre as partículas, com a consequente deformação das partículas. Portanto, as cadeias poliméricas rígidas, ou seja, com baixa T_g dificultam este deslocamento das partículas, dificultando a densificação das mesmas (BALASUBRAMANIAN, 2002).

O PVA foi utilizado como ligante da mistura, cabe ressaltar que este ligante necessita caracterização adequada, pois suas suas propriedades físicas como solubilidade em água, resistência mecânica, permeabilidade gasosa dependem do grau de cristalinidade, que por sua vez depende do peso molecular médio e seu grau de hidrólise (EKKA, 2011).

A hidrólise parcial deixa grupos acetato residuais no PVA, que reduzem o grau de cristalinidade, diminuindo a resistência mecânica e aumentando a solubilidade em água (EKKA, 2011).

A umidade relativa é outro parâmetro importante no processamento com este polímero, pois a água tem um efeito plastificante no PVA, que parcialmente hidrolisado é higroscópico. O PVA adsorve moléculas de água na sua cadeia, reduzindo a T_g do polímero pela diminuição da intensidade de forças de Van der Waals entre as cadeias (SANTOS, 2012). Cabe também mencionar a possibilidade de utilizar plastificantes como PEG, que também reduz a T_g do PVA, influenciando a pressão de compactação e a deformação (REED, 1995)

Ranjan and Kumar (2004) investigaram a influência da conformação de peças porosas metálicas sobre a deformação do compactado e ressaltaram que as leis do atrito interfacial entre as partículas e entre as faces da matriz influenciam no resultado final da compactação. Verificaram também que ocorre um crescimento das tensões que surgem nessas regiões devido à carga aplicada, a geometria das partículas, a densidade inicial e as zonas de adesão. Foi observado que na compressão de um pó metálico, a força compressiva aumenta gradualmente a densidade relativa, que é proporcional à área de contato.

De acordo com Zhou et al. (1999) e Rahaman (2003), a compactação de pós com pressão insuficiente gera o aprisionamento de gases adsorvidos (principalmente o hidrogênio advindo da umidade da mistura) influenciando nas propriedades mecânicas e aparência superficial do compactado. Portanto, o autor concluiu que a taxa de deformação do compactado sobre as propriedades mecânicas devem ser avaliadas.

3.6. Sinterização

A sinterização é um processo de densificação obtida por difusão com conseqüente crescimento de grão, diminuição de porosidade e aumento de densidade. A densificação ocorre por meio da ligação de partículas contato. É um processo físico termicamente ativado utilizado para aumentar resistência mecânica dos produtos materiais (REED, 1998).

A força motriz necessária para que ocorra a sinterização é devido à diminuição do excesso de energia livre superficial. Essa diminuição pode ocorrer pela redução da área superficial total devido ao aumento do tamanho médio das partículas, pela eliminação das interfaces sólido/vapor e pela criação de interfaces sólido/sólido na área de contorno de grãos. Basicamente, existem 2 tipos principais de sinterização: estado sólido e em presença de fase líquida. No estado sólido obtém-se uma densificação com porosidade controlada e na presença de fase líquida tem-se o fechamento mais eficiente da porosidade (BARSOUM, 1997).

Na sinterização em estado sólido, o transporte de material é realizado por difusão. Essa difusão pode ocorrer por meio do movimento de átomos, pela existência de vacâncias ao longo de uma superfície ou contorno de grão, ou através do volume do material. Esse processo é dividido em três estágios (RICHERSON, 1992):

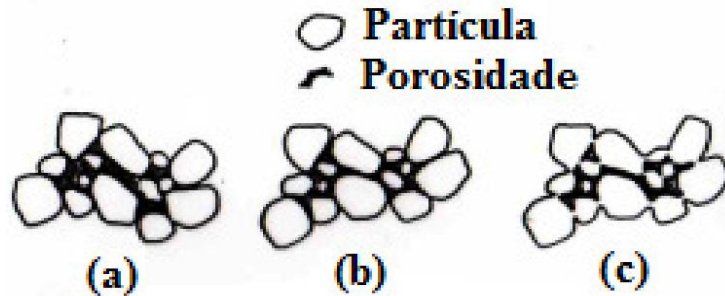
- i) No primeiro estágio (Figura 7) ocorre deslocamento rotativo de partículas próximas para aumentar pontos de contato onde ocorre difusão. Neste estágio ocorrem as

ligações entre as partículas nas regiões de contato, aumentando até formar um pescoço entre elas.

ii) No segundo estágio (Figura 8), os poros são diminuídos, formando uma estrutura interconectada, devido ao considerável crescimento de grão, acarretando porosidade em locais isolados na estrutura.

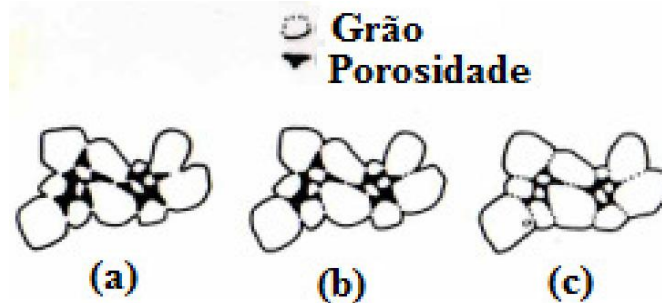
iii) No terceiro estágio (Figura 9), aparecem os poros isolados e fechados que se contraem lentamente através da difusão de lacunas para o contorno de grão.

Figura 7 - Representação esquemática do primeiro estágio de sinterização.



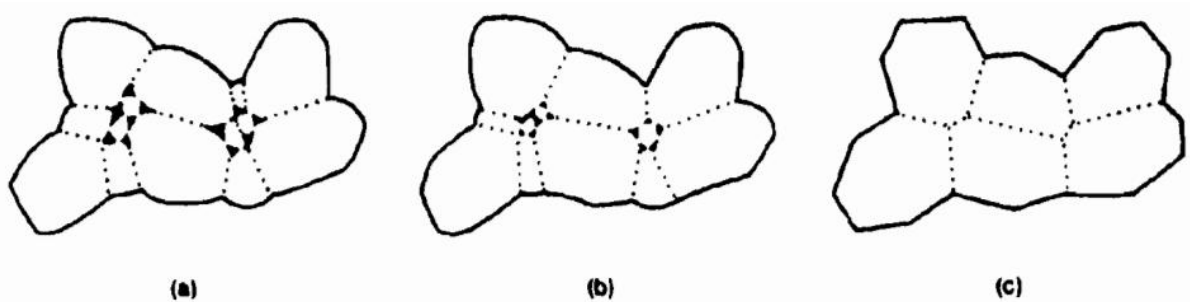
Fonte RICHERSON, 1992.

Figura 8 - Representação esquemática do segundo estágio de sinterização.



Fonte RICHERSON, 1992.

Figura 9 - Representação esquemática do terceiro estágio de sinterização.

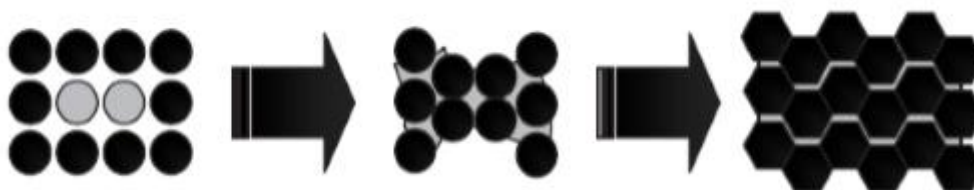


Fonte RICHERSON, 1992.

Na sinterização em presença de fase líquida acontece devido à formação de um líquido, normalmente proveniente da fusão de um dos componentes na temperatura de sinterização. Segundo a literatura, as propriedades mecânicas obtidas são melhores às apresentadas no estado sólido (LIMA, 2006). Para que essa forma de sinterização ocorra, é necessário que a fase sólida tenha bastante solubilidade na fase líquida. A combinação desses fatores resultam em 3 estágios: rearranjo de partículas, solução/reprecipitação e sinterização em estado sólido, como mostrado na Figura 10 (BARSOUM, 1997).

O rearranjo de partículas é ocasionado pelo preenchimento dos poros com a fase líquida. Sabe-se que nos pontos de contato entre as partículas ocorre um aumento de potencial químico dos átomos em relação às áreas sem contato e esta condição favorece a dissolução de átomos nos pontos em contato, a reprecipitação, a contração e a densificação, caracterizando o segundo estágio. Ao final deste estágio inicia-se a sinterização em estado sólido, resultando em grande diminuição das taxas de contração e densificação (BARSOUM, 1997).

Figura 10 - Sinterização em fase líquida.



Fonte: LIMA, 2006

A ligação covalente entre o carbono e do silício dificulta a densificação do SiC, sendo a sinterização em fase líquida uma solução, para tanto utilizam-se aditivos (ZHOU et al, 1999). No processo no estado sólido, boro e carbono são utilizados, mas a temperatura necessária é de 2100° C e as propriedades mecânicas são limitadas pelo crescimento exagerado dos grãos (PROCHAZKA and SCANLAU, 1975). O próprio Al₂O₃ é utilizada como aditivo. Sob prensagem à 1950° C o Al₂O₃ reage com o SiO₂ na superfície das partículas de SiC gerando um líquido eutético tendo se assim uma sinterização por fase líquida (LANGE, 1975). A resistência mecânica e a tenacidade são superiores às obtidas por sinterização convencional logo vários aditivos, particularmente compostos de Al₂O₃ e yttria que geram densificação a temperaturas de 1850° C a 2000° C têm sido estudados.

Considerando as características do pó inicial de SiC pode-se obter uma tenacificação “in situ”, que possui as vantagens de não causar danos à saúde como ocorre com whiskers,

permitir componentes grandes com geometrias complexas e menor custo. Para tanto almeja-se controlar o diâmetro e a taxa de grãos alongados na estrutura. Grãos equiaxiais numa estrutura homogêneas são obtidos por politipos α que não se transformam durante a sinterização, enquanto politipos β se transformam em α com crescimento de grão com forma alongada gerando um aumento da tenacidade (NADER,1999).

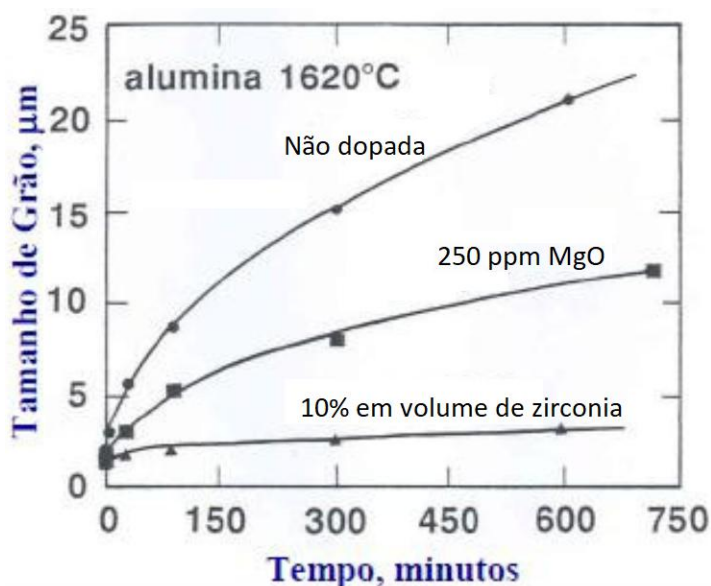
A área de superfície maior, e granulometria mais fina, com distribuição mais fina são fatores positivos no processo de sinterização (LIN and DE JONGHE, 1997), afetando a densidade final do composto e também a necessidade de temperaturas mais elevadas para se atingir o estágio final da sinterização (KING, 2002).

3.7. Refino do Grão por Utilização de Aditivos

Em uma matriz de Al_2O_3 , a adição de MgO promove a densificação e coíbe o crescimento exacerbado do grão à medida que limita a mobilidade do mesmo por segregar nos contornos. Além do MgO , os óxidos de titânio (TiO_2), níquel (NiO_2) e silício (SiO_2) podem ser adicionados para controlar o crescimento e, conseqüentemente, a densificação (DÖRRE and HÜBNER, 1984). Cabe ressaltar que o crescimento exagerado do grão deve ser evitado para obtenção da remoção máxima de poros numa sinterização no estado sólido.

Mesmo uma quantidade pequena, da ordem de ppm, de MgO produz após cerca de 10 horas um crescimento aproximadamente 50% menor do tamanho do grão comparado com alumina não dopada (COSTA, 2017) conforme evidenciado na Figura 11.

Figura 11 - Efeito da dopagem de alumina por MgO ou ZrO_2 .



Fonte COSTA, 2017.

3.8. Técnicas de Caracterização

3.8.1. Granulometria a laser

Granulometria a laser é um método de análise do tamanho das partículas dispersas em um fluido em movimento sob o qual incide a radiação do laser (ALVES, 2011). O método baseia-se no ângulo de difração, que é inversamente proporcional ao tamanho da partícula. Quando atinge certa quantidade, a luz incidente sofre uma interação segundo os fenômenos de difração, refração, reflexão e absorção, o que ocasiona um invólucro tridimensional de luz. O formato e tamanho do invólucro são influenciados pelo índice de refração relativo da partícula, bem como o formato e tamanho desta, além do comprimento de onda do laser. Sensores em posições estratégicas medem o ângulo da luz espalhada e a intensidade. Através de modelamento matemático o sinal é convertido para a distribuição de tamanho de partículas (MALVERN, 2012).

É uma técnica com boa reprodutibilidade, elevada amplitude de análise (0,01 a 500 μm) e celeridade, com grande flexibilidade de uso (em aerossóis, suspensões emulsões e ar). A realização de um branco (semelhante à tara na balança) reduz interferência da fonte do fluido, permitindo o uso de água de torneira (ALVES, 2001).

Em geral a análise dos sinais é realizada utilizando modelos óticos alicerçados na teoria do espalhamento de Mie ou na difração de Fraunhofer. Na teoria Mie, as partículas não são consideradas pontos de espalhamento, mas sim, como objetos finitos. Em vários locais da partícula são encontrados centros de espalhamento. Ao espalhar a luz, os centros de espalhamento dessas partículas estão suficientemente distantes, podendo ocorrer assim alguma interferência entre os raios emitidos de uma região dessa partícula e aqueles emitidos a partir de outra. Essa condição acarreta uma distribuição de intensidade totalmente distinta da observada a partir de partículas menores. O espalhamento ocorre com partículas muito menores que o comprimento de onda da luz (espalhamento Rayleigh). Nessa teoria as partículas são consideradas isotrópicas e esféricas com uma superfície lisa. Não pode ser aplicada a misturas de diferentes componentes (MALVERN, 2012).

A difração de Fraunhofer é uma simplificação que considera as partículas esféricas, maiores do que o comprimento do feixe de onda incidente e transparente. Os efeitos de interferência e de absorção não são considerados como na teoria anterior. Assim, as partículas portam-se como uma abertura circular, e o espalhamento tem como resultado um padrão de difração (MALVERN, 2012).

