

UNESP
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá

Guaratinguetá
2003



1110000522



***"Desenvolvimento e Estudo da
Viabilidade da Utilização de
Cerâmicas de SiC,
Conformadas com Amido,
em Propulsores de Satélites"***

ELEASAR MARTINS MARINS

206



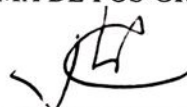
**“DESENVOLVIMENTO E ESTUDO DA VIABILIDADE DA UTILIZAÇÃO
DE CERÂMICAS DE SiC, CONFORMADAS COM AMIDO,
EM PROPULSORES DE SATÉLITES”**

ELEASAR MARTINS MARINS

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA”**

**ESPECIALIDADE: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: PROJETOS E MATERIAIS**

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO

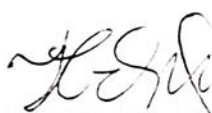


Prof. Dr. José Luz Silveira
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. ELSON DE CAMPOS
Orientador / Unesp-Feg



Prof. Dr. FRANCISCO CRISTOVÃO LOURENÇO DE MELO
Unesp-Feg



Prof. Dr. JOSÉ AUGUSTO JORGE RODRIGUES
INPE/Cachoeira Paulista

Fevereiro de 2003

ELEASAR MARTINS MARINS

DESENVOLVIMENTO E ESTUDO DA VIABILIDADE DA UTILIZAÇÃO
DE CERÂMICAS DE SiC, CONFORMADAS COM AMIDO,
EM PROPULSORES DE SATÉLITES

FACULDADE DE ENGENHARIA
DE GUARATINGUETÁ

BIBLIOTECA

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia do Campus de Guaratinguetá,
Universidade Estadual Paulista, para a
obtenção do título de Mestre em Engenharia
Mecânica na área de Projetos e Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Elson de Campos

Co - Orientador: Prof. Dr. Demétrio Bastos Netto

Guaratinguetá

2003

522



Data: 23/5/03
Valor: 2020.00
C/D/T: D

M339d Marins, Eleasar Martins
Desenvolvimento e estudo da viabilidade da utilização de cerâmicas de SiC, conformadas com amido, em propulsores de satélites / Eleasar Martins Marins. - Guaratinguetá : [s.n.], 2003
113 f. : il.

Bibliografia: f. 166-167

Inclui apêndice

Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2003

Orientador: Prof. Dr. Elson de Campos

Co-orientador: Prof. Dr. Demétrio Bastos Netto

1. Cerâmica I. Título

CDU 666.3



DADOS CURRICULARES

ELEASAR MARTINS MARINS

NASCIMENTO 22 . 06 . 1962 – GUARATINGUETÁ, S.P.

FILIAÇÃO Eleasar Marins
Antonia Martins Marins

1991/1996 Graduação em Licenciatura em Física
UNESP - Guaratinguetá

*é minha primeira professora, D. Maria Nazareth Figueredo
Vieira, que me mostrou com tanto carinho o prazer de aprender.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus, por sua infinita sabedoria e muita paciência de lidar as coisas, pela vida, pelas oportunidades oferecidas e pelos familiares e amigos.

Ao meu orientador e amigo de longa data, Prof. Dr. Elson de Campos, pelo grande incentivo, infinita paciência e disposição e pela orientação sempre presente, o que foi de vital importância na realização desse trabalho.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Demétrio Bastos Neto, pela confiança, pelos ensinamentos e principalmente pelo apoio logístico do LCPINPE.

Ao prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Henri, pelo apoio burocrático fornecido na fase inicial do trabalho e principalmente na montagem do Laboratório de Materiais Cerâmicos.

Aos técnicos Domingos Nazman Neto e Manoel Francisco dos Santos Filho, pela boa vontade, pela qualidade dos serviços e principalmente pelo bom humor, tão difíceis de se encontrar hoje em dia.

Ao amigo Prof. Dr. Flávio de Paula Santos pela amizade, pelo apoio e sugestões nos momentos certos e ao Prof. Emerson Ferreira de Lucena, companheiro de trabalho e de estudos, pelo auxílio no uso da sua turma de reconstrução costural.

As amigas Tereza da Cruz e Flávia Almeida pela ajuda e pela amizade das imagens do ensaio de plasma aquecido.

Aos professores de Física, Química e Matemática da UNESP, em especial à minha primeira professora, D. Maria Nazareth Figueiredo Vieira, que me mostrou com muito carinho o prazer de aprender.

Ao Prof. Dr. Francisco Cristóvão Lourenço de Melo, pelas sugestões, pelo apoio e principalmente pelo fornecimento do SIC e pelo uso do forno de sinterização e do MEV e aos demais funcionários de AMR-UTA que colaboraram com este trabalho.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus, inteligência suprema e causa primária de todas as coisas, pela vida, pelas oportunidades oferecidas e pelos familiares e amigos.

Ao meu orientador e amigo de longa data, Prof. Dr. Elson de Campos, pelo grande incentivo, infinita paciência e disposição e pela orientação sempre presente, o que foi de vital importância na realização desse trabalho.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Demétrio Bastos Netto, pela confiança, pelos conselhos e principalmente pelo apoio logístico do LCP-INPE.

Ao prof. Dr. Luís Rogério de Oliveira Hein, pelo apoio burocrático fornecido na fase inicial do trabalho e principalmente na montagem do Laboratório de Materiais Cerâmicos.

Aos tecnólogos Domingos Hasman Neto e Manoel Francisco dos Santos Filho, pela boa vontade, pela qualidade dos serviços e principalmente pelo bom humor, tão difíceis de se encontrar hoje em dia.

Aos amigos Prof. Dr. Flávio de Paula Santos pela amizade, pelo apoio e sugestões nos momentos certos e ao Prof. Emerson Ferreira de Lucena, companheiro de trabalho e de estudo, pelo auxílio no uso da sua rotina de reconstrução confocal.

Às amigas Tessie da Cruz e Flávia Almeida pela ajuda e pela concessão das imagens do ensaio de platina aquecida.

Aos professores e funcionários do DMT-FEG pela cordialidade e pelo apoio fornecido.

Ao Prof. Dr. Francisco Cristovão Lourenço de Melo, pelas sugestões, pelo apoio e principalmente pelo fornecimento do SiC e pelo uso do forno de sinterização e do MEV e aos demais funcionários do AMR-CTA que colaboraram com esse trabalho.

Aos colegas do LCP-INPE/Grupo de Catálise, Dr. José Augusto Jorge Rodrigues, Dra. Marisa Aparecida Zacharias, pelas análises realizadas no INPE Cachoeira Paulista, CCDM São Carlos e UNESP Araraquara e pelas sugestões sempre acertadas e à sua equipe: Waldinei, Flávia e Bruno pela prestatividade e precisão nas análises.

Ao amigo Eng. Wilson de Freitas Muniz pela amizade e apoio bibliográfico.

Ao amigo Tecnólogo Geraldo Luís da Silva Ribeiro pela amizade, apoio computacional e no projeto e construção do moinho de bolas.

Ao amigo Prof. José Aparecido pela preocupação e pela ajuda nas soluções mecânicas, principalmente na construção do misturador, ferramenta que foi imprescindível na realização deste trabalho.

Ao Prof. Hamilton Augusto Lopes da Costa, da Escola de Especialistas da Aeronáutica pelas intercessões junto à chefia com relação às concessões no horário de serviço.

À minha esposa Eneida e ao meu filho Eleasar (Eli) pelo incentivo e pela paciência à minha ausência física e as vezes, mental.

Ao técnico eletrônico Eloy, sempre presente, pelas soluções práticas, não muito organizadas porém funcionais.

Finalmente à minha mãe D. Antonia, e ao meu saudoso pai Sr. Marins que sempre me incentivaram a confiar em mim e nunca desistir.



MARINS, E. M. Desenvolvimento e estudo da viabilidade de utilização de cerâmicas de SiC, conformadas com amido, em propulsores de satélites. 2003. 132f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) -- Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

RESUMO

O carbeto de silício (SiC) é um material abrasivo, refratário, de alta dureza e resistente a grandes variações de temperatura. Para ampliar as possibilidades de aplicação das cerâmicas de SiC, este trabalho procurou desenvolver peças de geometria complexa e suas possíveis conformações de obtenção, adotando a conformação por consolidação com amido e verificar a viabilidade de seu uso em propulsores de satélites. A técnica usada baseou-se nas propriedades fundamentais do amido e na sua capacidade de formação de gel em água, em temperaturas entre $35 \pm 10^\circ\text{C}$, atuando como ligante e elemento formador de poro. As cerâmicas foram preparadas usando o carbeto de silício e o amido de milho disponíveis comercialmente. Além da originalidade da obtenção de cerâmicas com SiC através da conformação com amido comercial, neste trabalho foi necessário a inclusão de uma nova etapa na fase de homogeneização da mistura utilizada, permitindo um melhor controle da fixotopia do sólido. A caracterização das peças cerâmicas foi realizada por meio do ensaio de flexão por três pontos, baseado no método estatístico de Weibull, a fim de se determinar a resistência mecânica característica e verificar a homogeneidade do material. Além disso, foram realizadas análises de morfometria de superfície, densidade aparente e rugosidade superficial. A análise através de microscopia eletrônica foi feita com o intuito de verificar a homogeneidade da mistura e a qualidade da conformação.

“A ausência de evidências não representa uma evidência de ausência”

Carl Seagan

MARINS, E. M. **Desenvolvimento e estudo da viabilidade da utilização de cerâmicas de SiC, conformadas com amido, em propulsores de satélite.** 2003. 113f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

RESUMO

O carbetto de silício (SiC) é um material abrasivo, refratário, de alta dureza e resistente a grandes variações de temperatura. Para ampliar as possibilidades de aplicação das cerâmicas de SiC, este trabalho procurou desenvolver peças de geometria complexa e com porosidade controlada, utilizando o método de conformação por consolidação com amido e verificar a viabilidade do seu uso em propulsores de satélites. A técnica usada baseou-se nas propriedades fundamentais do amido e na sua capacidade de formação de gel em água, em temperaturas entre 55 e 80 °C, atuando como ligante e elemento formador de poros. As cerâmicas foram preparadas usando o carbetto de silício e o amido de milho disponíveis comercialmente. Além da originalidade da obtenção de cerâmicas com SiC através da conformação com amido comercial, neste trabalho foi necessária a inclusão de uma nova etapa na fase de homogeneização da dispersão coloidal, associando-se ao uso do misturador, um movimento vibratório controlado. Isto permitiu um melhor controle da tixotropia do colóide. A caracterização das peças cerâmicas foi realizada por meio do ensaio de flexão por três pontos, associado ao método estatístico de Weibull, a fim de se determinar a resistência mecânica característica e verificar a homogeneidade do material. Além desse ensaio foram realizados testes de porosimetria de mercúrio, densidade aparente e rugosidade superficial. A análise através de microscopia eletrônica foi feita com a finalidade de verificar a microestrutura do material e a distribuição dos poros. Ao final pôde-se constatar a viabilidade do método, produzindo peças cerâmicas com razoável resistência mecânica, boa homogeneidade e considerável densificação, associado ao baixo custo de produção.

PALAVRAS-CHAVE: cerâmica, conformação com amido, carbetto de silício, propulsores de satélite.

MARINS, E. M. **Development and study of the viability of using SiC ceramics formed by starch consolidation in satellite thrusters.** 2003. 113f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

ABSTRACT

Silicon carbide (SiC) is an abrasive material with refractory properties, besides possessing high hardness and resistance to large temperature gradients. Seeking to broaden the range of applications of these ceramics, this work conducted experiments to obtain SiC bodies of complex geometry and controlled porosity using the forming method of starch consolidation and to verify their viability in satellite thrusters. This technique is based upon the fundamental properties of starch, among them the ability of its granules to absorb water in temperatures between 55 °C and 80 °C, acting as binder and pore forming agent. The ceramics were prepared using silicon carbide and commercially available corn starch. Besides the original work in obtaining SiC ceramics using the forming method of commercial starch consolidation, it was necessary here to include an extra step which consisted in the use of a mixer in a controlled vibration mode during the colloidal dispersion homogenizing phase. This led to a better control of the colloid thixotropy. The ceramics characterization was performed by the three point flexural test, associated with Weibull statistical method, in order to evaluate its characteristic mechanical strength and to verify the material homogeneity. Mercury porosimetry testing, apparent density, and surface roughness measurements were also performed on the ceramics samples. An electronic microscopy was performed in order to verify the material microstructure such a pore shaping distribution. Finally it was been concluded that the present technique is highly viable, yielding reasonable complex ceramic pieces with acceptable mechanical strength, good homogeneity and acceptable densification, besides offering a low cost production.

KEYWORDS: Ceramic, starch consolidation, Silicon Carbide, satellite thrusters.



SUMÁRIO

	LISTA DE FIGURAS	37
	LISTA DE TABELAS	39
	LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	40
	LISTA DE SÍMBOLOS	41
1	INTRODUÇÃO	41
2	REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1	INTRODUÇÃO À CERÂMICA	20
2.2	CLASSIFICAÇÃO DAS CERÂMICAS	20
2.3	PRINCIPAIS ETAPAS DO PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS	24
2.3.1	Métodos de conformação	25
2.3.2	Etapas de secagem	27
2.3.3	Etapas de sinterização	27
2.4	CONFORMAÇÃO COM AMIDO	30
2.4.1	O amido	30
2.5	AMIDO DE MILHO	33
2.6	DEFLOCULANTE	35
2.7	PROPULSÃO DE SATÉLITES	37
2.7.1	Propulsores de propelente líquido	37
2.7.2	Condições de trabalho de um propulsor a monopropelente	42
3	MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1	MATERIAIS	44
3.1.1	Carbeto de Silício (SiC)	44
3.1.2	Formulações	47
3.2	PROCESSAMENTO	48
3.2.1	Etapas do processamento	49
3.2.2	Cerâmicas com formas diversas	53
3.3	CARACTERIZAÇÃO DAS PEÇAS CERÂMICAS	54
3.3.1	Contração	54
3.3.2	Rugosidade	55

3.3.3	Porosimetria de mercúrio	56
3.3.4	Flexão por três pontos	57
3.3.5	Densidade aparente	59
3.3.6	Reconstrução confocal	60
3.3.7	Microscopia eletrônica de varredura	61
3.3.8	Teste em câmara de vácuo	61
3.3.9	Resistência ao choque térmico	62
3.3.10	Análise de compatibilidade química à hidrazina	62
3.3.11	Teste de ablação	63
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	64
4.1	ANÁLISE DO PÓ CERÂMICO E DO AMIDO	64
4.1.1	Análise de densidade real, tamanho das partículas e área específica	64
4.1.2	Análise de difratografia de raios X	64
4.1.3	Análises de microscopia com platina aquecida	66
4.2	ANÁLISE DAS CERÂMICAS	67
4.2.1	Corpos cerâmicos resultantes	67
4.2.2	Contração	68
4.2.3	Rugosidade	69
4.2.4	Resistência mecânica	70
4.2.5	Diâmetro médio dos poros	71
4.2.6	Densidade e porosidade aparente	72
4.2.7	Teste em câmara de vácuo	73
4.2.8	4.2.8 Resistência ao choque térmico	73
4.2.9	Compatibilidade química à hidrazina	74
4.2.10	Teste de ablação	75
4.2.11	4.2.11 Reconstrução confocal	76
4.2.12	Microscopia eletrônica de varredura	85
5	5 CONCLUSÕES	91
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	93
	REFERÊNCIAS	94

APÊNDICE A – Notas sobre propulsores	101
APÊNDICE B – Banco de Testes com simulação de altitude	105
APÊNDICE C – Notas sobre o carbeto de silício	107
APÊNDICE D – Projetos de um moinho de bolas e de um misturador	112

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 –	Principais etapas usualmente envolvidas no processamento de materiais cerâmicos	24
FIGURA 2.2 –	Formação do pescoço entre partículas	28
FIGURA 2.3 –	Processo de gelatinização do amido	32
FIGURA 2.4 –	Análise termogravimétrica do amido de milho	33
FIGURA 2.5 –	Razão de aspecto amido de milho em função da porcentagem da população observada	34
FIGURA 2.6 –	Propulsor a monopropelente	37
FIGURA 2.7 –	Propulsor a bipropelente de 6000 lb	38
FIGURA 2.8 –	Propulsor a bipropelente de 25 lb	38
FIGURA 2.9 –	Propulsor a bipropelente – não refrigerado de 200N de empuxo	41
FIGURA 2.10 –	Abrasão na parede da garganta por falha no “film-cooling”	42
FIGURA 2.11 –	Temperaturas e pressões em função do tempo em um ensaio de propulsor de satélite	43
FIGURA 3.1 –	Etapas do processo de conformação com amido usado neste trabalho	48
FIGURA 3.2 –	Misturador associado a um almofariz elétrico	50
FIGURA 3.3 –	Moldes utilizados	51
FIGURA 3.4 –	Forno tubular de grafite	52
FIGURA 3.5 –	Esquema do molde cilíndrico bipartido utilizado	53
FIGURA 3.6 –	Esquema dos parâmetros para o ensaio de flexão	58
FIGURA 4.1 –	Difratograma de raios X do SiC	65
FIGURA 4.2 –	Difratograma de raios X do SiC*	65

FIGURA 4.3 –	Microscopia com platina aquecida da suspensão de amido de milho	66
FIGURA 4.4 –	Peças cerâmicas de carbetto de silício obtidas por conformação direta com adição de amido – “conformação por consolidação com amido”	67
FIGURA 4.5 –	Diagramas de Weibull,0 para amostras de SiC / SiC* prensadas uniaxialmente e conformadas por consolidação com amido de milho	70
FIGURA 4.6 –	Diagramas de Weibull, para amostras de SiC / SiC* prensadas uniaxialmente e conformadas por consolidação com amido de milho	67
FIGURA 4.7 –	Teste de ablação de uma peça de SiC conformada com amido	75
FIGURA 4.8 –	Microscopia óptica com ampliação de 500x de uma peça de SiC conformada com amido	76
FIGURA 4.9 –	Mapa de elevações – SiC conformado com amido	77
FIGURA 4.10 –	Reconstrução superficial da região 1 – SiC conformado com amido	78
FIGURA 4.11 –	Reconstrução superficial da região 2 – SiC conformado com amido	78
FIGURA 4.12 –	Reconstrução superficial da região 3 – SiC conformado com amido	79
FIGURA 4.13 –	Reconstrução superficial da região 4 – SiC conformado com amido	79
FIGURA 4.14 –	Microscopia óptica com ampliação de 500 X de uma peça de SiC* conformada com amido – regiões1 e 2	80
FIGURA 4.15 –	Microscopia óptica com ampliação de 500 X de uma peça de SiC* conformada com amido – regiões 3 e 4	81
FIGURA 4.16 –	Mapa de elevações – SiC* conformado com amido	82
FIGURA 4.17 –	Reconstrução superficial da região 1 – SiC* conformado com amido	83

FIGURA 4.18 –	Reconstrução superficial da região 2 – SiC* conformado com amido	83
FIGURA 4.19 –	Reconstrução superficial da região 3 – SiC* conformado com amido	84
FIGURA 4.20 –	Reconstrução superficial da região 4 – SiC* conformado com amido	84
FIGURA 4.21 –	Imagem de MEV com ampliação de 200 X – SiC prensado	86
FIGURA 4.22 –	Imagem de MEV com ampliação de 500 X – SiC prensado	86
FIGURA 4.23 –	Imagem de MEV com ampliação de 200 x – SiC* prensado	87
FIGURA 4.24 –	Imagem de MEV com ampliação de 500 X – SiC* prensado	87
FIGURA 4.25 –	Imagem de MEV com ampliação de 200 X – SiC conformado com amido	88
FIGURA 4.26 –	Imagem de MEV com ampliação de 500 X – SiC conformado com amido	88
FIGURA 4.27 –	Imagem de MEV com ampliação de 200 X – SiC* conformado com amido	89
FIGURA 4.28 –	Imagem de MEV com ampliação de 500 X – SiC* conformado com amido	89
FIGURA A1 –	Sistema de controle de atitude com 12 propulsores	104
FIGURA B1 –	Vista externa do BTSA	105
FIGURA B2 –	Vista interna do BTSA	106
FIGURA B3 –	BTSA – câmara de vácuo para propulsores de 200N	106
FIGURA D1 –	Moinho de bolas	112
FIGURA D2 –	Moinho de bolas	113
FIGURA D3 –	Misturador	113

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1 –	Análise das imagens obtidas por microscopia óptica do amido de milho	34
TABELA 4.1 –	Densidade, diâmetro médio e área específica dos pós cerâmicos	64
TABELA 4.2 –	Contração média das peças de carbetto de silício conformadas com amido	68
TABELA 4.3 –	Parâmetros de rugosidade das cerâmicas de carbetto de silício	69
TABELA 4.4 –	Resultados estatísticos dos ensaios de flexão por três pontos	71
TABELA 4.5 –	Diâmetro médio dos poros das cerâmicas de SiC obtidas por porosimetria de mercúrio	72
TABELA 4.6 –	Densidade e porosidade aparentes das cerâmicas de carbetto de silício	72
TABELA 4.7 –	Tensões de ruptura dos corpos de prova após o ensaio de vácuo	73
TABELA 4.8 –	Tensões de ruptura dos corpos de prova após os ensaios de vácuo e choque térmico	73
TABELA 4.9 –	Análise cromatográfica da hidrazina após contato com as cerâmicas de carbetto de silício	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AMR = Divisão de Materiais
ASTM = American Society for Testing And Materials
ATG = Análise Termogravimétrica
BET = Brumauer, Emmett e Teller
BTSA = Banco de Testes com Simulação de Altitude
CTA = Centro Técnico Aeroespacial
DCC = consolidação por coagulação direta
DMT = Departamento de Materiais e Tecnologia
FEG = Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá
HAS = solidificação assistida por hidrólise
IAE = Instituto de Atividades Espaciais
INPE = Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
LAIMAT = Laboratório de Análise de Imagens de Materiais
LCP = Laboratório Associado de Combustão e Propulsão
MEV = Microscópio Eletrônico de Varredura
MMH = Monomethylhydrazine
PEI = polietilenoimina
PVal = álcool polivinílico
PVC = cloreto de polivinila
SEM = scanning electron microscope
TEFLON = Politetrafluoroetileno
UDMH = Unsymmetrical dimethylhydrazine
UNESP = Universidade Estadual Paulista



LISTA DE SÍMBOLOS

σ = tensão de ruptura

σ_0 = resistência característica do material à ruptura

σ_{50} = resistência média à ruptura

Al_2O_3 = óxido de alumínio (alumina)

BaTiO_3 = titanato de bário

H_2 = hidrogênio

Hg = mercúrio

m = módulo de Weibull

m_i = massa imersa

m_s = massa seca

m_u = massa úmida

N = número de amostras

N_2 = nitrogênio

N_2H_4 = hidrazina

N_2O_4 = tetróxido de nitrogênio

NH_3 = amônia

p = porosidade

P = probabilidade de ruptura

p_a = porosidade aparente

pH = logaritmo negativo da concentração hidrogeniônica

R_{3z} = rugosidade média do terceiro pico e vale

R_a = rugosidade média

R_t = rugosidade total

SiC = carbetto de silício

SiO_2 = sílica

TiO_2 = dióxido de titânio

μm = micro-metro = 10^{-6}m

$\text{\AA}$ = Angstrom = 10^{-10}m

bar = 10^5 Pa

K = kelvin (temperatura absoluta)

kV = quilovolt

kgf = quilograma-força

lb = libra-força (4.448222 N)

mbar = milibar (10^{-3} bar)

MPa = mega-pascal

N = Newton

$^{\circ}\text{C}$ = graus celsius

Pa = pascal = N/m^2

psi = pound per square inch = 6894.757 Pa



1 INTRODUÇÃO

O domínio das técnicas de fabricação de cerâmicas tecnológicas e de satélites é sem dúvida um conhecimento estratégico dominado por poucos países no mundo.

Tendo como inspiração essas duas áreas da tecnologia, este trabalho tem como **objetivo principal** a aplicação do carбето de silício no método de conformação de cerâmicas por consolidação com amido, tendo em vista uma futura utilização desses materiais em propulsores de satélites.

Para alcançar o objetivo principal, estabeleceu-se as seguintes metas:

- o levantamento das características do pó cerâmico;
- a verificação da possibilidade da utilização do método de conformação com amido na obtenção de cerâmicas de carбето de silício, principalmente na manufatura de peças de geometria complexa;
- a caracterização das cerâmicas obtidas por conformação com amido comparando-as com outras do mesmo material, porém obtidas por prensagem uniaxial;
- a verificação da resistência das peças obtidas através de ensaios que simulem as condições de trabalho de um propulsor de satélite;

A obtenção de cerâmicas porosas conformadas com amidos quimicamente modificados é uma técnica relativamente nova (LYCKEFELDT; FERREIRA, 1998), com grandes possibilidades de aplicações tecnológicas.