3.8.2. Microscopia eletrônica de de varredura (MEV)

No microscópio de varredura por feixe de elétrons, os elétrons são acelerados por uma diferença de potencial de 10 kV a 30 kV obtido por filamento de tungstênio e se movimentam através de duas ou três lentes eletromagnéticas em uma trajetória em hélice. Essas lentes obrigam o feixe de elétrons a atingir a superfície da amostra, tendo a sua extremidade um diâmetro extremamente pequeno, de cerca de 5nm. Bobinas de varredura fazem o feixe varrer a superfície da amostra e os sinais emitidos a partir desta atingem um detector. No circuito eletrônico do microscópio, os sinais são amplificados, sendo então utilizados para formar uma ou mais imagens em um tubo de raios catódicos (STEFANAKI, 2008).

A grande vantagem do MEV em comparação ao microscópio óptico é sua alta resolução. O MEV utiliza elétrons no lugar de fótons o que permite corrigir o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca. Outra vantagem é alta profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) e o fato que permite além da análise de morfologia, a microanálise química da amostra devido à diferença dos raios de energia (espectral) emitidos por cada um dos compostos presentes na amostra na forma de elétrons secundários.

O MEV/EDS registra três limitações: i) só concede uma aproximação da composição de partículas em componentes elementares; ii) não é possível determinar a presença de elementos mais leves que o flúor e; iii) os resultados são afetados pela presença do filtro de quartzo (SiO_2), uma vez que a composição elementar é determinada por uma larga região ao contrário de uma única partícula (NEUMANN, et al, 2004).

Uma observação importante é que se faz necessário que as amostras analisadas sejam metálicas para permitir a condução de eletricidade que caracteriza o mecanismo de funcionamento que utiliza os elétrons. Então, as amostras não condutoras (cerâmica, polimérica e biológicas) passam por um recobrimento com uma camada fina e uniforme de ouro (bom condutor termoelétrico, não sofre oxidação e de fácil remoção de elétrons) feito a vácuo por *sputtering* utilizando o *Sputter Coater*.

3.8.3. Área superficial pelo método BET

O método BET (Brunauer, Emmett and Teller) é utilizado para determinar a área superficial específica de um pó pela adsorção física de um gás na superfície do sólido pelo cálculo da quantidade de gás adsorvido correspondente a uma camada monomolecular na superfície (ADAMSON, 1990).

O fundamento da técnica utiliza a capacidade de adsorção e desorção que algumas substâncias gasosas sofrem sobre a superfície de outras, após uma medição da área coberta. É uma das técnicas mais usadas na caracterização de membranas porosas (SING, 1985), seja na rotina de controle da qualidade, ou na pesquisa e aperfeiçoamento destes materiais. No processo é usado nitrogênio como gás adsorvato, pois o mesmo oferece maior exatidão nas medições (SING, 1985). A quantidade total dos poros é determinada pela quantidade de gás adsorvido na pressão final ou pressão de saturação.

A adsorção é possível, pois as moléculas da superfície de um material estão em desequilíbrio de cargas e na tentativa de encontrar o equilíbrio, admitem que outras moléculas se adsorverem sobre sua superfície (ADAMSON, 1990; FULVIO, 2009). No processo, o gás a ser adsorvido recebe o nome de adsorvato, enquanto que o material analisado recebe o nome de adsorvente.

O processo de adsorção pode ser compreendido como físico (fisisorção) ou químico (quimisorção). Na fisisorção, moléculas de adsorvato são adsorvidas sobre a superfície do material de forma não específica, formando ligações de Van Der Waals, onde as forças formadas são fracas e de longo alcance fazendo possível a desorção (SING, 1985). Na fisisorção, o adsorvato conserva sua natureza química e adsorve-se formando camadas sucessivas, mas não se forma uma segunda camada sem terminar de completar a anterior. Na quimisorção, o processo é específico, com formação de ligações químicas covalentes ou por pontes de hidrogênio, onde as interações são fortes e de curto alcance. A espécie adsorvida sofre transformações e a energia de adsorção envolvida é maior do que a energia de fisisorção. A quimisorção só é possível numa única camada (FULVIO, 2009).

3.8.4. Fluorescência de raios X (FRX)

A fluorescência de raios X é uma técnica de análise elementar, onde os elementos presentes na amostra e suas concentrações são determinadas pelas intensidades dos raios X característicos (radiação secundária, fluorescente, característica dos componentes químicos) induzidas por transições eletrônicas entre os orbitais mais internos dos átomos após bombardeio por feixes raios X provenientes de um tubo em condição de elevada diferença de potencial, com energia suficiente (JENKINS, 1989). A intensidade e os ângulos de reflexão da radiação secundária permitem a análise qualitativa e quantitativa dos elementos constituintes, por meio de cristais analisadores e detectores específicos mediante uma prévia calibragem. (ANTONIASSI, 2010).

A técnica pode ser realizada por dispersão de energia ou de comprimento de onda, nesse, do espectro policromático apenas as linhas características individualizadas são captadas pelo cristal analisador, enquanto o primeiro todo o espectro elementar é captado simultaneamente o que torna a técnica mais barata, mas menos sensível e com maior interferência espectral (JENKINS, 1989).

A técnica possui vantagens quanto à simplicidade na preparação das amostras, e facilidade em ser automatizada, fornecendo análise multielementar rápida. Concomitantemente a desvantagem da técnica é a absorção das radiações primárias que dificulta a análise quantitativa (NASCIMENTO, 1999).

3.8.5. Difração de raios X (DRX)

A primeira lei da difração de raios X foi desenvolvida por Bragg, sendo que a equação dessa lei é $n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$ (onde λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, “ n ” ao número inteiro relacionado com comprimentos de onda (ordem de difração), “ d ” à distância interplanar e “ θ ” corresponde ao ângulo de incidência dos raios X). A lei mostra que o feixe incidente normal ao plano de difração produz um feixe difratado que é sempre coplanar e que o ângulo entre o feixe difratado e o transmitido é sempre duas vezes o ângulo incidente normal à superfície (CULLITY; STOCK, 2001). Os raios dispersos por todos os átomos dos planos estão em fase e eles sofrem interferência construtiva para formar um feixe difratado em certa direção. Em todas as outras direções, fora do plano, os feixes dispersos não estarão em fase, ou seja, irão sofrer interferência destrutiva (CULLITY; STOCK, 2001).

O método DRX identifica as fases que compõem a amostra a partir das distâncias interplanares ou da posição angular das células cristalinas, que são compostas por planos diretamente relacionados com o raio atômico e os tipos de ligação de cada um dos átomos. No difratograma, os reflexos estão relacionados com a posição, intensidade e forma da estrutura cristalina, permitindo assim a caracterização da composição mineralógica dos minerais (JENKINS, 1989). A identificação das fases constituintes da amostra se dá pela comparação do difratograma gerado com um difratograma padrão coletado e inserido em um banco de dados cristalográficos, o ICDD (International Center for Diffraction Data). Esse método também dá a oportunidade de determinar os parâmetros de rede e avaliar o grau de cristalinidade (JENKINS, 1989).

3.8.6. Ensaio de flexão

Materiais cerâmicos por natureza são frágeis, ou seja, absorvem a energia aplicada sobre até se deformar a um ponto crítico no qual fraturam sem aviso prévio (falha catastrófica). Assim, são caracterizados como materiais de baixa tenacidade, que praticamente não possuem regime plástico de deformação (BEREZOWSKI, et al, 2002).

Para caracterização quanto às propriedades mecânicas utiliza-se o ensaio de flexão, que pode ser classificado como ensaios de flexão de três ou quatro pontos. Neste ensaio os corpos de prova podem ter seção transversal circular, quadrada ou retangular. É um procedimento de baixo custo e de execução rápida, porém possui a desvantagem de apresentar grandes variações no nível de resistência medida em função das dimensões dos corpos de prova e do modo de aplicação da carga. (BEREZOWSKI, et al, 2002). Os resultados obtidos no ensaio de flexão são: módulo de ruptura na flexão, módulo de elasticidade, módulo de resiliência e módulo de tenacidade.

3.8.7. Retração linear de queima

A eliminação da água de conformação, bem como alguns aditivos (ligantes e plastificantes poliméricos), produz uma redução nas dimensões de peças cerâmicas após secagem e sinterização, (SANTOS, 2013), fenômeno denominado retração linear. A intensidade desta retração é influenciada pelo tipo de sinterização, sendo que a sinterização por fase líquida é a mais influente (MELCHIADES, et al., 2001).

Deseja-se o mínimo de retração para manutenção dimensional da massa cerâmica. Um mecanismo para isso é evitar variações de composição das matérias primas e formular massas que apresentam baixa sensibilidade às variações naturais do processo de fabricação (MELCHIADES, et al., 2001).

3.8.8. Absorção de água

Absorção de água pode ser definida como o processo pelo qual um líquido é transportado para o interior dos poros de um corpo sólido (ABNT/NBR 30 : 2001). Entretanto, o aumento da massa por absorção de água não está relacionado com a porosidade do corpo, mas sim, ainda que de uma maneira não linear, com a temperatura de queima e composição do corpo sólido (MENEZES, et al., 2002).

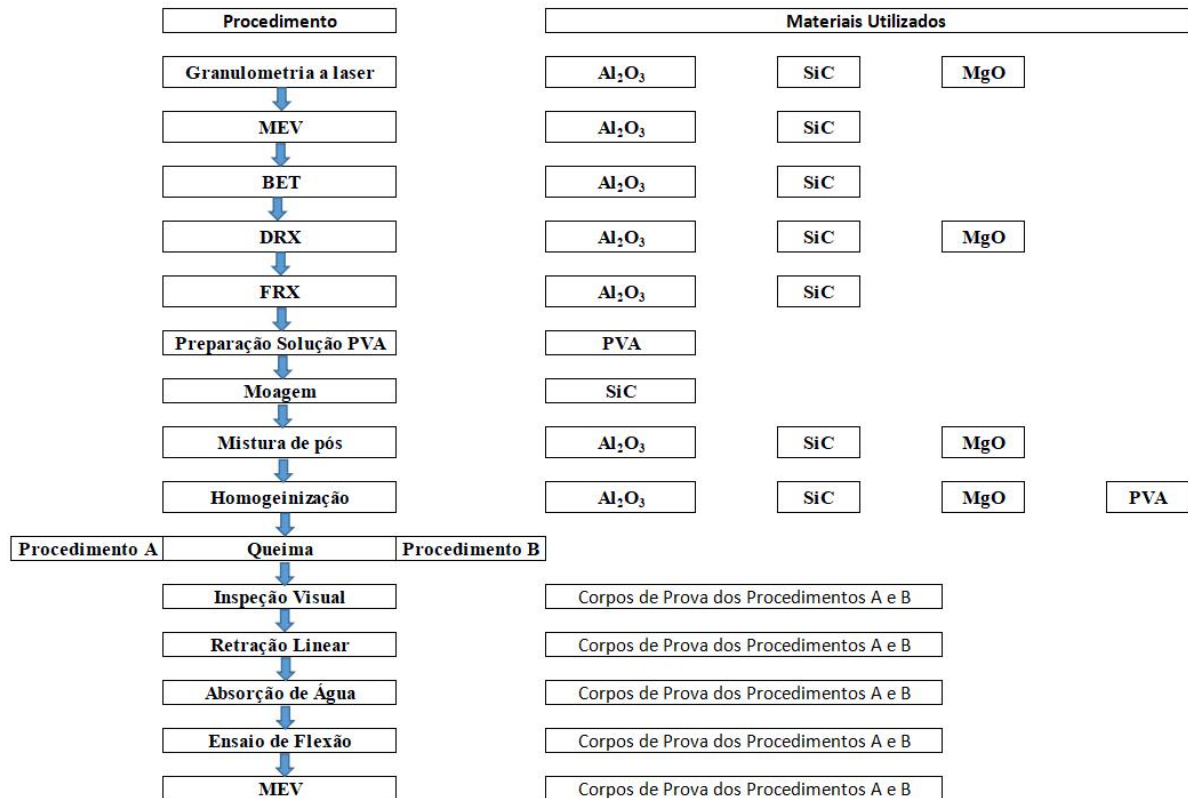
A quantidade total de água exigida para levar um material da condição seco para a condição úmida saturada é definida como a capacidade de absorção de água de um corpo

sólido. Conforme o teor de umidade e a composição do material há um aumento do volume aparente, isso se deve ao fato da tensão superficial da água manter as partículas do material afastadas. Quando há uma quantidade excessiva daquela requerida para a condição saturada com a superfície seca, essa condição é denominada umidade superficial (EFFTING, 2014).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Na Figura 12 estão esquematizadas as etapas que foram realizadas no trabalho.

Figura 12 - Fluxograma dos materiais e métodos utilizados no trabalho.



Fonte: Próprio autor.

4.1. Materiais

Neste trabalho foram usadas amostras de SiC cedidas pela Saint-Gobain Brasil, Al₂O₃ calcinado comercial adquirido no Armazém das Artes, MgO da marca Proquímios de grau analítico PA (pró análise), 97 %) e PVA da Sigma Aldrich 80 % hidrolisado e peso molecular médio 9 ~10 kg mol⁻¹.

4.2. Metodologia

4.2.1. Preparação solução aquosa de PVA

A solução de PVA 35 % p/p foi preparada aquecendo água entre 80° C a 110° C e adicionando o polímero em estado granulado lentamente (aguardando a dissolução da massa

anterior) durante aproximadamente 1,5 horas, neste período foi adicionada mais água para compensar a evaporação.

4.2.2 Moagem

Foi realizada a moagem do SiC no moinho planetário Fritsch Pulverisette 5 por 40 minutos no moinho planetário a 300 rpm, com esferas de zircônia de $20 \cdot 10^{-3}$ m de diâmetro.

4.2.3. Preparações das misturas de pós cerâmicos

As misturas foram preparadas variando o teor de incorporação de SiC (5 %, 10 % e 15 %) e mantendo fixa a porcentagem de 1% de MgO, como mostra a Tabela 3.

Tabela 3 - Massas utilizadas nas misturas de pós para confecção dos corpos de prova.

Porcentagem de SiC	0%	5%	10%	20%
SiC	0 kg	$1,175 \cdot 10^{-3}$ kg	$2,350 \cdot 10^{-3}$ kg	$4,700 \cdot 10^{-3}$ kg
MgO	0 kg	$0,235 \cdot 10^{-3}$ kg	$0,235 \cdot 10^{-3}$ kg	$0,235 \cdot 10^{-3}$ kg
Al ₂ O ₃	$23,5 \cdot 10^{-3}$ kg	$22,09 \cdot 10^{-3}$ kg	$20,915 \cdot 10^{-3}$ kg	$18,565 \cdot 10^{-3}$ kg

Fonte: Próprio autor.

4.2.4. Homogeneização da mistura de pós com solução de PVA

Em um béquer (feito de vidro borossilicato, volume de $50 \cdot 10^{-6}$ m³), para cada corpo de prova, em $23,5 \cdot 10^{-3}$ kg da mistura dos pós cerâmicos foi adicionado $1,5 \cdot 10^{-3}$ kg da solução de PVA. Em seguida foi realizado homogeneização manual utilizando uma espátula de aço.

4.2.5. Prensagem dos Corpos de Prova

O processo de conformação dos corpos de provas foi realizado em uma prensa hidráulica SL12 MARCA SOLAB, com controle manual e um molde de aço. As dimensões da base do molde são de aproximadamente $62 \times 21 \cdot 10^{-3}$ m (adaptado de CARVALHO, 2015). Moldando um paralelepípedo de aproximadamente $8 \cdot 10^{-3}$ m de espessura. A tensão utilizada foi de aproximadamente $1,2 \cdot 10^8$ N m⁻² e foi mantida por 120 segundos. Após a prensagem, os corpos de prova foram mensurados e secos, em estufa, a 110°C por 24 horas. Foram confeccionados 7 corpos para cada composição.

4.2.6. Queima

A queima foi realizada utilizando um forno elétrico com rampas de aquecimento e temperatura máxima de queima de 1700° C.

4.2.6.1. Procedimento A

No processo A foi realizado aquecimento com taxa de 5° C por minuto até temperatura de sinterização utilizada 1400° C, esta temperatura foi mantida por 10 minutos, em seguida foi realizado o resfriamento dentro do forno por 24 horas. Após retirada do forno foi realizada inspeção visual nos corpos de prova detectar trincas superficiais e outros defeitos visíveis.

4.2.6.1. Procedimento B

No processo B foi realizado aquecimento com taxa de 5° C por minuto até temperatura de 1000° C, seguido de um tratamento térmico de 4 horas de encharque nesta mesma temperatura, e posterior aquecimento com taxa de 5° C por minuto até temperatura de sinterização a 1400° C, esta temperatura foi mantida por 10 minutos, e por fim, foi realizado o resfriamento dentro do forno por 24 horas. Após resfriamento foi realizada também uma inspeção visual no corpo de prova.

4.3. Caracterização das Matérias Primas

4.3.1. Análise granulométrica a laser

As análises de granulometria a laser foram realizadas no granulômetro a laser CILAS 1090 utilizando a teoria de Fraunhofer. O equipamento apresenta faixa analítica de 0,04 a 500 µm, 64 detectores, 100 classificações de tamanho de partículas e 2 emissores de laser para cobrir uma grande faixa analítica. As amostras na forma de pó foram adicionada no reservatório com água para formar a solução coloidal. Foi utilizado um tempo de dispersão com ultra-som de 240 s, e índice de obscuramento de 15 %.

4.3.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises no MEV foram realizadas utilizando o equipamento Hitachi TM 3000, equipado com detector de elétrons secundários, onde foram geradas as imagens da morfologia das amostras. Os pós foram aderidos no porta amostra numa fita de carbono.

4.3.3. Área superficial pelo método BET

As análises de adsorção gasosa foram realizadas no aparelho NOVA 2200e Surface Area & Pore Size Analyzer da Quantachrome Instruments. Em cada amostra foram analisados 7 pontos para plotagem das isotermas. O gás utilizado foi o nitrogênio a 78 K. Foi utilizado um tratamento térmico de 24 horas, em temperatura de 200° C.

4.3.4. Fluorescência de raios X (FRX)

As análises de FRX foram realizadas no Laboratório de Caracterização do DEMAT (CEFET-MG) utilizando o equipamento Shimadzu EDX-720. As análises foram realizadas em pastilhas prensadas com ácido bórico e sob vácuo.

4.3.5. Difração de raios X (DRX)

As análises no DRX, pelo método do pó, foram realizadas utilizando o difratômetro Shimadzu XRD – 7000 nas seguintes condições de operação: radiação $\text{CuK}\alpha$ (35KV/ 40mA), velocidade do goniômetro 0,02° em 2θ por passo, com tempo de contagem de 1 segundos por passo e coletados de 5° a 80° em 2θ . As interpretações dos espectros foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

4.4. Determinações das Propriedades Físicas e Mecânicas

4.4.1. Retração linear (RL)

Com um paquímetro digital Mitutoyo (resolução $\pm 0,01\text{mm}$), foram auferidas as dimensões dos corpos de prova antes e após a sinterização, para análise da retração linear. Para o cálculo foi utilizada a equação 4 (CARVALHO, 2015).

$$R_q = \frac{L_s - L_q}{L_s} \cdot 100 \quad (4)$$

Sendo:

R_q = Variação da retração linear após a queima, em porcentagem;

L_s = Comprimento do corpo de prova antes da queima, em milímetros;

L_q = Comprimento do corpo de prova após a queima, em milímetros;

4.4.2. Absorção de água (AA) e porosidade aparente (PA)

Estes ensaios foram executados de acordo com a norma ASTM C373-72. Os corpos de prova foram deixados em estufa por 24 horas a 100°C em seguida foram pesados utilizando uma balança analítica de precisão (P_s), submersos em água destilada fervendo por 5 horas e resfriados em água por 24 horas. Posteriormente retirou-se a água superficial de cada peça com o auxílio de papel absorvente e as massas foram novamente registradas (P_u). Também foi realizado o peso imerso (P_i) em água de cada amostra. Para realizar os cálculos foram utilizadas as Equações 5 e 6 :

$$AA(\%) = \frac{P_u - P_s}{P_s} \cdot 100 \quad (5)$$

$$PA(\%) = \frac{(P_u - P_s)}{(P_u - P_i)} \cdot 100 \quad (6)$$

Sendo:

AA = Índice de absorção de água (em porcentagem);

PA = Porosidade aparente (em porcentagem);

P_u = Peso da peça saturada em água; úmida (g);

P_s = Peso da peça seca (g);

P_i = Peso da amostra imersa e água (empuxo).

4.4.3. Ensaio de flexão a três pontos

O ensaio de flexão foi realizado utilizando a máquina universal para ensaios AG-X, da Shimadzu. Os parâmetros operacionais foram adaptados Velocidade do travessão foi de 0,1mm/min A tensão de flexão final foi à média da tensão de flexão dos corpos de prova de cada condição. A tensão de flexão é dada pela Equação 7:

$$\sigma_{rt} = \frac{M_{flet} \cdot c}{I_{CG}} = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot t^2 \cdot w} \quad (7)$$

Onde:

C = metade do valor da espessura, em milímetros;

M_f = momento fletor;

I_{CG} = é o momento de inércia em relação ao centro de gravidade

A fórmula matemática para calcular o momento fletor é representada pela Equação 8:

$$M_{flet} = \frac{F \cdot L}{4} \quad (8)$$

Onde:

F = força atingida no ensaio, em Newton (N);

L = distância entre os apoios, em milímetros (mm);

Para calcular o momento de inércia com relação ao centro de gravidade, utiliza-se a Equação 9:

$$I = \frac{w \cdot t^3}{12} \quad (9)$$

Onde:

t = espessura do corpo de prova em milímetros (mm);

w = altura do corpo de prova em milímetros (mm).

4.4.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises no MEV foram realizadas utilizando o equipamento Shimadzu SSX-550, equipado com detector de elétrons secundários, onde foram geradas as imagens da morfologia das amostras. Para tal, as amostras foram recobertas com ouro por *sputtering* utilizando o metalizador Sanyu Electron modelo Quick Coater SC-701, e afixadas no porta amostra com uma fita de carbono.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Caracterização das Matérias-Primas

5.1.1. Granulometria a laser

Os resultados de granulometria a laser para as amostra de Al_2O_3 , SiC (antes e após cominuição), e MgO estão mostrados na Tabela 4.

Tabela 4 - Distribuição granulométrica das matérias primas.

Amostra	D10 (10^{-6} m)	D50 (10^{-6} m)	D90 (10^{-6} m)	D médio (10^{-6} m)
Al_2O_3	0,18	3,07	6,31	3,17
SiC(antes da moagem)	13,08	38,59	72,09	41,00
SiC(após moagem)	5,32	26,88	54,38	28,68
MgO	2,57	6,47	14,96	7,80

Fonte: Próprio autor.

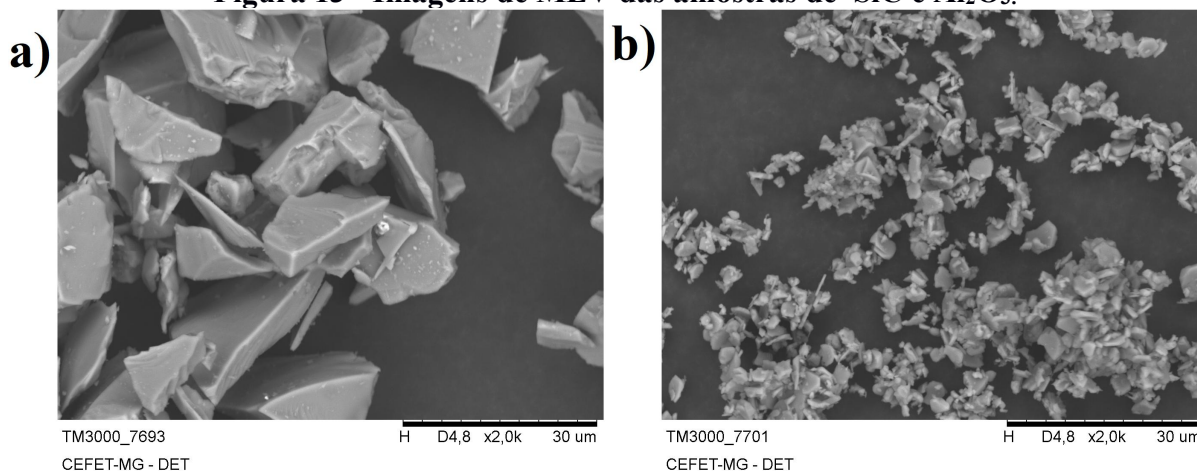
Pode-se observar que dentre os materiais iniciais a amostra de Al_2O_3 apresentou o menor diâmetro médio ($3,17 \cdot 10^{-6}$ m) e o SiC apresentou maior diâmetro médio ($41 \cdot 10^{-6}$ m), mesmo após processo de cominuição ($28,68 \mu\text{m}$ de diâmetro médio).

Os histogramas obtidos pela granulometria a laser estão representados no ANEXO.

5.1.2. Microscopia eletrônica de varredura das matérias-primas

As imagens obtidas no MEV são mostradas na Figura 13. Na Figura 13a é mostrada a morfologia das partículas de SiC (antes de ser realizada a moagem no moinho planetário). Na Figura 13b é mostrada a morfologia das partículas de Al_2O_3 .

Figura 13 - Imagens de MEV das amostras de SiC e Al_2O_3 .



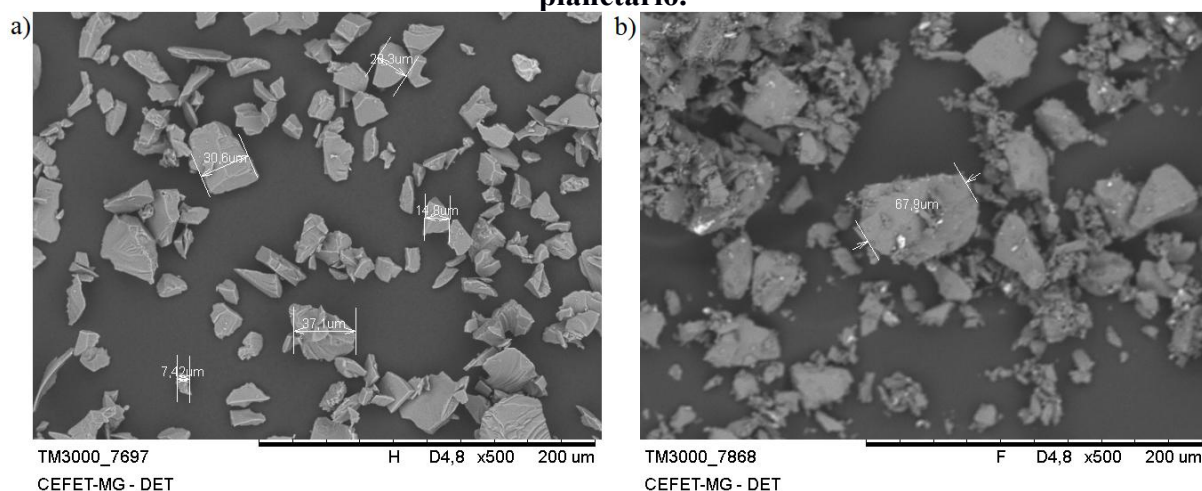
Fonte: Próprio autor

Legenda: a) SiC antes da moagem; b) Al_2O_3 .

Pode-se observar que as partículas de SiC apresentam morfologia irregular, com arestas pontiagudas e as partículas de Al₂O₃ apresentam morfologia irregular e um diâmetro médio menor. Esse resultado está de acordo com os resultados obtidos na granulometria a laser.

Na Figura 14 são mostradas a morfologia das partículas de SiC antes (Figura 14a) e após (Figura 14b) a moagem no moinho planetário.

Figura 14 - Morfologia das partículas de SiC antes e após a moagem no moinho planetário.



Fonte: Próprio autor.

Legenda: a) SiC antes da moagem; b) SiC após moagem.

Comparando as imagens obtidas antes e após moagem do SiC pode-se observar que a distribuição granulométrica após a moagem é mais larga, o que condiz com o resultado da granulometria a laser. Pode-se observar também que as partículas ainda apresentam morfologia irregular apesar que há menos arestas pontiagudas, e há mais aglomerados na amostras pós moagem.

5.1.3. Área superficial pelo método BET

Na Tabela 5 estão apresentados os resultados de BET para as amostra de Al₂O₃, e SiC.

Tabela 5 - Área superficial das matérias primas.	
Amostra	Área superficial (10 ³ m ² kg ⁻¹)
Al ₂ O ₃	2 ± 1
SiC	1 ± 1

Fonte: Próprio autor

Conforme a Tabela 5, ambas as amostras apresentaram área superficial muito baixa.

O baixo valor de área superficial específica para a amostra de SiC está conforme esperado, pois a preparação industrial de SiC pelo processo Acheson gera baixa área superficial ($1 \cdot 10^2 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$ a $1 \cdot 10^3 \text{ m}^2 \text{ kg}^{-1}$), pois a elevada temperatura necessária limita a formação de superfícies específicas maiores (LEDOUX and HUU, 1992; KRAWIEC e KASKEL (2006).

5.1.4. Análise semiquantitativa por espectrometria de fluorescência de raios X (FRX)

A Tabela 6 mostra os resultados da espectrometria de fluorescência de raio X para as matérias-primas utilizadas.

Tabela 6 - Resultado de FRX das matérias-primas.

Alumina (Al_2O_3)		Carbeto de silício (SiC)	
Al	98	Si	98
Na	< 1	Al	1
S	< 1	Fe	< 1
Si	< 1	V	< 1
Ba	< 1	Mn	< 1
Fe	< 1		< 1

Fonte: Próprio autor.