A cerâmica densa de alumina também já foi obtida por conformação com amido comercial (CAMPOS, 2001a, 2001b), **mas o emprego desta técnica para a obtenção de peças de carбето de silício é inédita, justificando esse trabalho.**

Quanto ao método, para se obter peças de geometria complexa, pode-se usar o método de injeção, ou os métodos de conformação direta entre eles o “gel casting”, e o de conformação com amido.

Cada método possui vantagens e desvantagens, para este trabalho, foi escolhido o método de conformação direta por consolidação com amido por ser um método de baixo custo, não necessitando de injetoras e moldes complexos e que não utiliza elementos tóxicos.

Sabe-se que em escala industrial outros métodos de conformação, como a extrusão, são economicamente mais viáveis, mas para o uso em pesquisa em cerâmicas de alta tecnologia, a conformação por consolidação com amido é bastante versátil produzindo peças com bom acabamento final, baixo custo e sem utilizar reagentes tóxicos.

Além de que, o carбето de silício por ser altamente abrasivo, dificulta o seu uso em injetoras ou extrusoras.

Para finalizar, este trabalho é relevante tendo em vista a possível ampliação das aplicações do carбето de silício, com essa nova técnica, devido à possibilidade de conformar peças com geometria complexa e com porosidade controlada.

2.2 CLASSIFICAÇÃO DAS CERÂMICAS

A cerâmica é definida como um material sólido, inorgânico e não metálico, que pode ser formado por processos de fabricação que envolvem a transformação de matérias-primas em produtos finais. De acordo com a Associação Brasileira de Cerâmica (2002), a cerâmica é classificada em cerâmica tradicional e cerâmica avançada.

Cerâmica Vermelha – compreende os materiais cerâmicos utilizados na construção civil (tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas) e também utensílios de uso doméstico e de adorno.

Materiais de Revestimento (Placas Cerâmicas) – são materiais usados na construção para revestimento de paredes, pisos, banheiros, piscinas, etc., mas como azulejos, pastilhas, porcelanatos, grês e outras designações.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 INTRODUÇÃO À CERÂMICA

“As cerâmicas podem ser definidas como compostos que são formados pela aplicação de calor, e as vezes calor e pressão, constituídas de pelo menos um metal e um elemento não metálico sólido, ou um não metal, ou uma combinação de pelo menos dois elementos sólidos não metálicos, ou a combinação de pelo menos dois elementos sólidos não metálicos e outro elemento não metálico” (BARSOUM, 1997).

Os materiais cerâmicos ou cerâmicas compreendem todos os materiais inorgânicos não metálicos, de emprego na engenharia e nas artes, ou produtos químicos inorgânicos (exceto os metais e suas ligas), que são utilizáveis geralmente após tratamento em temperaturas elevadas.

2.2 CLASSIFICAÇÃO DAS CERÂMICAS

O setor cerâmico é amplo e heterogêneo o que induz a dividi-lo em segmentos em função de diversos fatores como matérias-primas, propriedades e áreas de utilização. Dessa forma, o Anuário Brasileiro de Cerâmica (2002) adota a seguinte classificação:

Cerâmica Vermelha – compreende aqueles materiais com coloração avermelhada empregados na construção civil (tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas) e também utensílios de uso doméstico e de adorno;

Materiais de Revestimento (Placas Cerâmicas) – são materiais usados na construção para revestimentos de paredes, pisos, bancadas, piscinas, etc., tais como azulejos, pastilhas, porcelanato, grês e outras designações;



Cerâmica Branca – este grupo é bastante diversificado, compreendendo materiais constituídos por um corpo branco e em geral recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor e que eram assim agrupados pela cor branca de massa, necessária por razões estéticas ou técnicas. Com o advento dos vidrados opacificados, muitos dos produtos enquadrados nesse grupo passaram a ser fabricados, sem prejuízo das características para uma dada aplicação, com matérias-primas com certo grau de impurezas, responsáveis pela coloração. Dessa forma é mais adequado subdividir este grupo em: louça sanitária, louça de mesa, isoladores elétricos, cerâmica artística e cerâmica técnica;

Materiais Refratários – este grupo compreende uma diversidade de produtos, que têm como finalidade suportar temperaturas elevadas nas condições específicas de processo e de operação dos equipamentos industriais, que em geral envolvem esforços mecânicos, ataques químicos, variações bruscas de temperaturas e outras solicitações. Pode-se classificar os produtos refratários quanto a matéria-prima ou componente químico principal em: sílica, sílico-aluminoso, aluminoso, magnésiano-cromítico, cromítico-magnésiano, **carbeto de silício**, grafita, carbono, mulita, zircônia, zirconita, espinélio e outros;

Isolantes Térmicos – os produtos deste segmento podem ser classificados em:

a) refratários isolantes que se enquadram no segmento de refratários;

b) isolantes térmicos não refratários, compreendendo produtos como vermiculita expandida, sílica diatomácea, diatomito, silicato de cálcio, lã de vidro, lã de rocha e lã ou fibra cerâmica, que podem ser utilizados, dependendo do tipo de produto, até 1100 °C; e

c) fibras ou lãs cerâmicas que apresentam características físicas semelhantes as citadas no item “b”. Porém, tais cerâmicas apresentam composições tais como sílica,

silica-alumina, alumina e zircônia que, dependendo do tipo, podem chegar à temperatura de utilização de 2000 °C ou mais.

Fritas e Corantes – estes dois produtos são importantes matérias-primas para cerâmicas que requerem determinados acabamentos.

Frita (ou vidrado fritado) é um vidro moído, fabricado por indústrias especializadas a partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. É aplicado na superfície do corpo cerâmico que, após a queima, adquire aspecto vítreo. Este acabamento tem por finalidade aprimorar a estética, tornar a peça impermeável, aumentar a resistência mecânica e melhorar ou proporcionar outras características.

Corantes constituem-se a partir de óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos obtidos a partir da mistura de óxidos ou de seus compostos. Os pigmentos são fabricados por empresas especializadas, inclusive por muitas das que produzem fritas, cuja obtenção envolve a mistura de matérias-primas, calcinação e moagem. São adicionados aos vidrados ou aos corpos cerâmicos para conferir-lhes coloração e efeitos especiais.

Abrasivos – são considerados como produtos cerâmicos por utilizarem matérias primas e processos semelhantes aos da cerâmica. Entre os produtos mais conhecidos podemos citar o óxido de alumínio eletrofundido e o **carbeto de silício**;

Vidro, Cimento e Cal – são três importantes segmentos cerâmicos e que, por suas particularidades, são muitas vezes considerados à parte da cerâmica;

Cerâmica de Alta Tecnologia ou Cerâmica Avançada – geralmente atribui-se ao desenvolvimento dos capacitores cerâmicos de titanato de bário (BaTiO_3) e às velas de ignição de alumina (Al_2O_3), na década de 40, o surgimento de um novo grupo de materiais chamados de cerâmicas avançadas. São consideradas como cerâmicas avançadas todos os materiais cerâmicos obtidos com matérias-primas puras, normalmente sintéticas processadas em condições muito controladas. São utilizadas



normalmente em indústrias que exigem alta tecnologia como: eletrônica, aeroespacial, automobilística e automotiva (ZAVAGLIA, 1991).

As cerâmicas avançadas são classificadas de acordo com suas funções em: eletroeletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas, mecânicas, biológicas e nucleares.

De acordo com o Anuário Brasileiro de Cerâmica (2002), as matérias primas empregadas na fabricação de produtos cerâmicos são classificadas em naturais e sintéticas.

A maior parte das cerâmicas, da mesma forma que os metais, formam estruturas cristalinas. Entretanto, ao contrário dos metais, suas estruturas cristalinas não contêm um grande número de elétrons livres. Os tipos de ligações predominantes nestes cristais são as ligações iônicas e covalentes; porém, é possível a ocorrência de ligações de caráter metálico e ligações devido à força de Van der Waals e segundo Norton (1973), para a maioria dos silicatos não se pode supor como força de ligação exclusivamente uma das mencionadas, porque geralmente é uma combinação delas.

Um fenômeno de grande interesse é o polimorfismo; que ocorre quando compostos, sílica por exemplo, podem apresentar diferentes estruturas cristalinas. Em cada estrutura, os íons e a relação entre o número de cátions e o número de ânions é a mesma, porém os arranjos cristalinos diferem entre si. As diferentes estruturas são estáveis em diferentes faixas de temperatura. Pequenas quantidades de impurezas podem provocar a ocorrência de uma estrutura cristalina particular (NORTON, 1973).

2.3 PRINCIPAIS ETAPAS DO PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS

O processamento dos materiais cerâmicos é uma arte antiga, porém uma ciência relativamente nova, que tem por objetivo produzir componentes, a partir de pós, que atendam às especificações de desempenho, confiabilidade, uniformidade e reprodutibilidade.

Baseado em Pandolfelli et al. (2000), as principais etapas envolvidas no processamento de materiais cerâmicos, a partir de sistemas particulados, que podem ter sido beneficiados ou processados, são descritas na Figura 2.1.

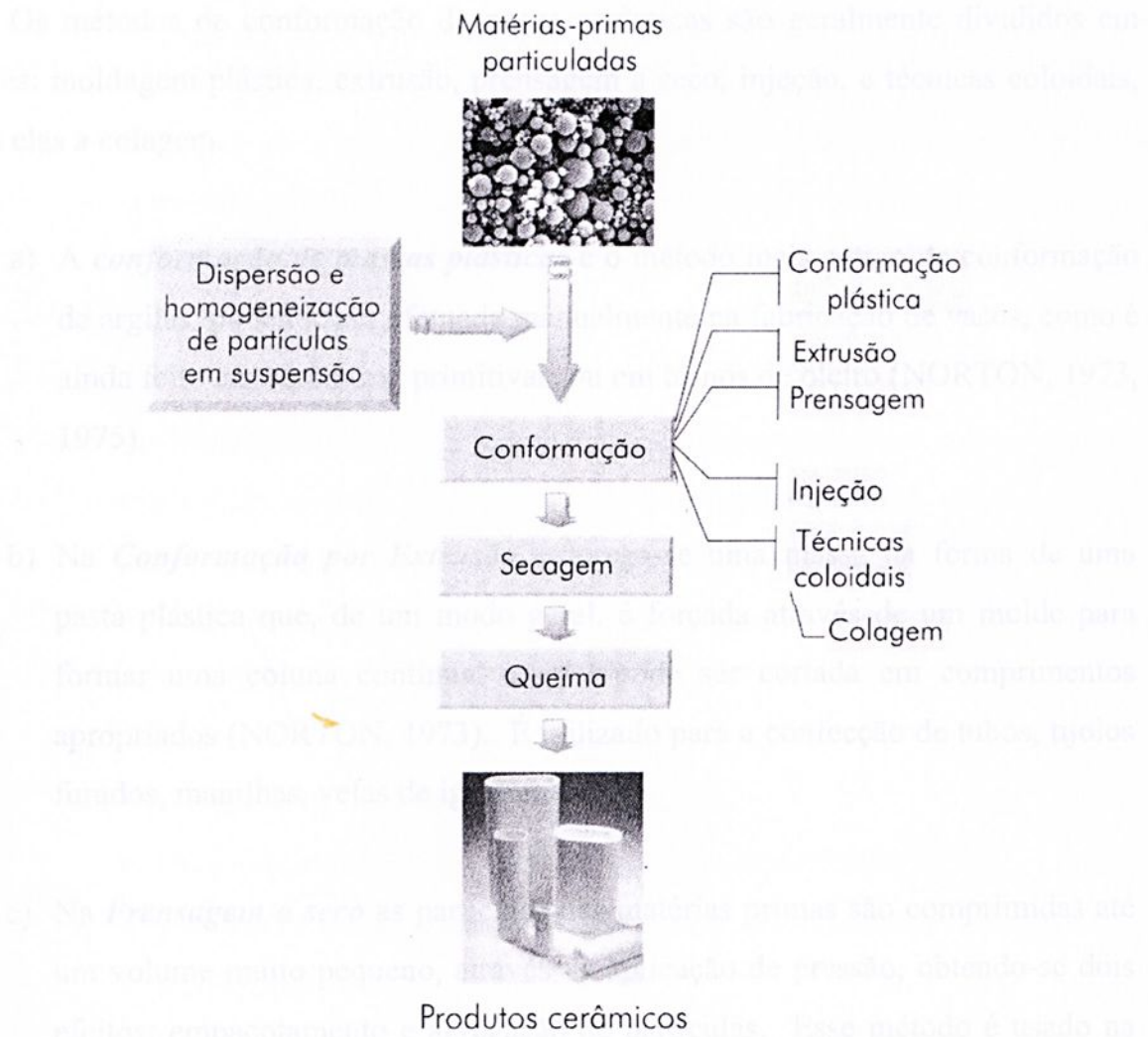


Figura 2.1 – Principais etapas usualmente envolvidas no processamento de materiais cerâmicos (PANDOLFELLI et al., 2000).