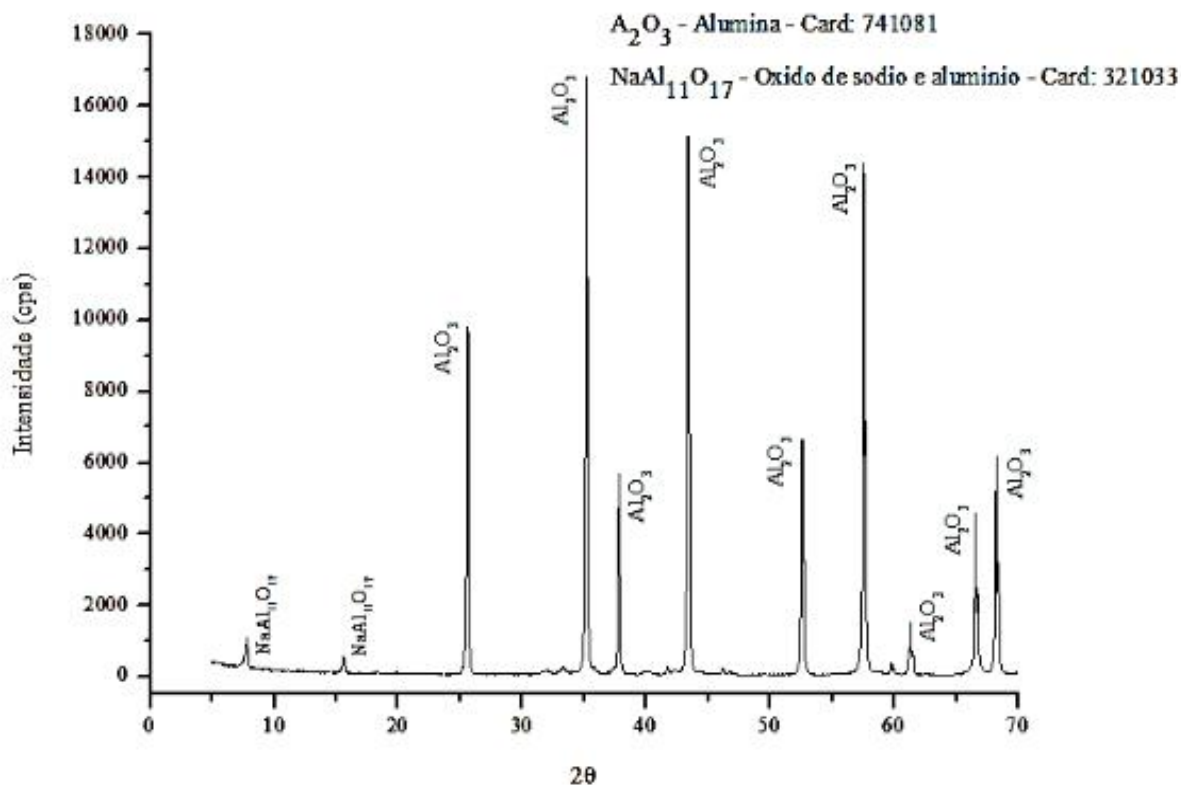
Conforme observado na Tabela 6 a amostra de SiC contém 98 % de silício e de Al_2O_3 contém 97,9% de alumínio indicando que apresentam predominância de SiC e Al_2O_3 .

A presença de sódio é coerente com o processo Bayer, conforme mencionado na Tabela 2. Além, disso o baixo percentual de ferro na amostra de SiC já era esperado por se tratar de amostra advinda do processo de moagem utilizando moinho a ar comprimido, dado fornecido pela Saint-Gobain Brasil.

5.1.5. Análise por difração de raios X (DRX)

Observa-se no difratogramas da amostra de Al_2O_3 (Figura 15) a presença das fases alumina pelos pico aproximadamente em 2θ igual a 26; 35; 38; 43; 53; 57; 62; 66 e 68, correspondente ao card 741081 do banco de dados ICDD pdf 2, e óxido de sódio e alumínio pelos picos próximos a 2θ igual a 9, 16. Essas fases são um indicativo de que essa amostra a foi obtida pelo processo Bayer e não outras rotas menos importantes (processo Alum, rota Al-Isopropóxido, ou processo Iwatani, descritas por Arenare (2008).

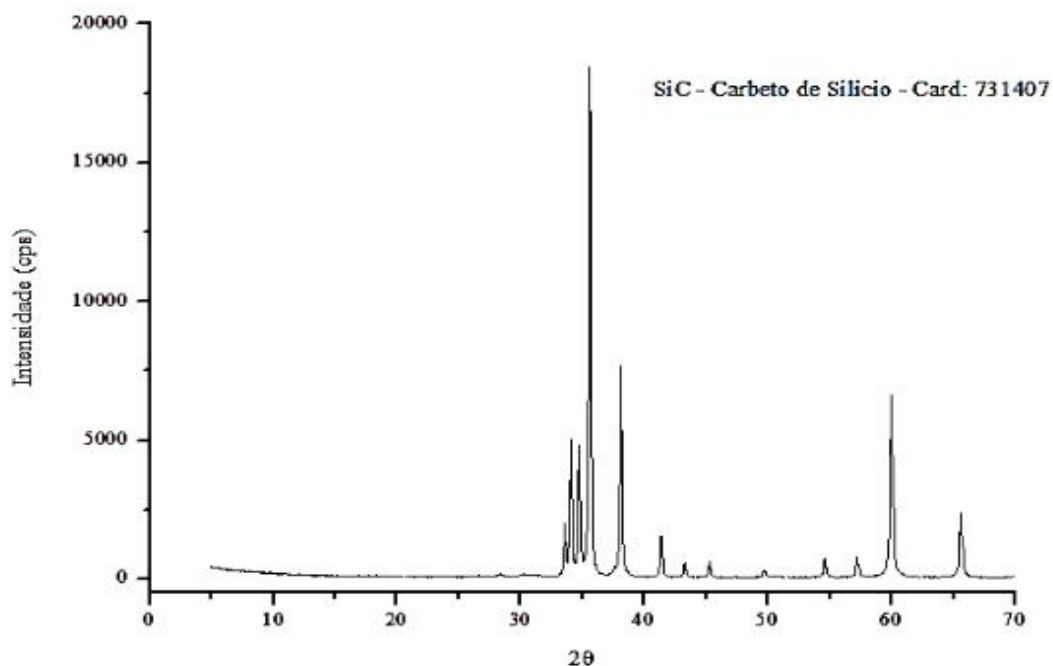
Figura 15 - Difratoograma amostra de Al_2O_3 .



Fonte: Próprio autor.

No difratograma do carbetto silício (Figura 16) foi identificado apenas a fase SiC, pelos picos próximos a 2θ igual a 33; 36; 38 e 60 correspondente ao card 731407, corroborando o resultado do FRX. Vale ressaltar que não foi possível diferenciar as fases α e β do SiC pois estes têm picos característicos de difração, ou seja, as reflexões da fase α sobrepõe às da fase β dificultando a distinção das duas (CAMARGO, 1999).

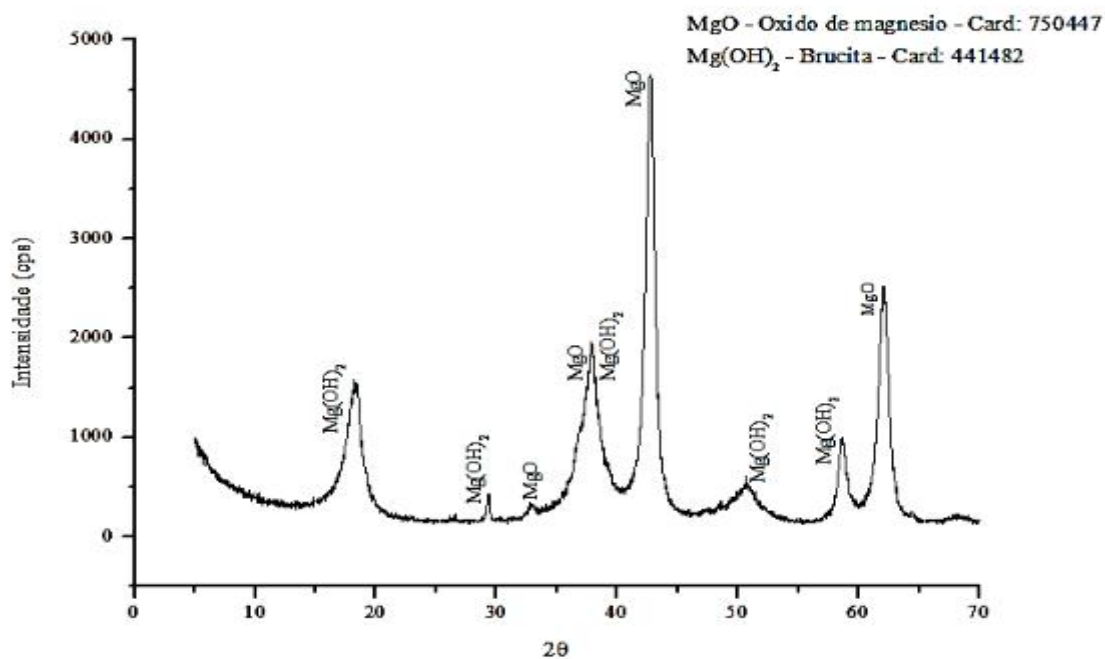
Figura 16 - Difratoograma amostra de SiC.



Fonte: Próprio autor.

Na Figura 17 está evidenciado os resultados da difração de raios X da amostra de óxido de magnésio. O difratograma exibe majoritariamente o MgO, indicado pelos picos próximos a 2θ igual a 33; 38; 42 e 62 correspondente ao card 750447. A fase brucita também encontrada pelos picos 19; 29; 39; 51 e 59 correspondente ao card 441482 é coerente com a rápida hidratação do MgO, formando hidróxido de magnésio (AMARAL, 2007).

Figura 17 - Difratoograma amostra de MgO.



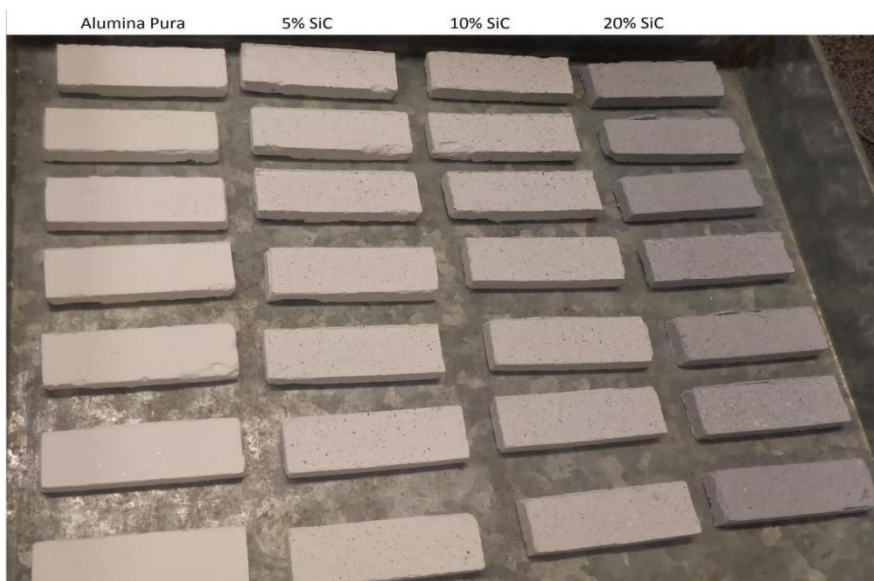
Fonte: Próprio autor.

5.2. Caracterização e Ensaio Mecânicos dos Corpos de Prova

5.2.1. Inspeção visual dos corpos de prova

A análise visual, dos corpos de prova após sinterização, está ilustrada na Figura 18. Observa-se que correu um gradativo aumento de tonalidade de cinza nos corpos de prova com o aumento do teor de SiC. Vale ressaltar que não foi possível observar nenhum defeito superficial nesses corpos de prova.

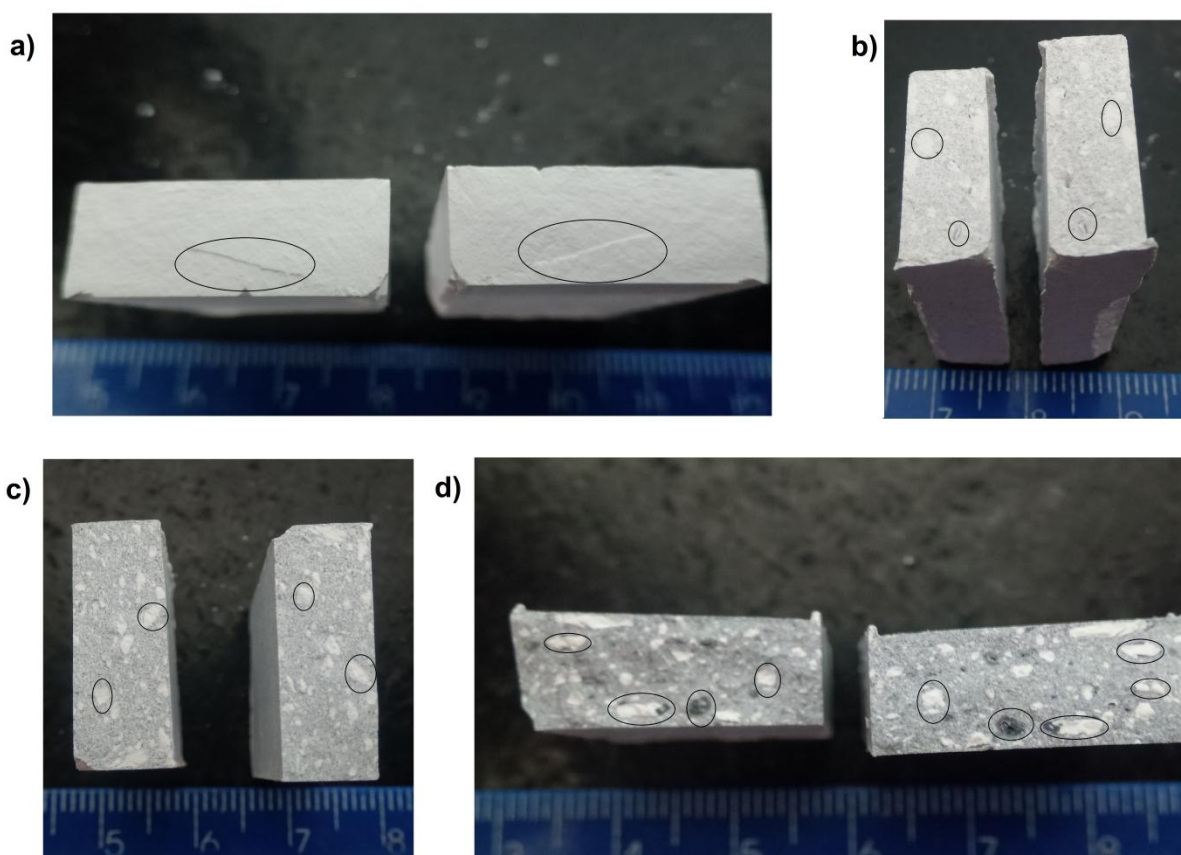
Figura 18 – Imagem dos corpos de prova após sinterização.



Fonte: Próprio autor

Também foi realizada uma análise visual (Figura 19) das fraturas obtidas durante a realização do ensaio de flexão dos corpos de prova, com 0 %, 5 %, 10 % e 20 % de SiC.

Figura 19 - Superfície de fratura dos corpos de prova após ensaio de flexão.



Fonte: Próprio autor.

Legenda: a) 0 % de SiC; b) 5 % de SiC; c) 10 % de SiC; d) 20 % de SiC.