Este fluxograma baseia-se na idéia de que o formato final desejado para a peça pode ser obtido através da movimentação e organização espacial de partículas.

Desta forma, as matérias-primas particuladas, em geral, passam por um processo de caracterização e de acordo com o objetivo e o processo, uma preparação do pó (mistura e moagem), visando a homogeneização do material. Em seguida ocorre a etapa de conformação, onde se procura dar ao objeto cerâmico a forma mais próxima do produto final.

2.3.1 Métodos de conformação

Os métodos de conformação de peças cerâmicas são geralmente divididos em classes: moldagem plástica, extrusão, prensagem a seco, injeção, e técnicas coloidais, entre elas a colagem.

- a) A **conformação de massas plásticas** é o método mais antigo de conformação de argilas, podendo ser efetuada manualmente na fabricação de vasos, como é ainda feito em cerâmicas primitivas, ou em tornos de oleiro (NORTON, 1973, 1975).
- b) Na **Conformação por Extrusão** emprega-se uma massa na forma de uma pasta plástica que, de um modo geral, é forçada através de um molde para formar uma coluna contínua, a qual pode ser cortada em comprimentos apropriados (NORTON, 1973). É utilizado para a confecção de tubos, tijolos furados, manilhas, velas de ignição, etc..
- c) Na **Prensagem a seco** as partículas das matérias primas são comprimidas até um volume muito pequeno, através da aplicação de pressão, obtendo-se dois efeitos: empacotamento e agregação de partículas. Esse método é usado na fabricação de pequenos isolantes elétricos, ladrilhos, azulejos, telhas e tijolos refratários (NORTON; ZAVAGLIA, 1973, 1991).



d) Na **conformação por injeção** o material cerâmico é adicionado a um polímero termoplástico. Por meio de uma injetora aplica-se a massa fundida em um molde metálico, obtendo-se a peça conformada após o resfriamento.

e) As **técnicas coloidais** envolvem geralmente a preparação de colóides que são vertidos em moldes porosos ou impermeáveis. Após a remoção do molde, as peças cruas (não queimadas) possuem baixa resistência mecânica.

- O **processo de colagem** (slip casting) consiste essencialmente em verter uma suspensão coloidal, também chamada *barbotina*, em um molde seco de gesso, o qual absorve líquido. Após a formação de uma camada com a espessura desejada, a barbotina restante é drenada e o molde é removido. Aplica-se em cerâmicas artísticas e em peças grandes da indústria de encanamentos industriais e sanitários, grandes recipientes e para blocos de revestimento de tanques industriais (VAN VLACK, 1973).
- As técnicas chamadas de **conformação direta** são as em que os moldes são impermeáveis, permitindo uma boa homogeneidade do material e logo, melhor controle da contração durante a sinterização e das dimensões finais dos corpos de prova. São exemplos desta família (LYCKEFELDT; FERREIRA, 1998):
 - Reação de polimerização (“gel casting”).
 - Desestabilização (consolidação por coagulação direta, DCC).
 - Reações de policondensação (solidificação assistida por hidrólise, HAS).
 - Refrigeração ou glacial (“Quick Set”).

Cada uma destas técnicas tem vantagens e desvantagens, entre as desvantagens pode se destacar, por exemplo, o uso de elementos tóxicos na solução líquida precursora do “gel casting”. Porém, em sua maioria requer equipamentos de alto valor e custos razoáveis para a produção.

Por outro lado, o método de conformação por consolidação com amido (item 2.4) utiliza equipamentos de baixo custo e não necessita de reagentes tóxicos. Esses foram fatores decisivos na escolha desse método para essa pesquisa.

2.3.2 Etapa de secagem

A etapa da **secagem** é muito importante, principalmente para as peças confeccionadas por conformação hidrolástica e colagem. O processo eficiente de secagem de um produto cerâmico exige o conhecimento da distribuição do líquido no interior da peça e também da cinética que rege a movimentação dos líquidos (VAN VLACK, 1973).

2.3.3 Etapa de sinterização

Depois de secos os produtos cerâmicos são normalmente “queimados” em altas temperaturas dependendo da composição e das propriedades desejadas a temperatura pode ultrapassar os 2000°C. Este processo é denominado **sinterização**, que visa aglomerar as partículas (SILVA; JÚNIOR, 1998a).

A **sinterização** provoca várias alterações no produto cerâmico. Entre elas pode-se destacar: redução na área específica total e do volume aparente total bem como a densificação e o aumento na resistência mecânica (SILVA e JÚNIOR; VAN VLACK, 1998b, 1973).

As mudanças que ocorrem durante a sinterização foram divididas nos seguintes estágios para melhor compreensão desta etapa (KINGERY, 1976; SCHNEIDER JÚNIOR ET AL, 1991; OLIVEIRA, 1995):

- a) *Inicial* – etapa do processo na qual tem-se a formação dos contatos entre as partículas, formação e crescimento do pescoço (Figura 2.2), antes que qualquer crescimento de grãos possa ocorrer. O crescimento do pescoço se dá por difusão de matéria, ocasionado por tensões e gradientes de concentração de vacâncias. Nesse estágio a retração total é no máximo de 5%.



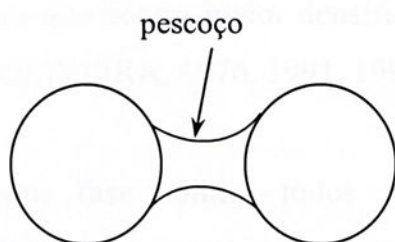


Figura 2.2 – Formação do pescoço entre partículas

- b) *Intermediário* – é caracterizado por uma elevada densificação do corpo (até 90% da densidade teórica), com o surgimento dos contornos de grãos e um certo crescimento de grão. Neste estágio normalmente os contornos dos grãos se estendem de um poro a outro, mas a inibição de seu movimento não é tão grande quanto no estágio inicial. Os poros se retraem e assumem a forma de canais interconectados, interceptados por contornos dos grãos.
- c) *Final* – caracterizado pela transição da fase de poros contínuos para uma fase descontínua. Estes poros fechados, posicionados nas junções dos contornos dos grãos podem ser totalmente eliminados (completa densificação) ou, no caso de ocorrer crescimento anormal dos grãos, poderão ser envolvidos e aprisionados no interior dos mesmos, impossibilitando sua eliminação.

Três diferentes processos de sinterização são sucintamente descritos a seguir,

- a) **Vitrificação** – caracterizado pela densificação com o auxílio de uma grande quantidade de fase líquida viscosa. Nesse processo é determinante que a quantidade de líquido seja suficiente para preencher completamente os poros (KINGERY; SCHNEIDER JÚNIOR et al.; OLIVEIRA, 1976, 1991, 1995).
- b) **Sinterização com fase líquida** – consiste na densificação obtida pela sinterização na presença de um líquido reativo. Nesse caso, a fase sólida deve ter alguma solubilidade no líquido, na temperatura de queima, tal que uma parte importante da densificação ocorre por dissolução e precipitação do sólido. Isso produz o aumento do tamanho das partículas e a mudança de

suas formas, para que ocorra maior densificação (KINGERY; SCHNEIDER JÚNIOR et al.; OLIVEIRA, 1976, 1991, 1995).

c) **Sinterização com fase sólida** – todos os constituintes do compactado permanecem sólidos durante todo o processo. Este processo é extremamente influenciado por diversas variáveis dentre as quais se destaca (YAN, 1987):

- **Tamanho das partículas** – normalmente um tamanho menor da partícula no pó inicial leva a uma rápida taxa de densificação.
- **Aglomerados e agregados** – ambos surgem em vários estágios do processamento e são grupos de partículas ligadas por forças superficiais, porém nos aglomerados as ligações são fracas e nos agregados são fortes. Os maiores problemas gerados são os vazios entre os aglomerados e agregados que são muitos maiores que os existentes entre as partículas, portanto requerem maior tempo de sinterização e maior dificuldade para eliminação destes.
- **Forma das partículas** – pós com formas isotrópicas são desejáveis para aumentar a densificação.
- **Distribuição do tamanho das partículas** – a distribuição do tamanho das partículas tem grande efeito na densidade final obtida nas peças cerâmicas.
- **Mudanças Microestruturais** – durante o processamento, as características do pó podem ser consideradas como um grupo de parâmetros constantes, antes do aquecimento. Contudo, mudanças microestruturais significativas podem ser observadas durante a sinterização, com o processo de densificação.

2.4 CONFORMAÇÃO COM AMIDO

Neste trabalho, para a confecção das cerâmicas será utilizado uma técnica relativamente nova, da família dos métodos de conformação direta, baseada nas propriedades fundamentais do amido e na sua capacidade de formação de gel em água, o que torna possível o seu uso como ligante e elemento formador dos poros.

Nas técnicas chamadas de **conformação direta** os moldes são impermeáveis, permitindo uma boa homogeneidade do material e portanto, melhor controle da contração durante a secagem e sinterização e portanto das dimensões finais das peças cerâmicas.

Os trabalhos existentes nessa área mostram que essa forma de obtenção de cerâmicas porosas apresenta um grande potencial para aplicação em vários ramos da ciência e da tecnologia (LYCKEFELDT; FERREIRA; ALVES et al.; LEMOS; FERREIRA; CAMPOS et al.; CAMPOS, 1998, 1998, 2000, 2000, 2001b, 2001a).

2.4.1 O amido

O amido constitui a mais importante reserva de nutrição de todas as plantas superiores, ocorrendo principalmente em sementes, tubérculos, rizomas e bulbos. Ocorre também em algas e, pelo fato de ser facilmente hidrolisado e digerido, é um dos alimentos mais importantes da alimentação humana (BOBBIO; BOBBIO, 1989).

As capacidades de engrossar, gelatinizar, aderir e formar filmes são importantes propriedades dos amidos que os tornam amplamente utilizados (MENEZES, 1996). Tais propriedades podem ser modificadas por tratamento químico, físico ou mesmo por ação de certas enzimas para obtenção de novas características para aplicações específicas.

O amido granular é normalmente branco, denso e insolúvel em água à temperatura ambiente, variando em tamanho de 2 a 170 μ m. O amido é constituído de dois polissacarídeos, sendo um de cadeia linear, a amilose, e outro de cadeia altamente ramificada, a amilopectina.

A amilose confere ao amido suas propriedades de gel em suspensão aquosa. As unidades de glicose que constituem as cadeias poliméricas no amido expõem um

grande número de grupos hidroxilas, e, portanto, conferem ao grão um caráter fortemente hidrofílico.

As proporções entre estes polissacarídeos influem na viscosidade e na capacidade de gelatinização do amido, sendo que esta razão varia entre os amidos procedentes de diferentes espécies vegetais, e mesmo os da mesma espécie, variando de acordo com o grau de maturação das plantas. A insolubilidade do amido em água abaixo de 50 °C permite que este seja processado em temperatura ambiente sem modificar a sua estrutura. Entretanto, quando grãos de amidos são suspensos em água e a temperatura é aumentada gradualmente, nada acontece até se atingir uma faixa de temperatura, que é chamada de *temperatura de gelatinização*^{*1}. Nesta faixa (específica para amidos de diferentes origens), as ligações de hidrogênio mais fracas entre as cadeias de amilose e de amilopectina são rompidas e os grãos de amido nessas regiões começam a intumescer e formar soluções consideravelmente viscosas (BOBBIO; BOBBIO, 1989). Segundo Lyckefeldt e Ferreira (1998), dependendo do tipo e da concentração, a temperatura de gelatinização pode variar de 55 °C a 80 °C e Bobbio e Bobbio (1989) indica como intervalo de gelatinização para o amido de milho, a faixa de temperatura de 62 °C a 72 °C.

Embora o grânulo de amido seja insolúvel em água abaixo da temperatura de gelatinização, existe uma limitada absorção de água quando o grânulo é exposto à umidade. Isto resulta em um ligeiro inchaço que é reversível na secagem. Sob condições atmosféricas normais, a maioria dos amidos comerciais apresenta de 10 a 17% de umidade (LYCKEFELDT; FERREIRA, 1998).

O intumescimento dos grãos e, portanto, o aumento da viscosidade das soluções está relacionado com a quantidade de água presente. Durante este processo de gelatinização os grânulos sofrem um rápido e irreversível crescimento pela absorção da água, que resulta em um aumento de tamanho de muitas vezes o original, como o demonstrado na Figura 2.2 (LYCKEFELDT, 2002).

¹ * Neste trabalho, tendo como base o livro *Introdução à química de Alimentos* dos autores Bobbio e Bobbio, serão usados ambos os termos gelatinização e gelificação para definir a capacidade do amido de formação de gel em água.