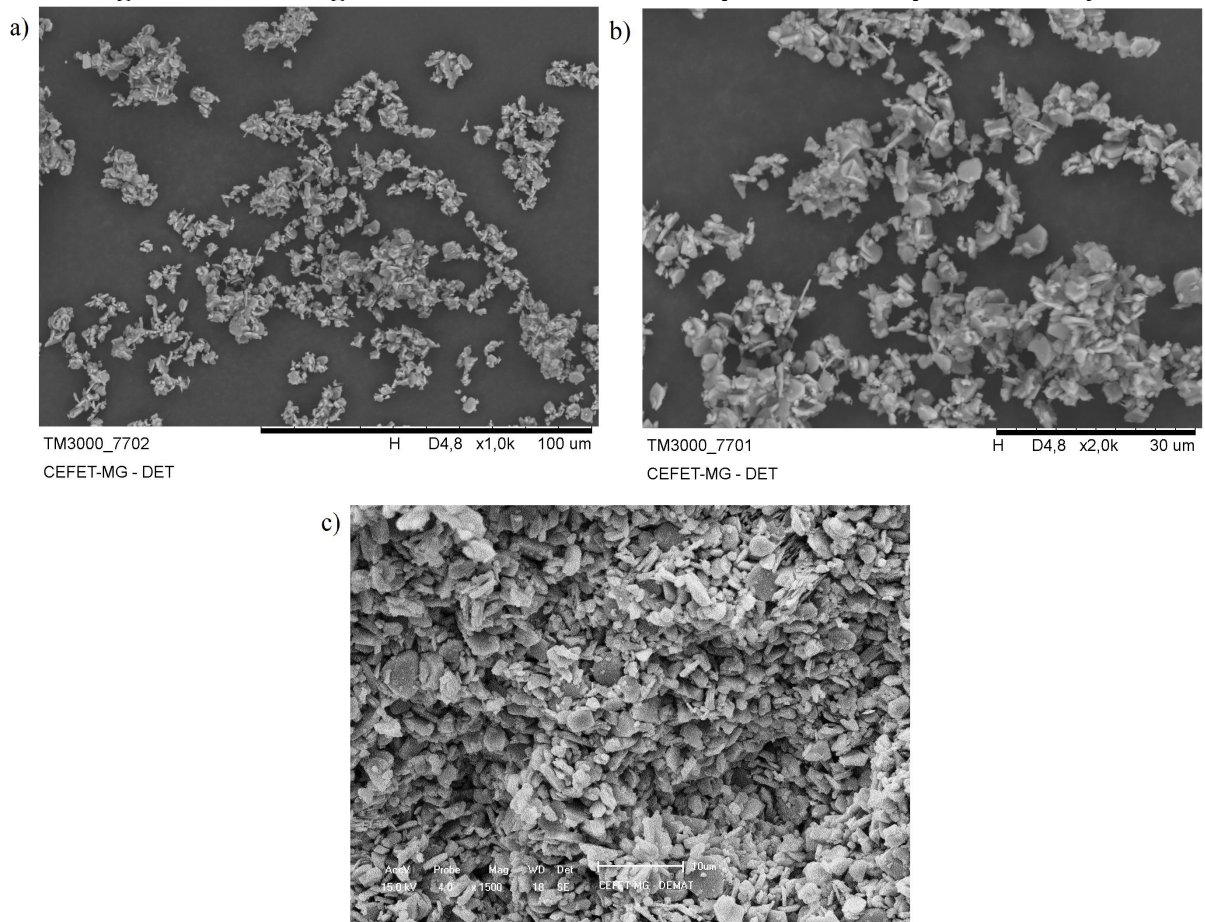
Analisando as imagens da Figura 19, pode-se perceber a segregação do Al_2O_3 ou do MgO (partes brancas circuladas na amostra). Também pode observar que ocorre a segregação de SiC (pontos escuros circulados na amostra). Isso reflete a dificuldade de homogeneização da mistura com o PVA e a elevada inércia química do SiC.

5.2.2. Microscopia de varredura por feixe de elétrons dos corpos de prova sinterizados

Na Figura 20 estão mostradas as micrografias do pó de Al_2O_3 (Figuras 20a e 20b) e corpo de prova de Al_2O_3 sem adição de SiC após sinterização a 1400°C . Observa-se que a morfologia da Al_2O_3 manteve-se irregular e não foi possível observar a coalescência acentuada das partículas que indicaria um crescimento de grãos.

Cabe salientar que as imagens foram obtidas em microscópios diferentes (Shimadzu SSX-550 e Hitachi TM 3000), com distâncias de trabalho diferente, e escalas com 500x de diferença.

Figura 20 - Micrografias da amostra de Al_2O_3 pura antes e após sinterização.

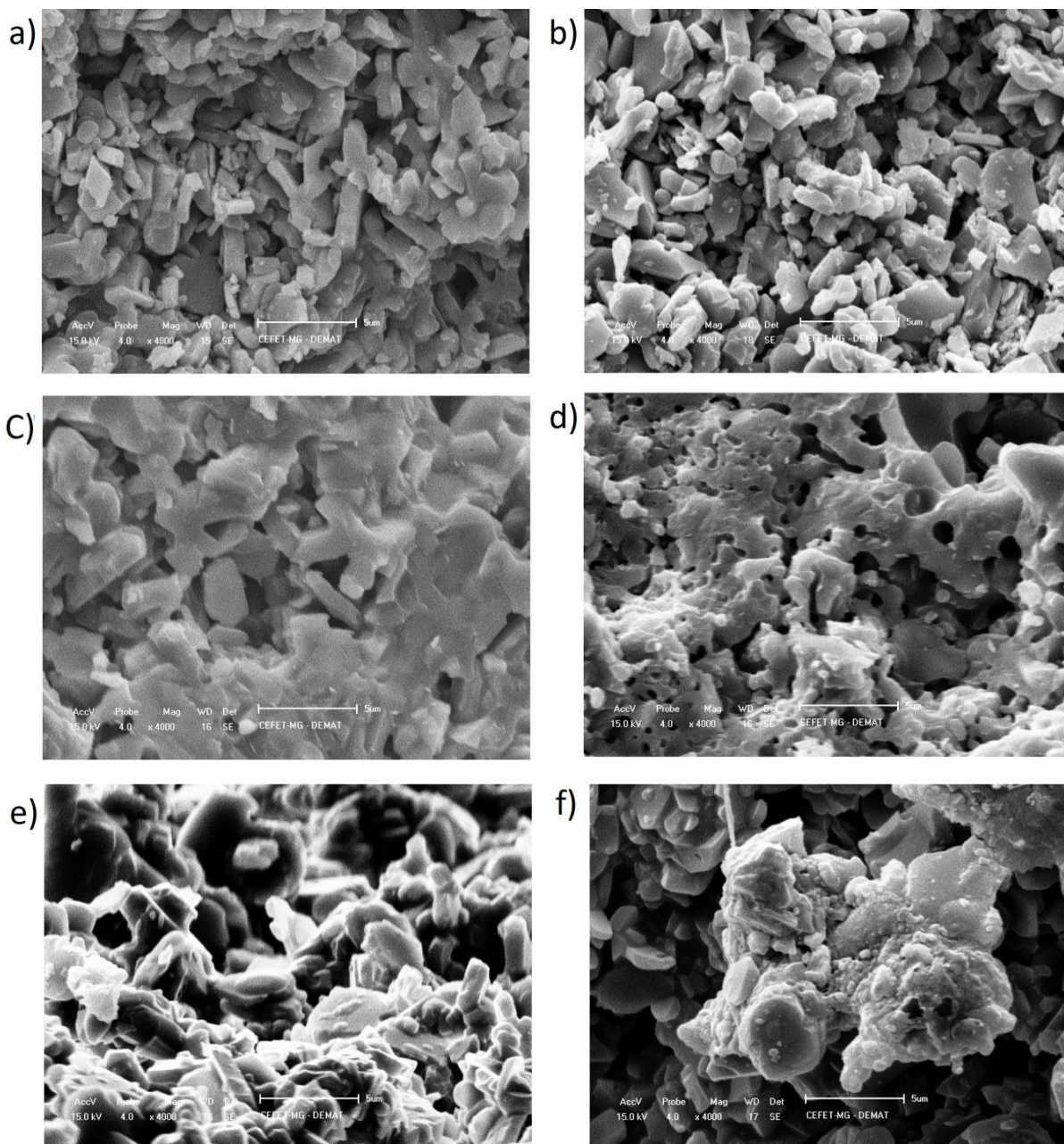


Fonte: Próprio autor.

Legenda: a) Antes da sinterização 1000x; b) Antes da sinterização 2000x; c) Após sinterização 1500x.

Na Figura 21 estão representadas micrografias dos corpos de prova produzidos a partir das misturas após sinterização. As imagens 21a, 21c e 21e, referem-se aos corpos de prova do procedimento B, com 5 %, 10 % e 20 % de SiC, respectivamente. As imagens 21b, 21d e 21f referem-se aos corpos de prova do procedimento A, com 5%, 10% e 20% de SiC, respectivamente.

Figura 21 - Microscopias das fraturas dos corpos de prova após sinterização, com 5%, 10% e 20% de SiC, respectivamente



Fonte: Próprio autor.

Legenda: a) Procedimento B, 5 % de SiC; b) Procedimento A, 5 % de SiC; c) Procedimento B, 10 % de SiC; d) Procedimento A, 10 % de SiC; e) Procedimento B, 20 % de SiC; f) Procedimento A, 20 % de SiC.

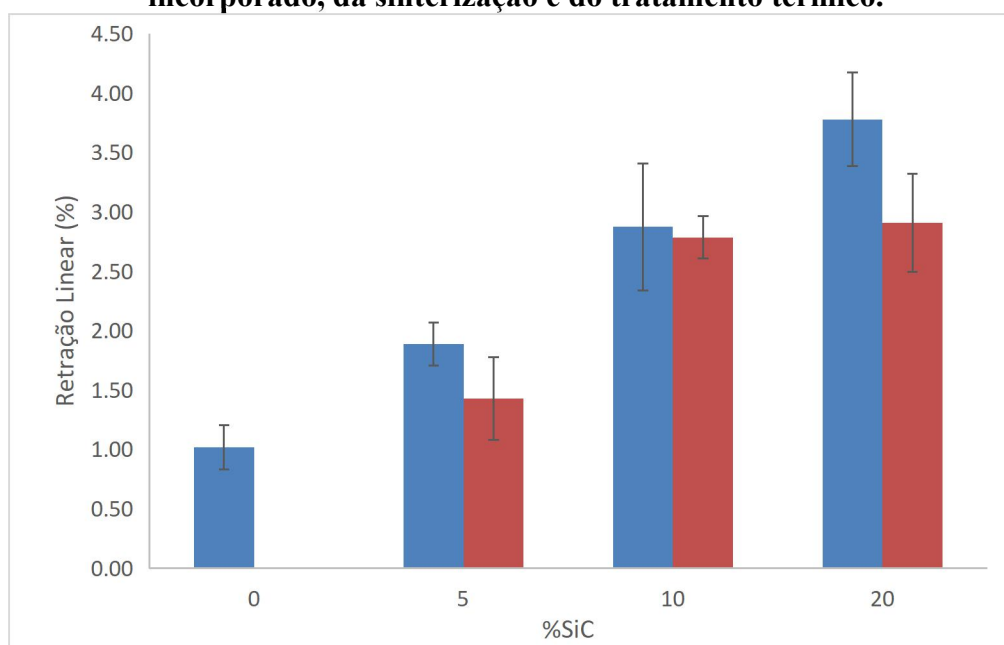
Analisando as imagens da Figura 21 pode se perceber que ocorreu a densificação em todas as amostras, pois as superfícies têm aspecto homogêneo. Particularmente as imagens 21c e 21d apresentam o maior índice de coalescência, indicando a melhor sinterabilidade da mistura com 10 % SiC. Nas imagens 21a e 21b observa-se um crescimento uniaxial do grão com a uma tendência de formação de estruturas prismáticas. Pode-se observar ainda que nas

imagens 21e e 21f ocorre a coalescência, entretanto menos acentuada do que nas imagens 21c e 21d. Considerando que a densificação é proporcional à resistência (WOYDT and SCHWENZIEN, 1993; SKOPP e WOYDT, 1992) espera-se que o Al_2O_3 puro e as misturas com 5 % e 20 % de SiC tenham menor resistência que a mistura com 10 % de SiC.

5.2.3. Retração linear

No gráfico plotado na Figura 22 está mostrado o comportamento de retração linear dos corpos de prova mediante o aumento do teor de SiC incorporado.

Figura 22 – Resultado de retração linear dos corpos de prova em função do teor de SiC incorporado, da sinterização e do tratamento térmico.



Fonte: Próprio autor.

Legenda: Azul representa procedimento A; vermelho representa procedimento B.

As amostras apresentaram aumento da retração linear com o aumento do teor de SiC, chegando ao máximo de retração em 3,78 % para amostra do procedimento A e 2,91 % para amostra do procedimento B, com 20 % de incorporação de SiC.

Apesar de se esperar que as partículas de SiC, por terem uma granulometria maior, além de serem mais rígidas e quimicamente inertes em relação ao Al_2O_3 , promoveriam redução na retração linear da matriz por efeito de ancoramento, foi observado um aumento da retração linear.

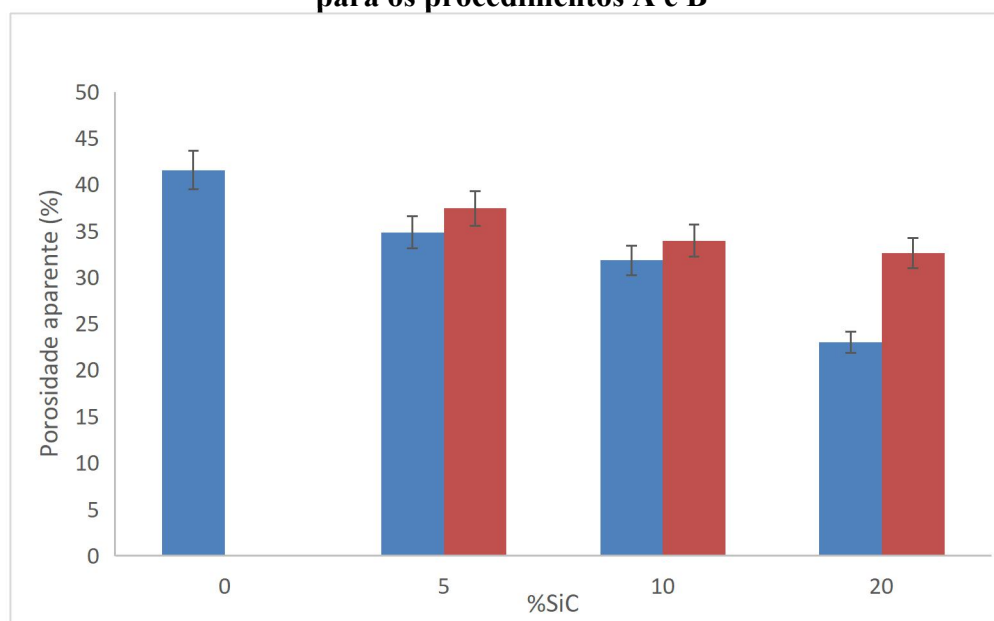
Comparando com a literatura, Tonello et al. (2010) estudando o comportamento de retração linear com carbetos de nióbio (NbC) e carbetos de tântalo (TaC), considerando a granulometria da Al_2O_3 sendo $0,39 \cdot 10^{-6}$ m, NbC sendo $1,42 \cdot 10^{-6}$ m e TaC sendo $3,48 \cdot 10^{-6}$ m.

m) observou que o aumento do teor de carbonetos reduziu a retração linear. Uma hipótese para este resultado não está de acordo com a literatura, pode ser que a adição de MgO afetou a difusão dos elementos durante a sinterização, causando esse fenômeno, entretanto é necessário realizar mais estudos sobre a adição de MgO em matrizes de Al_2O_3 reforçadas com SiC para comprovar os resultados.

5.2.4. Absorção de água e porosidade aparente

Nos gráficos das Figuras 24 e 25 estão ilustrados os comportamentos relativos à porosidade aparente e a absorção de água, respectivamente, dos corpos de prova dos procedimentos A e B, para a incorporação de 0 %, 5 %, 10 % e 20 % de SiC.

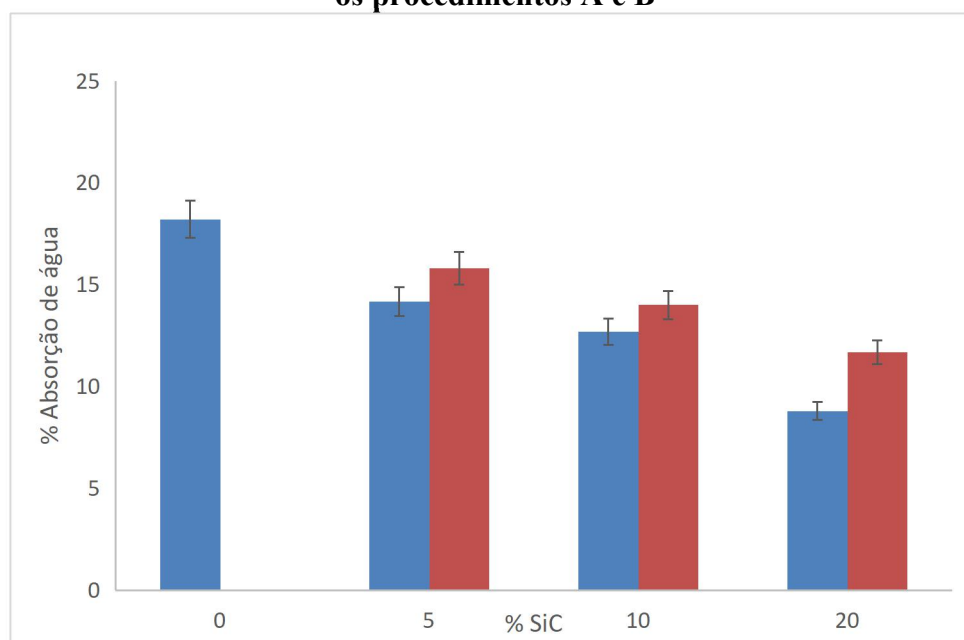
Figura 23 – Resultado de porosidade aparente em função do teor de SiC incorporado, para os procedimentos A e B



Fonte: Próprio autor.

Legenda: Azul representa procedimento A; vermelho representa procedimento B.

Figura 24 – Resultado de absorção de água em função do teor de SiC incorporado, para os procedimentos A e B



Fonte: Próprio autor.

Legenda: Azul representa procedimento A; vermelho representa procedimento B.

Observa-se nas Figuras 23 e 24 que a porosidade aparente a absorção de água diminuíram à medida que se aumenta a porcentagem de SiC na massa cerâmica. Comparando os resultados pode-se afirmar que o melhor resultado (23 % de porosidade aparente e 8,8 % de absorção de água) foi obtido para a composição com adição de 20 % de SiC.

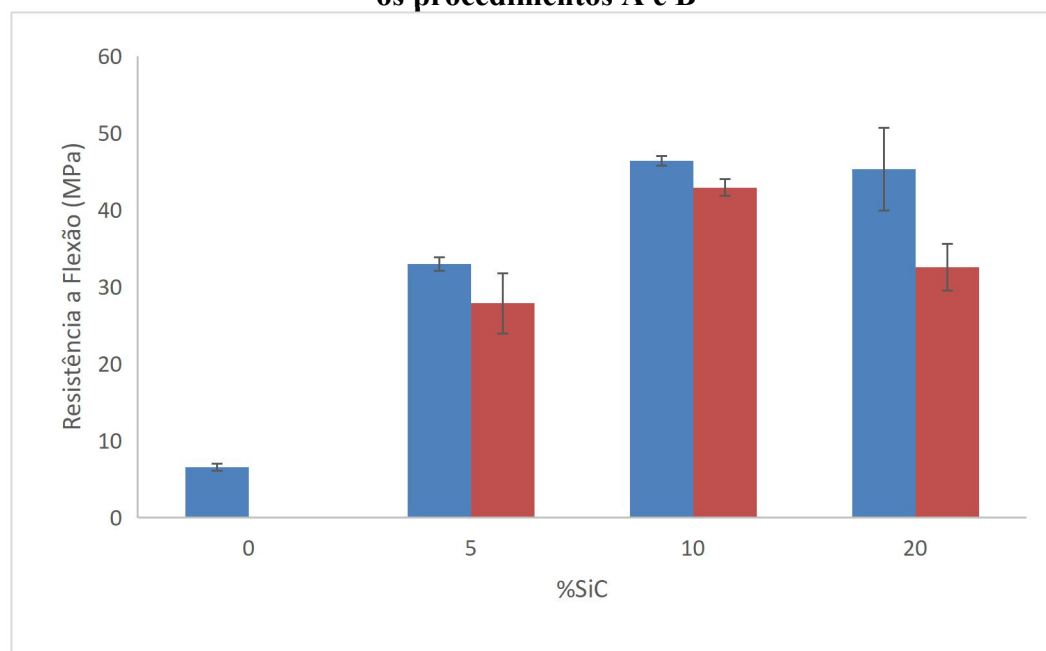
O tratamento térmico comparando com a matriz de alumina, também reduziu a porosidade e a absorção de água mas numa intensidade menor que com a queima direta.

Entretanto vale ressaltar que o alto valor encontrado porosidade aparente a absorção de água pode esta relacionado à presença do PVA na massa. Pois, como a solução de PVA possuía alta viscosidade, essa viscosidade pode ter influência deletéria na homogeneização da mistura (MARAGON, 2008), com conseqüente influência na porosidade. Outro fator que deve ser levado em consideração é que quando as amostras são sinterizadas, além da evaporação da água presente, o PVA degrada e é eliminado do corpo de prova aumentando a porosidade.

5.2.5. Resistência à flexão

O resultado de resistência mecânica realizado por ensaios de flexão a três pontos está apresentado na Figura 25.

Figura 25 – Resultado de resistência a flexão dos corpos de prova, por teor de SiC para os procedimentos A e B



Fonte: Próprio autor.

Legenda: Azul representa procedimento A; vermelho representa procedimento B.

Pode-se observar que o melhor valor de resistência ($46,4 \cdot 10^6 \text{ N m}^{-2}$) foi obtido com a adição de 10 % de SiC, apesar que considerando a margem de erro este resultado é equivalente ao resultado com 20 % de SiC para o procedimento A, já para o procedimento B, houve uma queda de 25%.

Como evidenciado na inspeção visual da Figura 19, houve segregação do SiC, o que permite conjecturar que o tratamento térmico permitiu maior segregação deste componente, reduzindo a resistência a flexão. Este comportamento foi relatado na literatura por Tieg e Becher (1986) após adição de 30 % em volume de SiC em Al_2O_3 ocorre decréscimo da resistência.

Comparando com o corpo de prova produzido com Al_2O_3 puro a adição de SiC aumentou quase 8 vezes a resistência mecânica dos corpos de prova. Este resultado é coerente com a análise das micrografias das fraturas, no qual se observou a melhor densificação do composto com 10 % de SiC e também coerente com a segregação do SiC na amostra de 20%, observada na inspeção visual da superfície de fratura após o ensaio de flexão.

O tratamento térmico realizado a 1000^0 C apresentou resultados melhores comparado com a matriz pura na qual foi realizada o procedimento A, contudo comparando com as respectivas proporções de SiC nas quais foi realizado o procedimento A, os valores são inferiores. Isso mostra que queimas rápidas sem tempo de encharque provavelmente

permitem a atuação do MgO como refinador de grão, permitindo melhores propriedades mecânicas. Portanto este fenômeno deveria ser melhor investigado em trabalhos futuros.

6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados de análise granulométrica, morfológica e química, foi possível verificar que o SiC utilizado nesse trabalho possui morfologia irregular e tamanho de partículas da ordem de $35 \cdot 10^{-6}$ m, com elevada pureza. A alumina também possui morfologia irregular, alta pureza e tamanho de partículas da ordem de $6 \cdot 10^{-6}$ m.

Foi possível obter a tenacificação da matriz de alumina com adição do SiC e queima a 1400° C. Sendo que dentre as adições de SiC avaliadas (5 %, 10 % e 20 %) a incorporação de 10 % em massa obteve a melhor performance, uma vez foi a adição que apresentou maior resistência a flexão (46 MPa). As micrografias dos corpos sinterizados mostraram que a incorporação de 10 % de SiC foi a que melhor indicou a presença da densificação, pois observa-se uma maior coalescência entre os grãos.

Ainda de acordo com os ensaios realizados pode-se concluir que a adição de SiC promove o aumento da retração linear do compósito, logo um cuidado especial deve ser tomado para os casos com necessidade da manutenção dimensional. Além disso, o aumento do teor de SiC promove a diminuição da absorção de água e da porosidade do compósito, o que em tese aumenta a vida útil destas cerâmicas, além de conferir uma melhor propriedade de resistência ao choque térmico.

A utilização do MgO para promover o refino de grão, com intuito de melhorar ainda mais a resistência mecânica, apresentou um efeito contrário, provavelmente, isto ocorreu devido ao fato de que a quantidade de MgO utilizada (1 %) e o tratamento térmico de 4 horas a 1000° C não foram suficientes para promover tal modificação. Sendo necessários mais estudos para avaliar este fenômeno.

Atualmente as técnicas para incorporação de SiC em Al_2O_3 trabalham com tamanho de partículas mais fina, de ordem nanométrica, além de temperaturas de sinterização 1600° C e da utilização de técnicas de conformação mecânica mais elaboradas, como por exemplo prensagem a quente. Entretanto, o resultado obtido permite concluir que mesmo em condições mais econômicas, pode-se obter uma boa tenacificação.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1- Utilização de ácido poliacrílico (PAA) ao invés do PVA, pois este adsorve mais na superfície da alumina em comparação com PVA.

- 2- Realizar ensaio de compressão diametral ao invés do ensaio de flexão, pois as trincas não atuam como concentradores de tensão, a tensão compressiva supera a de tração, e esta é uniformemente distribuída no corpo de prova, gerando resultados mais confiáveis.

- 3- Estudar a influência da umidade relativa durante o preparo das misturas realizadas no moinho planetário, utilizando um dessecador acoplado com higrômetro e com soluções saturadas de NH_4NO_3 ou KCl ou sílica em gel para diferentes graus de umidade relativa (64 %, 85 % e 10 % respectivamente).

- 4- Utilizar PEG em conjunto com PVA, para abaixar a Tg do PVA.

- 5- Adicionar derivados de lignina ao PVA para aumentar a energia de ativação das reações de degradação térmica, pois a remoção do ligante da amostra prensada via tratamento térmico reduz ao mínimo o módulo de Young tornando frágil.

8. REFERÊNCIAS

- ADAMSOM, A.W. Physical Chemistry of surfaces. 5. ed. New York: John Wiley & Son, 1990
- ALVES A. K.; Análise de Distribuição de Tamanho de Partícula por Difração de Laser. Aula de Análise Instrumental. LACER, PPGEM, UFRGS, 2011.
- ANDREU, J. C. Minerais industriais - Aluminas. 12º Congresso Brasileiro de mineração. 2007. ALCOA Disponível em: <<http://www.ibram.org.br/sites/700/784/00000941.pdf>> Acessado em 10/05/2017
- ANTONIASSI, J, L. A difração de raios x com método Ritveld aplicada a bauxitas de Porto Trombetas, PA. 2010. 129f. Dissertação (mestrado) – Ciências, USP, São Paulo, 2010.
- AMARAL, L. F.; SALOMÃO, R.; FROLLINI, E.; PANDOLFELLI, V. C.; Mecanismos de hidratação do óxido de magnésio, Cerâmica, Ed 53, p. 368-372, 2007.
- AMORÓS, J.L.A. A operação de prensagem: considerações e sua aplicação industrial. Parte I: O preenchimento das cavidades do molde. Cerâmica Industrial, v. 5, n. 5, p. 23-28, 2000.
- AMORÓS, J.L.A. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte II: A compactação. Cerâmica industrial., v 5, n.6, p.14-20. Novembro/dezembro, 2000.
- AMORÓS, J.L. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte III: Variáveis do processo de compactação. Cerâmica industrial, v 6, n.1, p.15-23., 2001.
- ARENARE, D. S.; Caracterização de amostras de bauxita visando a aplicação de métodos de concentração gravítica, Dissertação de Mestrado, Minas Gerais, UFMG, 2008.
- ASM International. Metals Handbook - Powder Metal Technologies and Applications. Materials Park, Ohio : ASM International, v. 7, 1990.
- AZEVEDO, H. V. S. B. efeito da adição de WC e CO na sinterização e propriedades mecânicas da alumina, Dissertação de mestrado, Natal - RN, UFRN, 2016.

BALASUBRAMANIAN, S.; SHANEFIELD, D.J.; NIESZ, D.E. Effect of externally applied plasticizer on compaction behavior of spray -dried powders. J. Am. Ceram. Soc., v 85, n.4, p. 749-754, 2002.

BARSOUM, M. W., Fundamentals of Ceramics, the McGraw-Hill Companies Inc., 1997.

BEREZOWSKI, L. R.; NETO, C. D. M.; MELO, F. C. L. D. Avaliação da resistência mecânica de cerâmicas à base de carbetto de silício. Instituto Tecnológico de Aeronáutica, Divisão de Engenharia Mecânica, 2002.

BRANT, G. Ceramic cutting tolls, state of the art and development trends. Materials Technology, v.1, n.14, p. 17-24, 1999.

CALLISTER, W. D. J. Ciência e engenharia dos materiais: Uma introdução. 7ª edição. Traduzido por SOARES, S. M. S. Rio de Janeiro: LTC editora. Traduzido de Materials science and engineering, an introduction, 2008.

CAMARGO, D; SUZUKI, P. A.; VERNILLI, F.; RIBEIRO, S.; STRECKER, K.; Análise quantitativa de fases β e α no SiC por difratometria de raios X, anais do 43º congresso brasileiro de cerâmica, Florianópolis, SC, 1999.