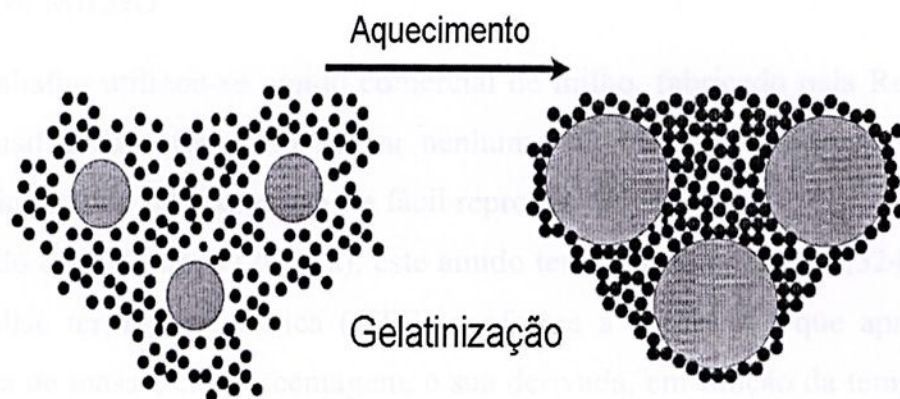


Figura 2.3 – Processo de gelatinização do amido (LYCKEFELDT, 2002)

Para a obtenção de peças cerâmicas, pelo método da conformação com amidos, as suspensões aquosas de pós cerâmicos e amido são derramadas em moldes e elevados a temperaturas entre 55 e 80°C, onde ocorre o crescimento das partículas de amido, através da absorção da água da barbotina, promovendo a aglomeração das partículas cerâmicas e, conseqüentemente, a formação de um corpo sólido. Além disso, estas partículas ao incharem agem como ligante, o que permite retirar o corpo sólido do molde após a secagem (LYCKEFELDT; FERREIRA, 1998).

Após a queima do amido e sinterização da matriz cerâmica, o material obtido tem porosidade correspondente ao tamanho, forma e quantidade original da partículas de amido, incluindo o crescimento durante sua consolidação.

Figura 2.4 – Análise termogravimétrica do amido de milho (CAMPOS, 2001a).

Quando se analisa com Campos (2001a), observa-se que ao final do teste acontece uma pequena perda inicial de massa a 100°C, devido à água existente no material. Porém, as perdas mais significativas ocorrem entre de 239 a 311°C e com o

2.5 AMIDO DE MILHO

Neste trabalho utilizou-se amido comercial de milho, fabricado pela Refinações de Milho Brasil Ltda. Este não sofreu nenhuma modificação física ou química, visando principalmente o baixo custo e a fácil reprodutividade.

De acordo com Campos (2001 a), este amido tem densidade igual $1,524 \text{ g/cm}^3$ e apresenta análise termogravimétrica (ATG) conforme a Figura 2.3 que apresenta a curva da perda de massa, em porcentagem, e sua derivada, em função da temperatura. Nesta análise, a massa de uma amostra, em uma atmosfera controlada, é registrada continuamente como uma função da temperatura ou do tempo, enquanto a temperatura é aumentada (normalmente, linearmente com o tempo). A curva formada pela variação da massa, ou de sua porcentagem, em função do tempo, é chamada *termograma* ou *curva de decomposição térmica* (SKOOG; LEARY, 1992).

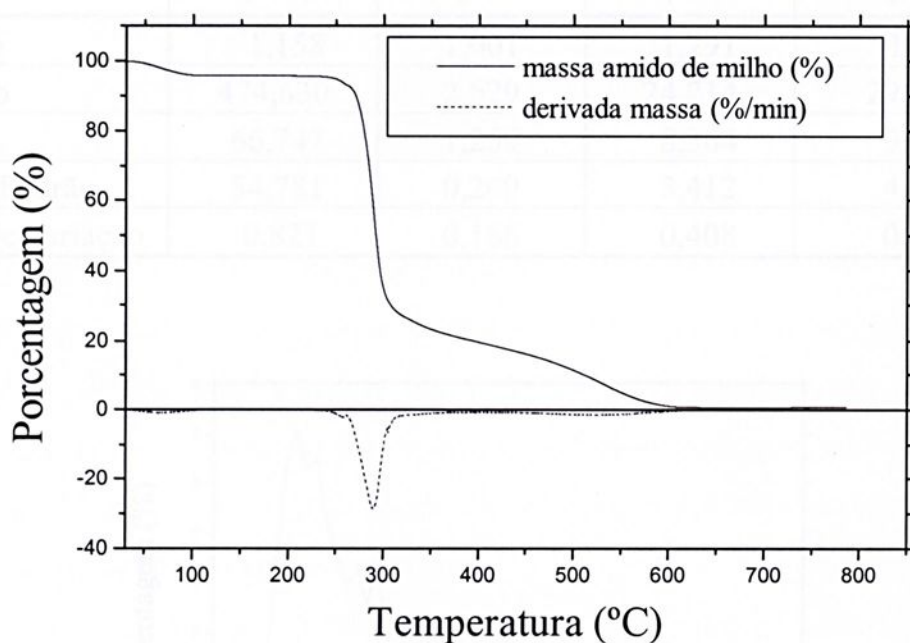


Figura 2.4 – Análise termogravimétrica do amido de milho (CAMPOS, 2001a).

Também, de acordo com Campos (2001a), observa-se que ao final do teste acontece uma pequena perda inicial de massa a 100°C , devido à água existente no material. Porém, as perdas mais significativas ocorrem entre de 239 a 311°C e com o

pico em 289,5 °C onde a massa se reduz a 28,8 %, e finalmente a 800°C, quando a massa residual representa 0,75% do seu valor inicial.

Como o método de conformação é baseado nas propriedades físicas e químicas do amido, é também de grande importância a verificação da forma e tamanho dos grãos, pois tais grandezas estão relacionadas com a densidade final do material. Baseado nos estudos de Cruz et al (2002) e Campos (2001a), através dos resultados da análise das imagens obtidas por microscopia óptica do amido de milho, pode-se ver, na Tabela 2.1 e nas Figuras 2.4 e 2.5, que este material apresenta uma razoável homogeneidade quanto à morfologia “esfericidade” o que pode-se ver na análise da razão de aspecto.

Tabela 2.1 – Análise das imagens obtidas por microscopia óptica do amido de milho (CAMPOS, 2001a)

	Área (μm^2)	Razão de aspecto	Feret Médio (μm)	Comprimento (μm)
Mínimo	1,158	1,001	1,291	1,350
Máximo	474,630	2,629	24,214	29,375
Média	66,747	1,259	8,364	9,718
Desvio Padrão	54,781	0,209	3,412	4,137
Coef. De variação	0,821	0,166	0,408	0,426

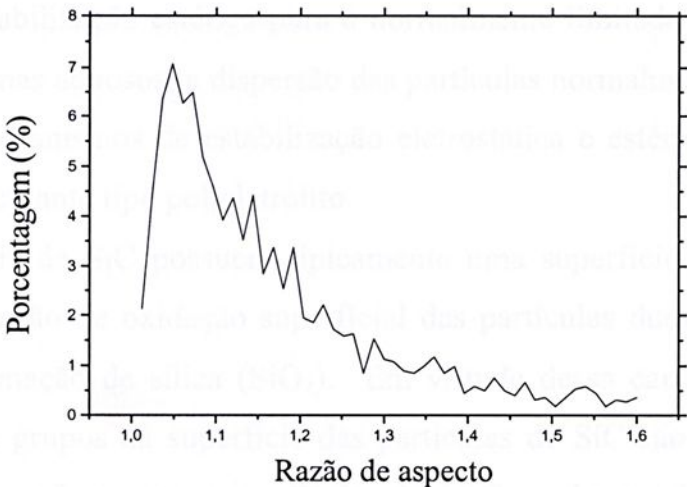


Figura 2.5 – Razão de aspecto do amido de milho em função da porcentagem da população observada (CAMPOS, 2001a)

2.6 DEFLOCULANTE

Nos processos coloidais, as partículas devem ser dispersas primeiramente em um líquido, habilitando a homogeneização e provocando a dispersão de agregados. Assim, torna-se necessário organizar as condições da solução no líquido de maneira que a suspensão seja estável, criando mecanismos de forças repulsivas para superar principalmente a atração de Van der Waals (ORTEGA et al., 1997a).

Muitas vezes as forças repulsivas entre as partículas induzidas eletrostaticamente não são suficientes para manterem as partículas em suspensão. Por exemplo, em barbotinas contendo grande quantidade de sólidos, em que muitas vezes o uso de ácidos ou bases fortes para formar a dispersão não são desejáveis, um método efetivo alternativo e/ou adicional de dispersão é mudar a superfície natural e/ou as propriedades superficiais de cargas das partículas, pela adição de um agente superficial ativo: o defloculante (dispersante). Este defloculante pode atuar de forma eletrostática, criando mecanismos de repulsão e estabilizando a solução, ou seja, a adição de um dispersante iônico faz com que as partículas adsorvam uma monocamada e exponham grupos carregados para a fase aquosa.

Outra forma do defloculante atuar é através de polímeros geralmente fazendo com que as partículas sejam recobertas por uma capa polimérica através da adsorção de polímeros da solução, este processo é chamado de estabilização estérica (ORTEGA et al., 1997b). Estabilização estérica pura é normalmente limitada para sistemas não aquosos. Em sistemas aquosos, a dispersão das partículas normalmente ocorre quando são combinados mecanismos de estabilização eletrostática e estérica (eletroestérica), por exemplo, defloculante tipo polieletrólito.

Pós comerciais de SiC possuem tipicamente uma superfície semelhante à dos óxidos devido à reação de oxidação superficial das partículas durante o processo de produção, com formação de sílica (SiO_2). Em virtude dessa camada superficial de SiO_2 , os principais grupos na superfície das partículas de SiC são os grupos silanol ($\text{Si} - \text{OH}$). Da mesma forma que as partículas de Al_2O_3 , o desenvolvimento de cargas na superfície das partículas de SiC depende do pH da suspensão (PANDOLFELLI et al., 2000).



A estabilização das suspensões de SiC também é afetada pelo grau de oxidação superficial das partículas (*ibid.*). Com o aumento de SiO₂ na superfície, observa-se, para um pH fixo, que a molhabilidade torna-se mais negativa, indicando aumento de carga elétrica na superfície responsável pela eficiente estabilização das suspensões (*ibid.*).

Similarmente ao comportamento das suspensões de Al₂O₃, as de SiC apresentam valores máximos de viscosidade e de tensão de escoamento na região de pH próxima ao ponto isoeletrônico (*ibid.*). Por outro lado, valores inferiores são obtidos em alto pH devido à repulsão entre as partículas causada pelo aumento de cargas na sua superfície (*ibid.*).

Pandolfelli et al. (2000) concluíram que:

- os dispersantes mais utilizados para promover a estabilização de superfícies aquosas de SiC são polieletrólitos, dos quais se destacam a polietilenoimina (PEI), a polimiamina epoxiclordinina, o ácido poliacrílico e o polimetacrilato de amônio;

- que não existe uma única condição de estabilização para cada material. Deve-se considerar cada conjunto material - pH - dispersante, a fim de se obter melhores condições de dispersão, uma vez que distintos comportamentos podem ser observados em função desses comportamentos. A estabilização das suspensões de SiC também pode ser influenciada por outros fatores, tais como a concentração de sólidos, o peso molecular e a formação do polieletrólito.

Portanto neste trabalho optou-se por utilizar um polieletrólito, o DOLAPIX CE64, um polimetacrilato de amônio (TARÌ, 1999).

2.7 PROPULSÃO DE SATÉLITES

Apresenta-se, a seguir um resumo dos principais tipos de sistemas propulsivos (propulsores, propelentes, etc.) empregados em satélites

No Apêndice A é feito uma breve revisão sobre propulsores em geral e suas aplicações.

2.7.1 Propulsores a propelente líquido

São os utilizados em controle de atitude e órbita, pois permitem ligar e desligar diversas vezes e funcionar em regimes pulsados. Podem ser a mono ou a bipropelentes. E são qualificados em bancos de testes especializados (apêndice B).

a) monopropelentes

Normalmente utiliza-se hidrazina (N_2H_4) como propelente líquido, que ao passar através de um catalisador é decomposto gerando gases e calor (reação exotérmica) e consequentemente, empuxo.

A hidrazina se decompõe em amônia (NH_3), nitrogênio (N_2) e hidrogênio (H_2).

Os catalisadores mais usados são geralmente feitos de irídio dispersos em aluminas altamente porosas.

Na Figura 2.6 tem-se um esquema de propulsor a monopropelente.

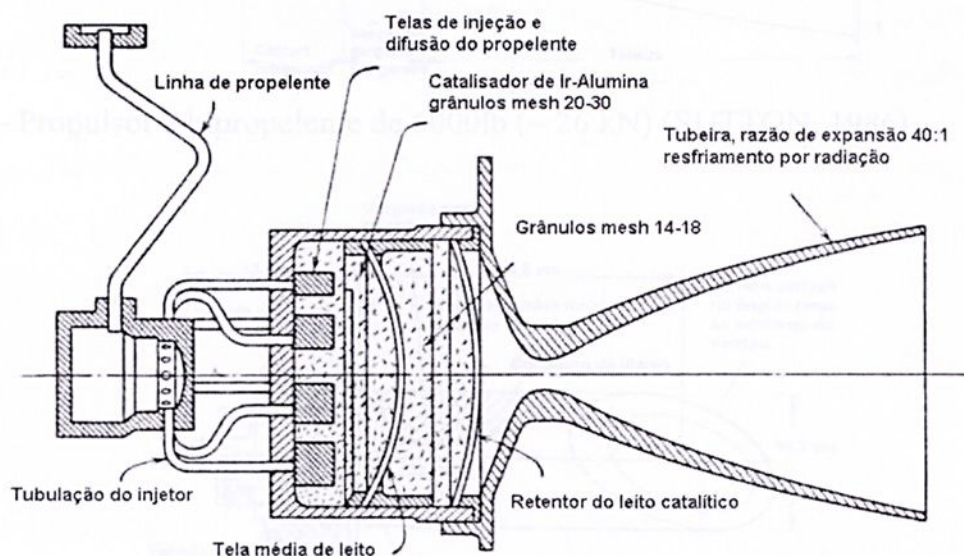


Figura 2.6 – Propulsor a monopropelente (SUTTON, 1986)

b) Bipropelentes

São utilizados quando necessita-se de empuxo e tempos de funcionamento maiores que os propulsores a monopropelente. O funcionamento básico é relativamente simples; dois propelentes (combustível e oxidante), formando pares hipergólicos (entram em combustão sem ignitor), são injetados dentro de uma câmara de combustão, onde reagem.

Nas Figuras 2.7 e 2.8 estão representados os esquemas simplificados de dois propulsores a bipropelentes (MMH/N₂O₄) usados no “Space Shuttle”. O primeiro de mais de 26000 N (o veículo possui dois destes) é usado no posicionamento correto da órbita e na manobra de reentrada. O segundo, é usado para estabilização, orientação e manobras de acoplamento, pode produzir um empuxo nominal em torno de 100 N e a principal característica é que fica embutido na fuselagem e, por isso, possui uma parede de material isolante térmico (o veículo possui 40 destes).

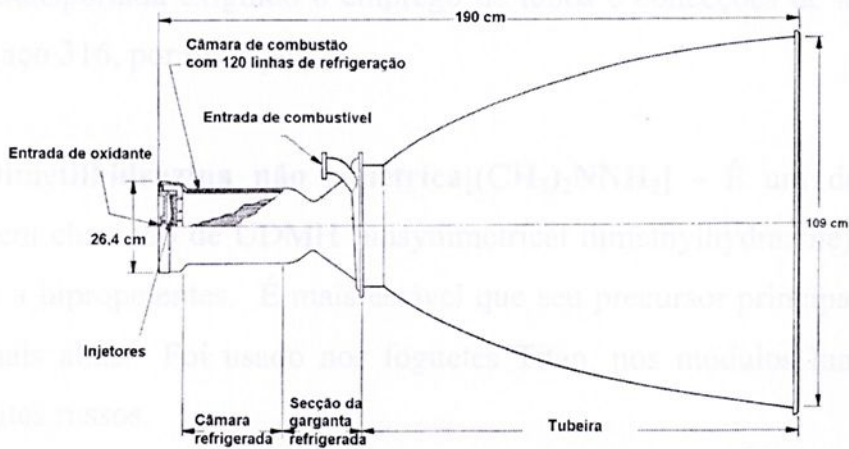


Figura 2.7 – Propulsor a bipropelente de 6000lb (~ 26 kN) (SUTTON, 1986)

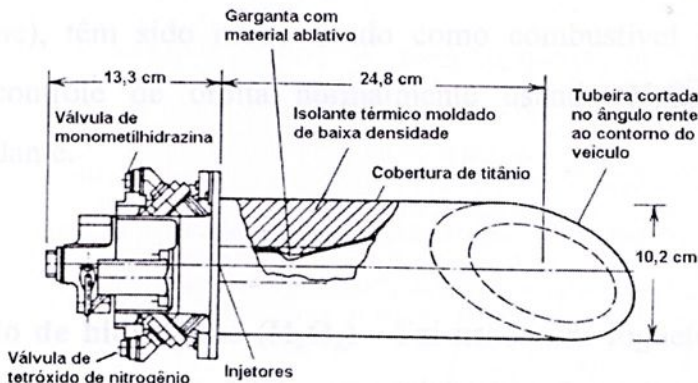


Figura 2.8 – Propulsor a bipropelente de 25lb (~100 N) (SUTTON, 1986)

c) propelentes mais utilizados

Combustíveis

i) - Hidrazina (N_2H_4) - Também conhecida como hidrazina anidra, é tóxica, incolor com um ponto de congelamento de 274,3 K e estável abaixo de 530 K. É solúvel em água produzindo hidrazina hidratada. É ignitada normalmente com ácido nítrico e tetróxido de nitrogênio.

É um excelente monopropelente quando decomposta por um catalisador, geralmente constituído pelo Irídio como elemento ativo.

Sob algumas condições de operação, a decomposição pode assumir características explosivas e causar danos na câmara de combustão.

Pode causar efeitos danosos se ingerida, inalada ou contato prolongado com a pele. Pode reagir com vários materiais e por isso necessita de muito cuidado ao ser armazenada e transportada exigindo o emprego de tubos e conexões de aço inox de boa qualidade (aço 316, por exemplo).

ii) - Dimetilhidrazina não simétrica[(CH_3)₂NNH₂] - É um derivado da hidrazina também chamado de UDMH (unsymmetrical dimethylhydrazine) e é usado em propulsores a bipropelentes. É mais estável que seu precursor principalmente em temperaturas mais altas. Foi usado nos foguetes Titan, nos módulos lunares e em foguetes e satélites russos.

iii) - Monometilhidrazina (CH_3NHNH_2) - Também conhecido como MMH (Monomethylhydrazine), têm sido muito usado como combustível em propulsores (bipropelentes) de controle de órbita normalmente usando N_2O_4 (tetróxido de nitrogênio) como oxidante.

Oxidantes

i) - Peróxido de hidrogênio (H_2O_2) - Foi usado em foguetes entre 1938 e 1965 em concentrações acima de 70%, comercialmente é conhecido como água oxigenada, em concentrações em torno de 30%.



ii) - Tetróxido de nitrogênio (N_2O_4) - É um líquido escuro (amarelo-marrom) de alta densidade (aprox. $1,44 \text{ g/cm}^3$). Atualmente é o mais usado em sistemas a bipropelente, porém é altamente corrosivo quando puro e forma ácidos fortes quando diluído em água. Possui a vantagem de poder ser estocado por longo tempo em tonéis de aço inox selados.

Forma par hipergólico com muitos combustíveis e pode causar ignição espontânea com alguns materiais como papel e madeira. Os vapores são avermelhados e extremamente tóxicos.

O tetróxido de nitrogênio é usado juntamente com o MMH e o UDMH nos propulsores de controle de atitude e órbita de vários satélites e do “Space Shuttle”.

d) câmaras de combustão não refrigeradas

Existem três tipos de materiais usados em propulsores líquidos e sólidos não refrigerados:

- peças feitas de ligas metálicas (tempo de utilização limitado),
- materiais ablativos nas câmaras e tubeiras, e
- materiais compostos usando camadas de isolantes e/ou partes (“inserts”) de cerâmicas, metais refratários, isolantes ou grafite.

Materiais ablativos têm obtido sucesso, sendo em geral constituídos por fibras resistentes a altas temperaturas tais como: carbono, sílica, amianto e fibras de grafite impregnados em resina fenólica ou epoxi. Com alguns materiais, como a sílica, uma película muito viscosa da superfície fundida pode ser formada e distribuída irregularmente na superfície da tubeira podendo causar instabilidade no empuxo

Os materiais ablativos são usados em muitos propulsores a propelente sólido em câmaras, gargantas e tubeiras. Nos propulsores a propelente líquido, tem-se obtido bons resultados com esses materiais em propulsores de baixo empuxo.

Peças (“inserts”) colocadas na garganta da tubeira, que é o local mais crítico devido à ação dos gases em altas temperaturas e velocidades, são uma forma de isolamento usado em projetos não refrigerados.

Dentre os materiais mais utilizados destacam-se o grafite, tungstênio e carbeto refratários, **especialmente o carbeto de silício (SiC)** (MANHANI; KINGERY, 2001, 1976).

Outra técnica de proteger as paredes internas do propulsor é o “film-cooling”, na qual os injetores são projetados de modo que um excesso de um dos propelentes seja injetado próximo às paredes formando uma fina camada que refrigera e faz com que o fluxo de gás quente se concentre mais no centro da câmara.

Na Figura 2.9 pode-se ver um propulsor a bipropelente de 200 N de empuxo preparados para testes de desempenho.

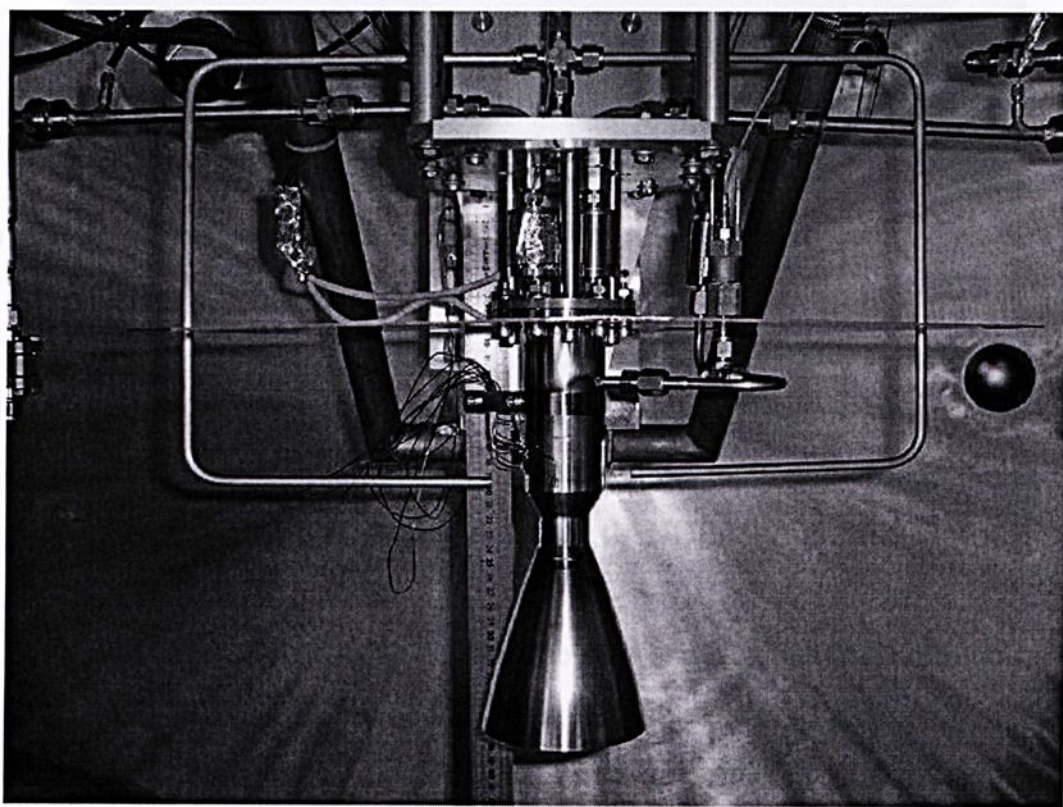


Figura 2.9 – Propulsor bipropelente, não refrigerado de 200N de empuxo

Porém no caso de um mal funcionamento dos injetores, uma região da parede do propulsor pode sofrer superaquecimento causando sérios danos ao propulsor. Um exemplo de uma falha desse tipo pode ser verificado nas Figura 2.10, onde pode-se perceber o que ocorreu após a falha no “film-cooling” no propulsor da Figura 2.9.