CARVALHO, J. P. R. G. Estudo dos parâmetros técnicos do adoquim cerâmico com incorporação de resíduo de rocha ornamental. 2015. 126f. Tese (Mestrado) - Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes

CHIMELLI, Caio Pezzi, Processamento, caracterização e propriedades do carbetto de silício (SiC) obtido por sinterização de fase líquida. (COPPE/UFRJ, D.Sc Engenharia Metalúrgica e de materiais), Tese – UFRJ, RJ, 2010.

COSTA, H.S Biomateriais Cerâmicas. Notas de aula. Departamento de engenharia de materiais. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. 2017.

CULLITY, B.D.; STOCK, S.R. Elements of X-Ray Diffraction. 3^a ed., Foxboro: Prentice Hall, 664 p., 2001.

DENG, Z.Y.; ZHOU, Y.; BRITO, M.E.; TANAKA, Y.; OHJI, T. Effects of rare earth dopants on grain boundary bonding in alumina-silicon carbide composites, J. Eur. Ceram. Soc, v.24, p.511-516, 2004.

DJEBAILI, K.; MEKHALIF, Z.; BOUMAZA, A.; DJELLOUL, A.; XPS, FTIR, EDX, and XRD Analysis of Al₂O₃ Scales Grown on PM2000 Alloy, Journal of Spectroscopy, Article ID 868109, 2015. <http://dx.doi.org/10.1155/2015/868109>.

DÖRRE, E.; HÜBNER, H. Alumina, Processing, Properties, and Applications, Ilshner and N.M. Grant, Springer - Verlag, Germany, 1984.

DOURADOS, E.R. Preparação e caracterização de hidroxiapatita nanoestruturada dopada com estrôncio, Dissertação de mestrado. CBPF, Rio de Janeiro, 2006

EFFTING, C. Laboratório de materiais de construção II. Universidade Federal de Santa Catarina. Joinville, 45 p., 2014.

EKKA, P.; Effect of binders and plasticisers on alumina processing. Tese de conclusão de curso. National Institute Of Technology Rourkela, 2011.

FARIA, J.C. Efeito do SiC na microestrutura de rolos cerâmicos de Al₂O₃/mulita. Dissertação de Mestrado. Universidade de Federal de São Carlos, p. 123, 2006.

FERREIRA, V. Processamento e caracterização mecânica e tribológica do compósito Al₂O₃-NbC. Dissertação de mestrado apresentada ao Instituto de Pesquisa Energética e Nucleares – Autarquia associada à Universidade de São Paulo. p. 125. 2001.

FILHO, E. L. G.; Modelagem e simulação de calcinadores de hidróxido de alumínio em leito fluidizado, dissertação de mestrado, Rio de Janeiro, UFRJ, 2012.

FULVIO, P.F. Synthesis and characterization of ordered mesoporous inorganic nanocomposite materials, Kent, Ohio, Kent State University, p.xxii, 210p.2009

HABLITZEL, M. P.; GARCIA, D. E.; HOTZA, D. Interfaces fracas em compósitos de matriz cerâmica de alumina/alumina. *Matéria* (Rio de Janeiro) v. 16, n. 3, 2011.

HWANG, S. J., "The effect of microstructure and dispersoids on the mechanical properties of NiAl produced by mechanical alloying", *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, v. 7, pp. 01-06, 2000.

INSTITUTO OBSERVATÓRIO SOCIAL. Estudo sobre a Cadeia Produtiva do Alumínio na Região Norte do Brasil. São Paulo: s.n., 2008.

JACK, D.H. Sandvik Hard Metal Limited. Conventy, England, 1985.

JENKINS, R. Instrumentation. In: *Modern Powder Diffraction*. Mineralogical Society of America. *Reviews in Mineralogy*, v.20, cap.2, p.19-43. 1989.

JOHNSON, O. T.; ROKEBRAND, P.; SIGALAS, I. Microstructure and Properties of Al₂O₃-SiC Nanomaterials. *Proceedings of the World Congress on Engineering 2014 Vol II*. London, U.K. 2014.

KABEZYA, K. M.; and MOTJOTJI H.; The Effect of Ball Size Diameter on Milling Performance; *J. Material SciEng* 4:149. doi: 10.4172/2169-0022.1000149. 2015

KING, A. G., *Ceramic Technology and Processing A Practical Working Guide*. Noyes publication, William Andrew publishing, USA. 2002.

KNIPPENBERG, W. F., *Philips Res rep*. 18, p. 161-274, 1963.

KRAWIEC, P.; KASKEL, S. Thermal stability of high surface area silicon carbide materials. *Journal of solid state chemistry*. V. 179, i. 8, p.2281-2289. 2006. DOI 10.1016/j.jssc.2006.02.034

LANGE, F.F. Hot pressing behaviour of silicon carbide powders with additions of aluminum oxide. *J. Mater.Sci.*, v.10, p.314-320, 1975.

LEDOUX, M. J.; HUU, C. P. High specific surface area carbide of silicon and transition metals for catalysis, *Catalysis today*, v. 15, p.263-284. 1992.

LERICHE , A.; CAMBIER, F. Synthesis of silicon carbide of different morphologies and the effect of second phase in ceramic composites, *The physics and chemistry of carbides, nitrides and borades*, p. 69-85, 1990.

LI, L. X.; XU, D.; LI, X. Q.; LIU, W. C.; JIA, Y.; Excellent fluoride removal properties of porous hollow MgO microspheres. *New J. Chem.* 2014. DOI: 10.1039/c4nj01361a.

LI, Y.; SHEN, W. Morphology-dependent nanocatalysis: Rod-shaped oxides. *Chem. soc. rev.*, 43. 1543-1574. 2014

LIN, C., HONG, S., LEE, P., "Formation of NiAl-Al₂O₃ intermetallic matrix composite powder by mechanical alloying technique", *Intermetallics*, v. 8, n. 9-11, pp. 1043-1048, Setembro 2000.

LIN, F.J.T.; DE JONGHE, L.C.; Initial Coarsening and Microstructural Evolution of Fast-Fired and MgO-Doped Al₂O₃ , *J. Am. Ceram. Soc.*, v.80, n.11, p.2891-2896, 1997.

LIMA, E. S., Sinterização do SiC com Adição do Compósito Al₂O₃-YAG. 2. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - IME, 2006.

LIMA, T. C. F.; TENÓRIO, J.A.S. Utilização de matéria-prima aglomerada na produção de carbureto de silício em escala-piloto. *Revista da Escola de Minas, Ouro Preto*, 64(3), 341-345, 2011.

MAGDALINOVIC, N.; TRUMIC, M.; TRUMIC, M.; ANDRIC, L.; The optimal ball diameter in a mill. *Physicochem.Probl.Miner.Process.* 48(2),329–339, 2012.

MALVERN, Instruments Limited. *A Basic Guide to Particle Characterization.* 2012.

MANSUR, H. S.; SADAHIRA, C. M.; SOUZA, A. N.; MANSUR, A. A. P. FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde. *Materials Science and Engineering C* 28, p.539–548, 2008. DOI:10.1016/j.msec.2007.10.088

MANTSCH, H. H.; CHAPMAN, D. *Infrared Spectroscopy of Biomolecules*, John Wiley & Sons, New York, 1995.

MARANGON, A.A.S. Compósitos de pva/caulinita e pva/caulinita funcionalizada. Dissertação de Mestre. Programa de Pós-graduação em Engenharia - PIPE. Universidade Federal do Paraná, p. 78, 2008.

MARINS, E. M. Otimização e caracterização microestrutural de cerâmicas de carbetto de silício obtidas com material nacional para so em blindagem balística. Tese de doutorado, Guaratinguetá. Universidade Estadual Paulista, 2008.

MELCHIADES, F.G. et. al. Controle dimensional e do formato de revestimentoscerâmicos. Parte I: Dimensões. *Revista Cerâmica Industrial*, São Paulo, v.6, n.5, p.27-33, set./out. 2001.

MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v.6, n.2, p.303-313. 2002.

MILHEIRO, F.A.C., "Produção e caracterização de pós compósitosnanoestruturados do metal duro WC-10Co por moagem de alta energia", Dissertação. Universidade Estadual do Norte Fluminense, 2006.

MORT, P.R; SABIA, R; NIESZ, D.E; RIMAN, E. Automated generation and analysis of powder compaction diagrams. *Powder technology*.v 79, p.111-119. 1994.

NADER, M; ALDINGER, F.; HOFFMANN, M.J. Influence of α/β -SiC phase transformation on microstructural development and mechanical properties of liquid phase sintered silicon carbide, *J. Mater.Sci.*, v.34, p.441-444, 1999.

NAKAMURA, A. F. A. N.; MOREJON, C. F. M. Avaliação técnica e econômica de dois processos de produção de magnésio. In: Encontro Paranaense de engenharia e ciência, 3., Toledo: Universidade Estadual do Oeste do Paraná, 2013.

NASCIMENTO, V. F. Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de raios X por dispersão de energia (ED-XRF) e por reflexão total (TXRF). Departamento de Ciências Exatas; 1999.

NEUMANN, R.; SCHNEIDER, C. L.; ALCOVER-NETO, A. Caracterização Tecnológica de Minérios. Tratamento de Minérios, v. 4, p. 55-112, 2004.

NIIHARA, K. New design concept of structural ceramics – ceramics nanocomposites. The Centesimal Memorial Issue of Ceramic Society of Japan, v. 99, p, 974, 1991a.

NIU, Y.; ZHANG, X.; ZHAO, J.; TIAN, Y.; LI, Y.; YAN, X.; Preparation, characterization and properties of amine-functionalized silicon carbide/polyimide composite films. RSC Adv., 4, p.28456–28462. 2014. DOI: 10.1039/c4ra02769h

OHJI, T.; JEONG, Y.K.; CHOA, Y.H.; NIIHARA, K.; Strengthening and toughening mechanisms of ceramic nanocomposites, Journal of the American Ceramic Society, v.81, i.6, p.1453-1460, 1998

OLIVEIRA, A. P. A. Influência de fatores físico-químicos na produção de pós de zircônia. Doctoral Thesis .PUC-RJ. 1997.

PROCHAZKA, S. “Sintering of silicon carbide”, In: Proceedings of the Conference on Ceramics for high performance applications, 7-13, Hyanuis, MA, 1973. Brook Hill Publishing Co., 1975.

PROCHAZKA, S.; SCANLAU, R.M.; Effect of boron and carbon on sintering of SiC, J. Am. Ceram.Sc, v.58, n1-2, p.72, 1975.

PURIWAT, J.; CHAITREE, W.; SURIYE, K.; DOKJAMPA, S.; PRASERTHDAM, P.; PANPRANOT, J.; Elucidation of the basicity dependence of 1-butene isomerization

on MgO/Mg(OH)₂ catalysts. *Catalysis Communications* 12.p.80–85. 2010.
DOI:10.1016/j.catcom.2010.08.015

RAHAMAN, M. N. Ceramic processing and sintering. Taylor and Francis Group. CRC Press. 2^a ed. 2003.

RAMARAGHAVULU, R.; BUDDHUDU, S.; Structural and dielectric properties of BaBi₂Nb₂O₉ ferroelectric ceramic powders by solid state reaction method. *Ferroelectrics*, 460, P.57-67. 204. DOI 10.1080/00150193.2014.874924

RANJAN, R.K.; KUMAR, S. Effect of interfacial friction during forging of solid powder discs of large slenderness ratio. *Sadhana*. p.535-543, 2004.

REED, J. S., Principles of Ceramics Processing, John Wiley & Sons, 1995.

REZENDE, D. T., Influência da adição de zircônia na tenacidade à fratura do nitreto de silício obtido via sinterização normal. Dissertação de mestrado, PUC-RJ, 1997.

RICHERSON, David W, Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design, Marcel Dekker, Inc, 1992.

RIGUEIRO, J. P.; PASTOR, J.Y.; LLORCA, J.; ELICES, M.; MIRANZO, P.; MOYA, J.S. Revisiting the mechanical behaviour of alumina/silicon carbide nanocomposites, *Acta Mater*, v.46, i.15, p.5399-5411, 1998

ROCHA, C. D.; Estudo do processamento da alumina visando aplicação em geometria hemisférica. Dissertação de mestrado. Rio de Janeiro, UFRJ, 2011.

RHODES, J.F.; ROOTARE, H.M.; SPRINGSC.A.; PETERS, J.E. Hot pressed Al₂O₃-SiC whiskers composite, artigo apresentado 88^o Annual meeting of the american ceramics society, Chicago, III, 1986

ROSÁRIO, D. C. C.; Estudo da influência dos íons Mg⁺², e Zr⁺⁴ na transição de fase amorfo-gama da alumina. Dissertação de mestrado. São Paulo. USP, 2012.

SAMPAIO, J., ANDRADE, M. e DUTRA, A. Bauxita. CETEM - Centro de Tecnologia Mineral. Rio de Janeiro: s.n., 2005. Capítulo 13.

SANTOS, A. A.; Estudo das variáveis no processo de compactação de pós à base de alumina. Dissertação de mestrado. São Paulo, IPEN. 2012

SANTOS, C. M. F. Quantificação de fases argilominerais em matérias primas cerâmicas pelo método de Rietveld. 152f. Tese (Doutorado) – Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2013.

SCHNEIDER, S.J.; Technical chairman, Engineered materials handbook, v.4, Ceramic and Glasses, ASM International Handbook committee, p752, 1991

SILVA, R. P.; Estudo do processamento e da microestrutura de carbetos de silício ligados por reação, (COPPE/UFRJ, D.Sc Engenharia Metalúrgica e de materiais), Tese – UFRJ, RJ, 2009.

SING, K.S.W.; EVERETT,D.H.; HAUL, R.A.W.; MOSCOU, L.;PIEROTTI, R.A.; ROUQUEROL,J. SIEMIENIEWSKA,T. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity: Pure and Applied Chemistry, v.57, 1985.

SKOPP, A.; WOYDT, ., Ceramic composite materials with improved friction and properties.Tribology international, n.25, p. 61-70, 1992.

STEFANAKI, E. Electron Microscopy: The Basics. Physics of Advanced Materials Winter School. 2008.

SURYANARAYANA, C., "Mechanical alloying and milling", Progress in Materials Science, v. 46, pp. 01-184, 2001.

TIEGS, T. N.; BECHER,P. F. Whisker-Reinforced Ceramic Composites; in Proceedings of the Second International Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines,

Lubeck-Travemunde, FRG, pp. 193-200, April 14-17, 1986. Edited by W. Bunk and H. Hausner. Deutsche Keramische Gesellschaft. V., Bad Honnef, FRG, 1986.

TONELLO, K.P.S.; BRESSIANI, A.H.A.; BRESSIANI, J.C. Sinterização de compósitos à base de alumina com adições de TaC e NbC, 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais - CBECIMat, Campos do Jordão, São Paulo, 2010

UPPALAPATI, M.; GREEN, J.D. Effect of external lubricant on mechanical properties of dry-pressed Green bodies. J. Am. Ceram. Soc., v 88, n.6, p.1397-1402. (2005).

WAHI, R.P.; ILSCHNER, B. Fracture behavior of composites based on Al₂O₃-TiC. Journal of Materials Science. V.15, p.875-885, 1980.