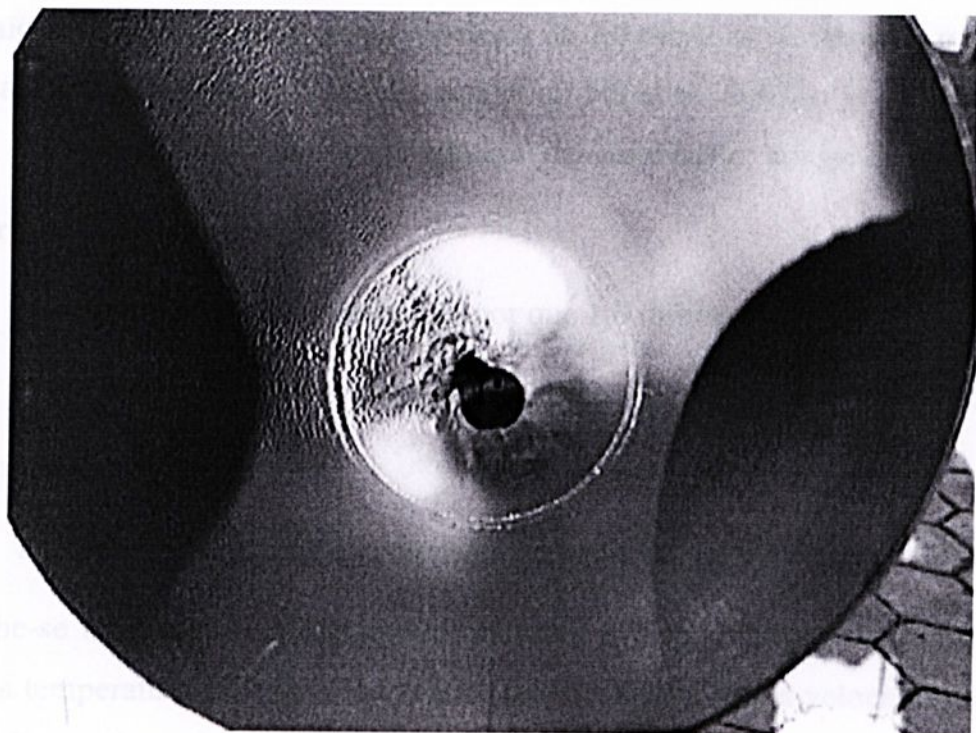


Figura 2.10 – Abrasão na parede da garganta por falha no “film-cooling”

Outra desvantagem da técnica do “film cooling” é que o propulsor sempre trabalha fora da estequiometria, não obtendo o melhor rendimento e quando se usa excesso de oxidante, num ambiente de alta temperatura e pressão, moléculas de oxigênio podem fragilizar a estrutura do metal. (SANDERS et al., 1992)

Devido às severas condições de trabalho expostas aos materiais em um propulsor de satélite, chegou-se ao motivo de utilizar o carbetto de silício, neste trabalho de pesquisa, levando em conta as propriedades físicas já conhecidas do SiC (apêndice C), aliado à facilidade de se produzir peças de geometria complexa, através da técnica de conformação por consolidação com amido, que venham a ser utilizadas como “inserts” ou como partes de propulsores de satélites, substituindo componentes metálicos nas regiões mais críticas dos propulsores.

2.7.2 Condições de trabalho de um propulsor a monopropelente

Como mostrado na Figura 2.11, as condições de trabalho em um propulsor de satélite são extremas, nela são apresentadas as principais medidas monitoradas durante

um ensaio de um propulsor a monopropelente de 2,0 newtons de empuxo, realizado no BTSA (apêndice B) pode-se observar que (MARINS et al., 2001):

- 1) a pressão no interior da câmara de combustão atinge o valor máximo (~14 bar) em poucos segundos;
- 2) a pressão externa à parede é menor que 1,0 milibar;
- 3) a temperatura na parede externa da câmara de combustão atinge 850 °C em 25 segundos e
- 4) a temperatura externa da parede da garganta atinge 600 °C em 70 segundos.

Sabe-se também que a região mais crítica é a parede interna da garganta, onde apesar da temperatura ser menor que na câmara de combustão, a velocidade dos gases é muito alta e o fluxo de energia é elevado, produzindo abrasão (SUTTON, 1986).

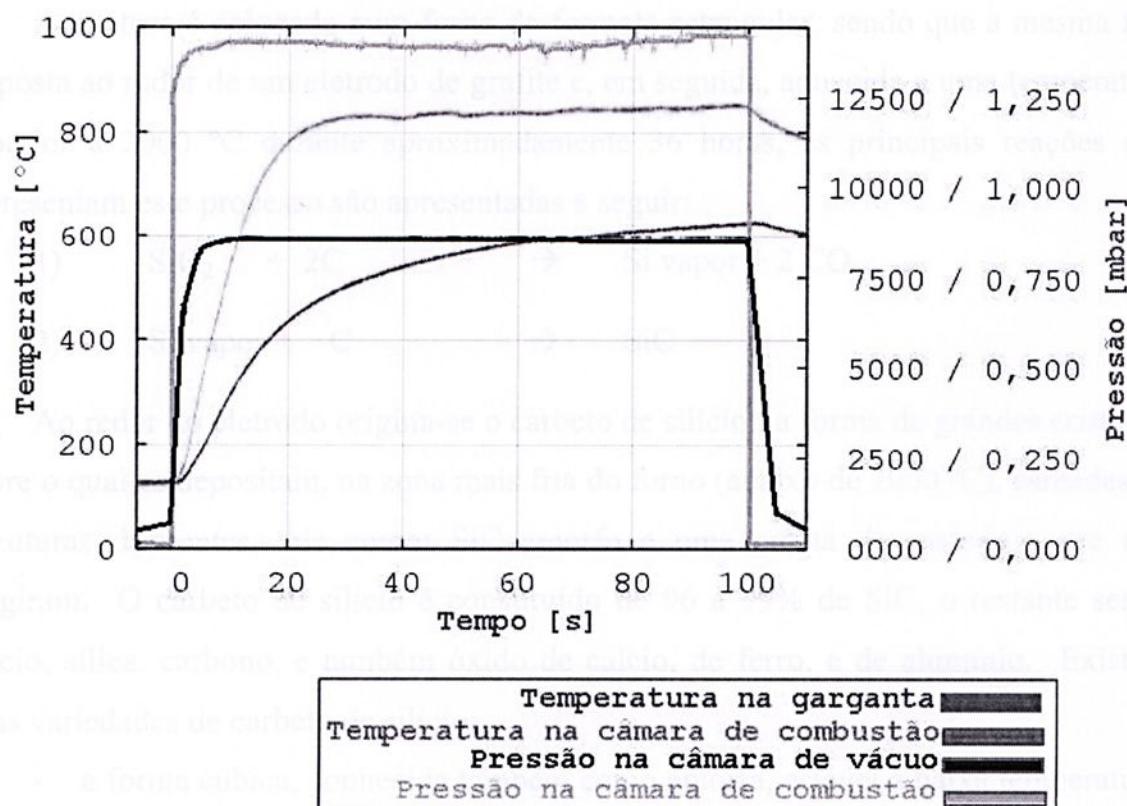


Figura 2.11 – Temperaturas e pressões em função do tempo em um ensaio de propulsor de satélite (MARINS et al., 2001)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Carbetto de Silício (SiC)

Para o desenvolvimento das peças cerâmicas por conformação com amido, optou-se pelo uso do carbeto de silício (SiC) por ser um material conhecidamente resistente à abrasão e a altas temperaturas (apêndice C), visando produzir cerâmicas que resistam às condições de trabalho de um propulsor de satélite.

De acordo com o Anuário Brasileiro de Cerâmica (2002), no processo de fabricação do carbeto de silício, emprega-se areia silicosa (teor de SiO_2 maior que 97%) e coque de petróleo, em proporção quase estequiométrica com um ligeiro excesso de carbono. Adiciona-se ainda 10% de serragem para facilitar a liberação do monóxido de carbono produzido durante a reação e também 2% de cloreto de sódio, a fim de eliminar uma parte das impurezas sob a forma de cloretos metálicos voláteis.

A mistura é colocada num forno de formato retangular, sendo que a mesma fica disposta ao redor de um eletrodo de grafite e, em seguida, aquecida a uma temperatura superior a 2000 °C durante aproximadamente 36 horas, as principais reações que representam este processo são apresentadas a seguir:



Ao redor do eletrodo origina-se o carbeto de silício na forma de grandes cristais e sobre o qual se depositam, na zona mais fria do forno (abaixo de 2000 °C), camadas de estruturas diferentes, tais como: SiC amorfo e uma crosta de materiais que não reagiram. O carbeto de silício é constituído de 96 a 99% de SiC, o restante sendo silício, sílica, carbono, e também óxido de cálcio, de ferro, e de alumínio. Existem duas variedades de carbeto de silício:

- a forma cúbica, conhecida também como amorfa, estável a baixa temperatura, denominada SiC – beta;
- a forma hexagonal, chamada também de cristalina, estável a alta temperatura, denominada SiC – alfa.

Em razão da sua grande dureza (9,0 a 9,5 na escala de Mohs) e de sua boa condutibilidade térmica e elétrica, o SiC é utilizado em grande escala na fabricação de abrasivos, de elementos de aquecimento para fornos elétricos e de produtos para indústria de refratários (ANUÁRIO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 2002).

Como este trabalho é a primeira utilização do SiC em conformação por consolidação com amido, não havia nenhum conhecimento do comportamento da barbotina (SiC – amido), nem sequer se seria possível a produção de cerâmicas de SiC com esse método.

Até se obter conhecimento suficiente, realizar adaptações nos métodos utilizados, e obter peças de boa qualidade, foram gastos vários quilos do material.

Portanto procurou-se utilizar o SiC nacional que sabe-se ser de qualidade inferior ao material importado porém por outro lado possui um custo mais baixo.

Utilizou-se o SiC, F-1000, fornecido pela ALCOA-EMAS, que foi cedido pela Divisão de Materiais - Centro Técnico Aeroespacial (AMR - CTA), em duas configurações:

- a) como fornecido pelo fabricante, sem modificações química ou física;
- b) moído em um moinho de bolas em suspensão aquosa por 72 horas.

Para facilitar, nas próximas citações, o SiC original será citado como SiC, apenas, e o SiC que passou por mais um processo de moagem, como SiC*.

Foram feitas as seguintes análises com os materiais SiC e SiC* e com o amido de milho comercial:

- Distribuição do tamanho de partículas (via atenuação de raios X) através da sedimentação do material em água, baseado na lei de Stokes, utilizando o equipamento: MicroScan II da Quantachrome pertencente ao CCDM – UFSCar (São Carlos).

- estrutura cristalina (via difratometria de raios X) empregando um equipamento da marca Siemens Kristalloflex pertencente à UNESP de Araraquara, que utiliza a emissão α do átomo de cobre em varredura de 4 a 70° (2 θ). Esta técnica permite que sejam conhecidas as fases cristalinas e, principalmente, no caso de materiais cristalinos, suas composições químicas (EISBERG; RESNICK, 1988).

- Densidade do pó - as densidades foram determinadas através da picnometria de hélio, usando um picnômetro marca Micromeritics, modelo 1305 pertencente ao Laboratório Associado de Combustão e Propulsão do Centro Espacial de Cachoeira Paulista – Grupo de Catálise. Esta técnica permite a determinação da densidade por expansão do gás hélio de uma célula com a amostra para uma célula calibrada. A densidade real pode ser definida como a razão entre a massa e o volume da substância, excluindo todos os poros e vazios (VIEIRA, 1995).

- Outro parâmetro importante é a análise da área específica do pó, ou seja, a área superficial total do sólido por unidade de massa. Entre os diversos métodos empregados para este fim, destaca-se a isoterma BET, desenvolvida em 1938 por Brumauer, Emmett e Teller. A partir da equação da isoterma, o número de moléculas necessário para formar uma monocamada de N₂ sobre a superfície a ser medida, pode ser avaliado e, como a área ocupada pela molécula é conhecida, pode-se então calcular a área superficial específica do material (VIEIRA, 1995). Instrumento utilizado: Quantachrome NOVA-1000 pertencente ao LCP/INPE.

- Para verificar experimentalmente a temperatura de gelatinização do amido de milho comercial, foi realizado um ensaio de microscopia óptica com platina aquecida. Este ensaio consistiu em aumentar gradativamente a temperatura de uma suspensão de amido em água e registrar a partir de qual temperatura ocorre o fenômeno da gelatinização. A aparelhagem utilizada foi: Microscópio óptico MOLP Leica, modelo DMLS com placa Linkam de aquecimento até 600 °C, com resfriamento controlado por meio de nitrogênio líquido, acoplado a uma interface de aquisição de imagem LG-LGV-5446 TV pertencente ao AMR-CTA..