WOYDT, M.; SCHEWENZIEN, J. Dry and water lubricated rolling of Si₃N₄ and SiC based ceramics. Tribology International, n26, p. 165-173, 1993.

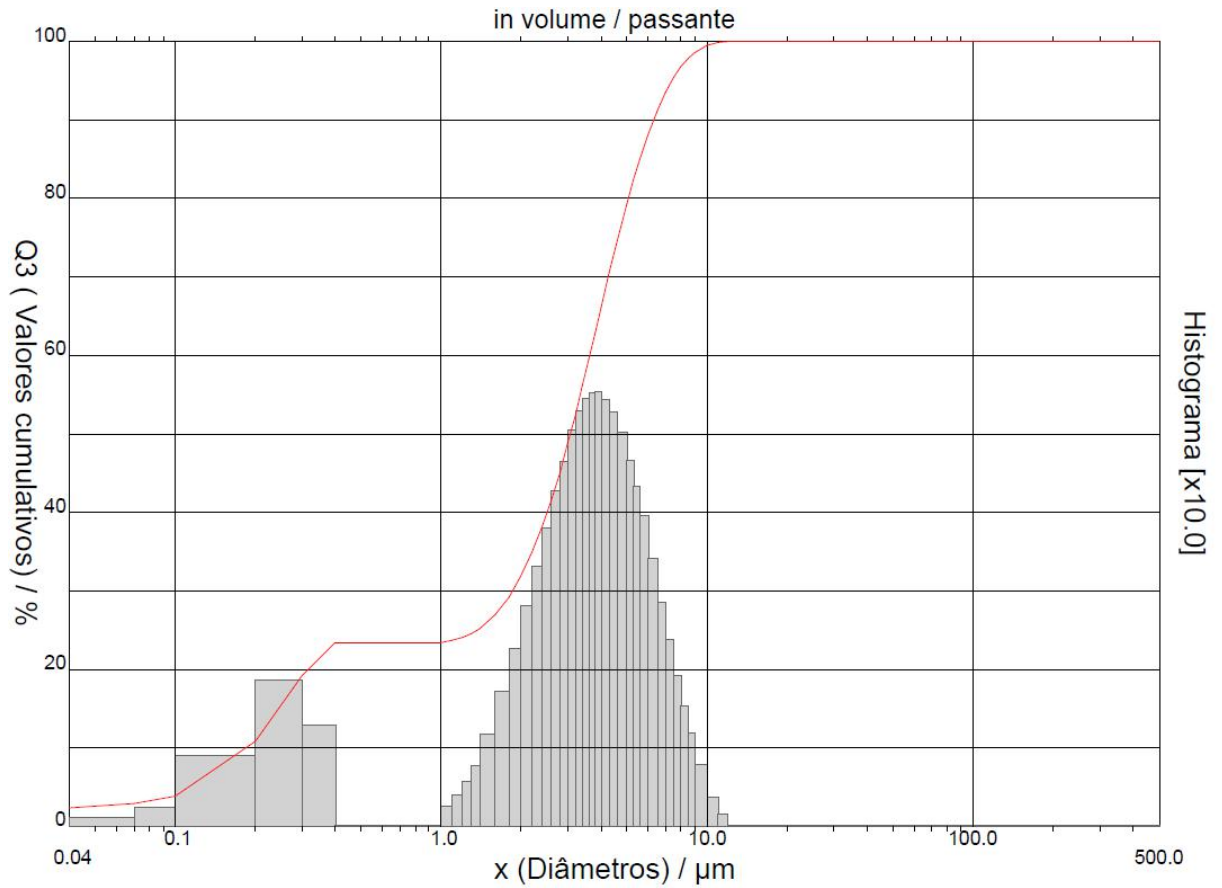
ZHOU, J; DRUZDZEL, A.T.; DUSZCZYK, J. The effect of extrusion parameters on the fretting wear resistance of Al-based composites produced via powder metallurgy. Journal of materials science. V. 34, n. 20, p. 5089-5097, 1999.

ZHOU, Y.; HIRAO, K.; TORIYAMA, M; TANAKA, H. Silicon carbide ceramics prepared by pulse electric current sintering of β-SiC and α-SiC powders with oxide and nonoxide additives, J. Mater. Res, v.14, n.8, p. 3363-3368, 1999.

Anexo 1

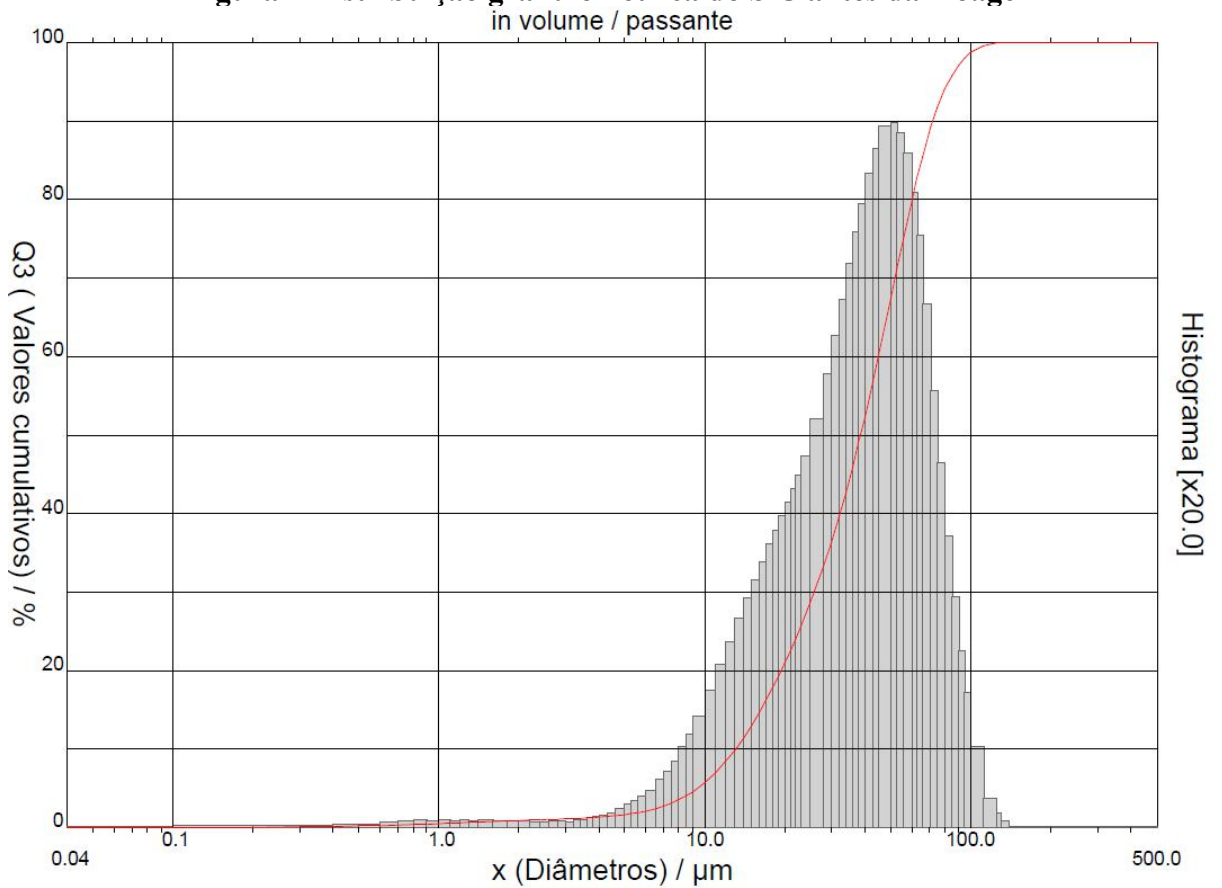
Histogramas de distribuição granulométrica das amostras

Figura 1 Distribuição granulométrica do Al₂O₃



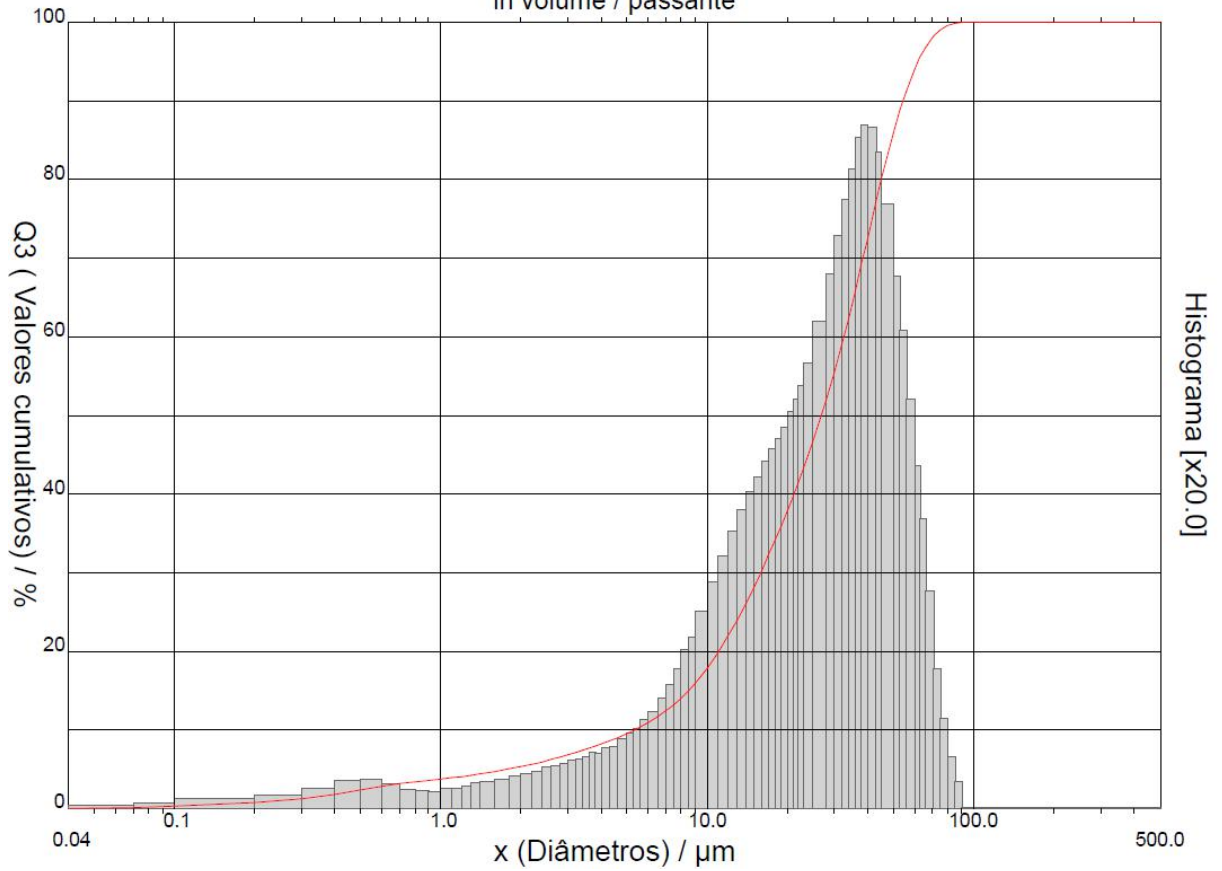
Fonte: Próprio autor.

Figura 2 Distribuição granulométrica do SiC antes da moagem



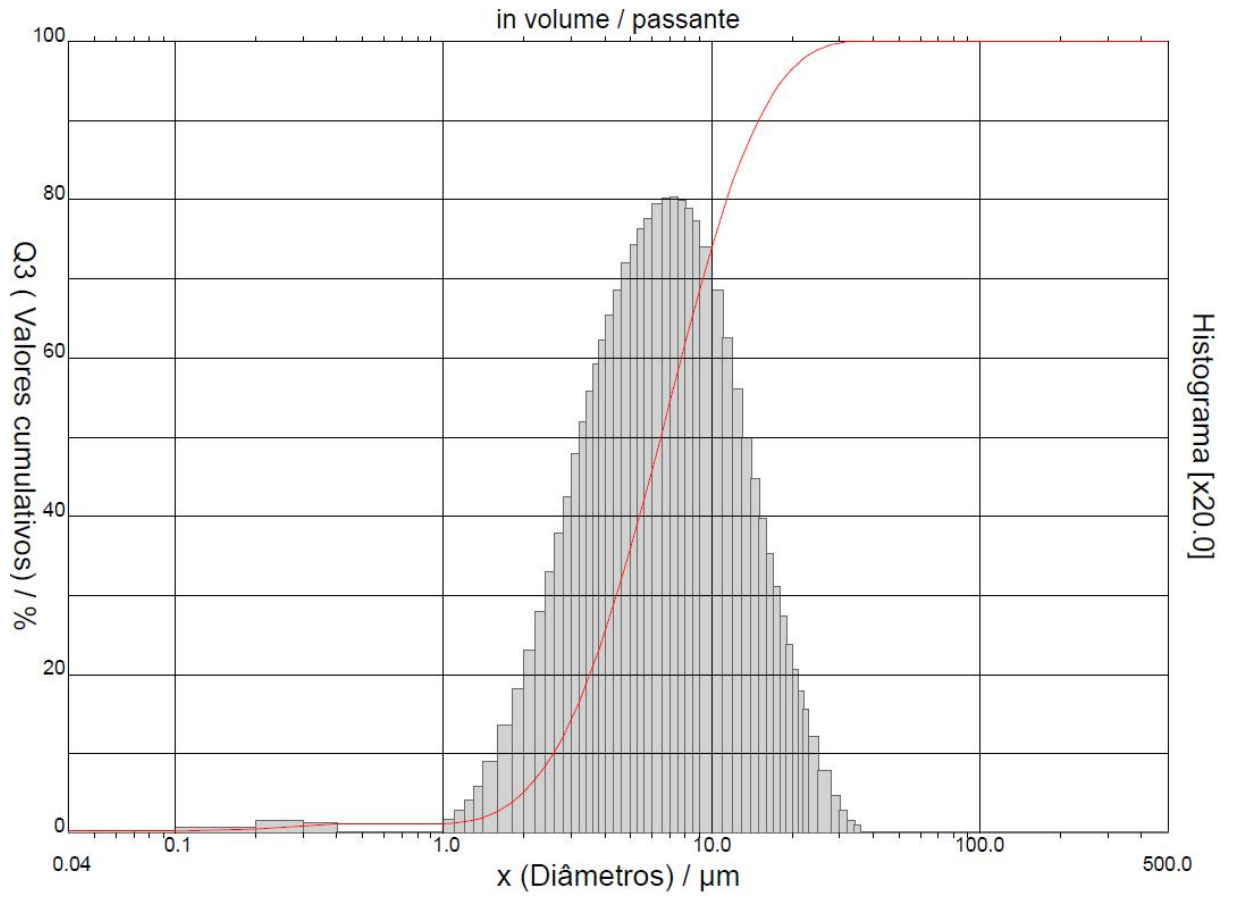
Fonte: Próprio autor.

Figura 3 Distribuição granulométrica do SiC após a moagem
in volume / passante



Fonte: Próprio autor.

Figura 4 Distribuição granulométrica do MgO



Fonte: Próprio autor.