3.1.2 Formulações

Tendo como meta a futura aplicação em propulsores de satélite, procurou-se desde o início uma composição com um baixo teor de amido, de forma a produzir peças com menor porosidade e tendo como referência os resultados obtidos por Campos (2001a) em cerâmicas densas de alumina conformadas com amido.

Para facilitar o processo de mistura procurou-se uma composição com considerável teor de água. Após solucionados os problemas iniciais com o processamento, depois de vários experimentos foi fixada para todos os corpos de prova, e para os dois tipos de carbetos de silício a seguinte formulação:

50 % (em volume) → água destilada

aproximadamente 10 gotas de defloculante (no máximo 0,5% em massa)

50 % (em volume) → matéria seca (pó): $\left\{ \begin{array}{l} 90 \% \text{ SiC} \\ 10 \% \text{ amido} \end{array} \right\}$

Porcentagem em massa:

Para o SiC

Água	23,42 %
SiC	72,75 %
Amido	3,56 %
Defloculante	0,29 %

Para o SiC*

Água	23,95 %
SiC*	72,10 %
Amido	3,64 %
Defloculante	0,3 %

Para comparar os resultados foram confeccionadas cerâmicas por meio de prensagem uniaxial (pressão de 40 MPa) usando os dois tipos de carbetos de silício e com a seguinte formulação:

SiC ou SiC*	50 g
Água	5 g
PVal	5 gotas

3.2 PROCESSAMENTO

O processamento das peças cerâmicas foi realizado segundo o esquema abaixo:

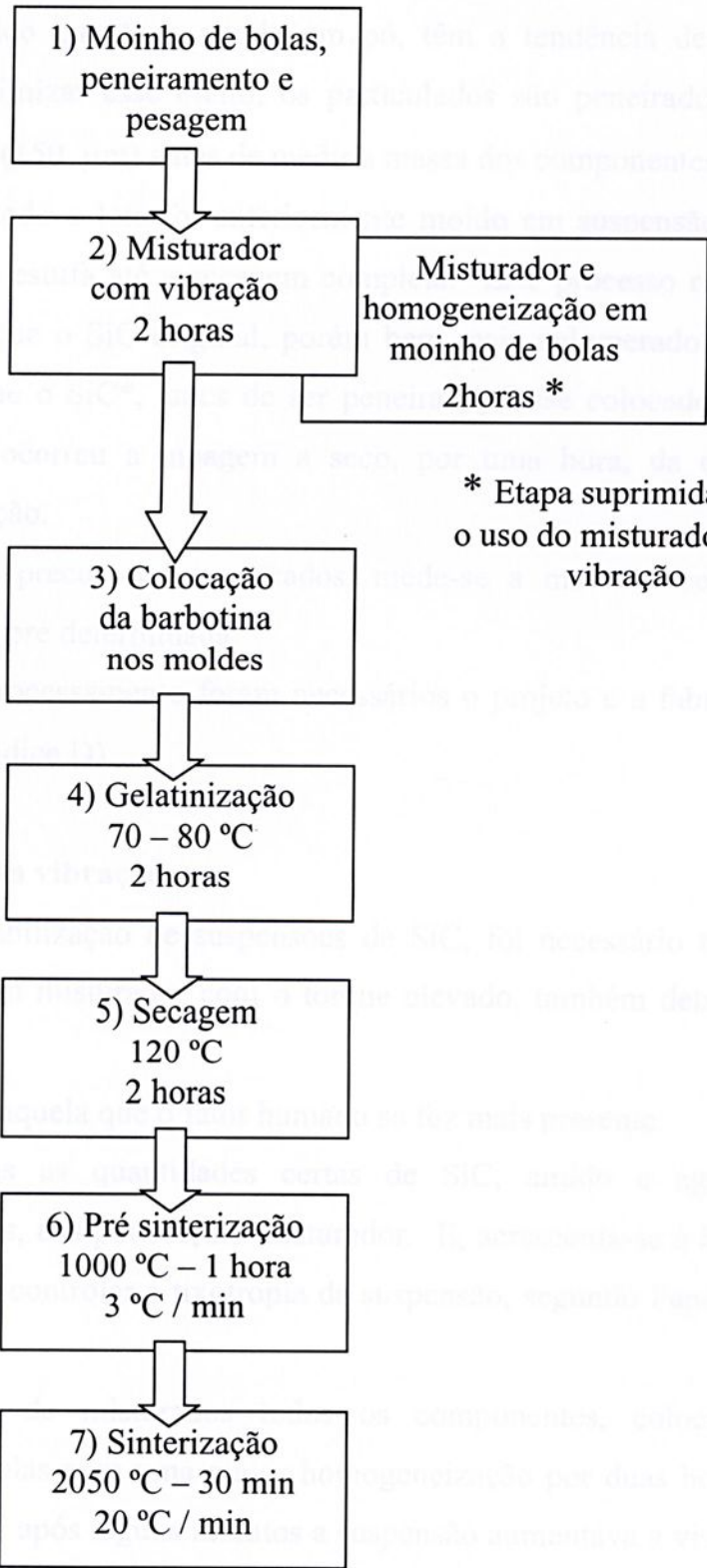


Figura 3.1 – Etapas do processo de conformação com amido usado neste trabalho

3.2.1 Etapas do processamento

1) Peneiramento / moinho de bolas / pesagem

Tanto o pó cerâmico quanto o amido em pó, têm a tendência de formarem aglomerados. Para minimizar esse efeito, os particulados são peneirados em uma peneira de aço Tyler 100 (150 μm) antes de medir a massa dos componentes.

No caso do SiC*, todo o lote foi anteriormente moído em suspensão aquosa e depois colocado em uma estufa até a secagem completa. Este processo resultou em um pó muito mais fino que o SiC original, porém bem mais aglomerado. Por esse motivo, foi necessário que o SiC*, antes de ser peneirado, fosse colocado em outro moinho de bolas, onde ocorreu a moagem a seco, por uma hora, da quantidade suficiente para a composição.

Após ter-se os pós precursores peneirados, mede-se a massa necessária, de acordo com a composição pré determinada.

Para esta parte do processamento foram necessários o projeto e a fabricação de um moinho de bolas (apêndice D).

2) Misturador com vibração

Devido à difícil estabilização de suspensões de SiC, foi necessário também o projeto e construção de um misturador com o torque elevado, também detalhado no anexo D.

A etapa de mistura é aquela que o fator humano se fez mais presente.

Depois de separadas as quantidades certas de SiC, amido e água, estes componentes são colocados, aos poucos, no misturador. E, acrescenta-se à barbotina, gotas do defloculante para controlar a tixotropia da suspensão, segundo Pandolfelli et al. (2000).

Inicialmente, depois de misturados todos os componentes, colocava-se a barbotina no moinho de bolas para uma maior homogeneização por duas horas. Foi constatado visualmente que após alguns minutos a suspensão aumentava a viscosidade e ocorria um alta aglutinação, impedindo o processo de homogeneização e produzindo peças de baixa qualidade.

Por este motivo, em seguida foi imperioso optar-se por uma adaptação no processo que consistiu em provocar vibração no colóide durante a etapa de mistura a fim de fornecer energia à mistura (Figura 3.2) o que demonstrou ser bastante eficiente dispensando o moinho de bolas na etapa de homogeneização e a partir da inserção dessa técnica tornou-se possível a mistura e homogeneização numa só etapa e produzindo peças com bom acabamento final.

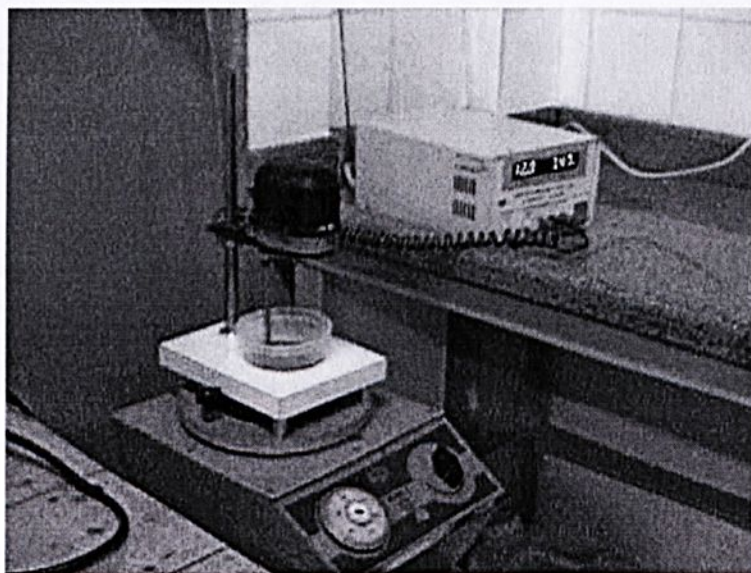


Figura 3.2 – Misturador associado a um almofariz elétrico

3) Colocação da barbotina nos moldes

Quando a barbotina apresenta visualmente um aspecto homogêneo, ou seja, não se percebe mais a existência de aglomerados, desliga-se o misturador e faz-se o processo de envazamento nos moldes pré determinados. Foram desenvolvidos moldes de várias formas e materiais demonstrando assim a versatilidade do processo.

Os moldes devem ser de materiais não porosos e, de preferência, com possibilidade de serem fechados, para que não haja perda de água durante a fase de gelatinização. Foram utilizados moldes de silicone, plástico, teflon e alumínio.

Depois que os moldes estão preenchidos, coloca-se os mesmos sobre o almofariz elétrico para que a vibração facilite a saída das bolhas de ar ou gases presentes na barbotina. Com o SiC, este processo mostrou-se prático e de melhor resultado que

aquele utilizando o vácuo, usado noutros trabalhos (CAMPOS, 2001a, 2001b, 2001c) e também nas fases iniciais deste trabalho.



Figura 3.3 – Moldes utilizados

4) Gelatinização

Nesta etapa, os moldes com barbotina são colocados em uma estufa na qual são aquecidos e mantidos em uma temperatura de 70 a 80 °C por duas horas.

5) Secagem

No final da etapa 4, as peças estão aparentemente conformadas, mas ainda há um excesso de água que será retirado durante a secagem. Os moldes são abertos e aquecidos a 120 °C por duas horas.

Após esta etapa as peças adquirem uma resistência mecânica suficiente para serem desmoldadas e manuseadas, porém com cuidado. Neste ponto do processo já se pode perceber a ocorrência de alguns defeitos de conformação, como trincas devidas a tensões de conformação, bolhas por excesso de lubrificante ou falta de ligante sendo que já se pode descartar essas peças, não sendo necessário fazer todo o processo.

6) Pré-sinterização

É a fase na qual as peças cerâmicas são mantidas a uma temperatura de 1000 °C, por uma hora com uma taxa de aquecimento de 3 °C por minuto para evitar trincas e para uma queima lenta e completa do amido (~300°C).

Ao final desta etapa, as peças possuem uma resistência mecânica razoável possibilitando serem manuseadas normalmente. É percebido uma pequena contração, mas durante a próxima etapa é que o material adquire a resistência mecânica final e ocorre a maior contração e densificação.

7) Sinterização

É a etapa final, onde as peças irão adquirir as propriedades desejadas.

As peças são submetidas a uma temperatura de 2050 °C, por trinta minutos com uma taxa de aquecimento de 20 °C por minuto, em um forno elétrico de resistência tubular de grafite, Figura 3.4.

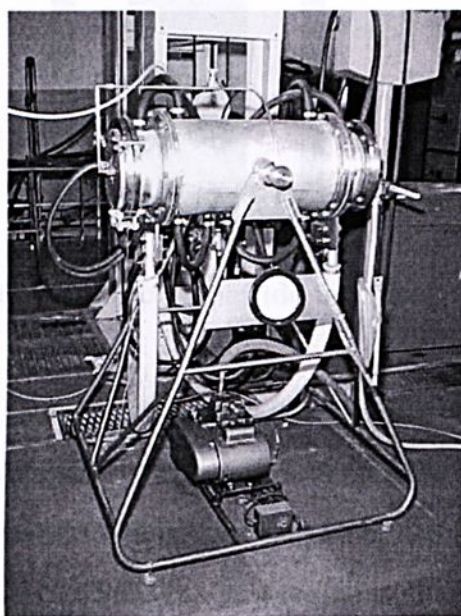


Figura 3.4 – Forno tubular de grafite

Observação: Todos os equipamentos utilizados durante o processamento pertencem ao LabCera, Laboratório de Materiais Cerâmicos – DMT-FEG-UNESP, com exceção do forno de sinterização que pertence ao AMR-CTA.

3.2.2 Cerâmicas com formas diversas

Como já foi citado anteriormente, uma das vantagens do método de conformação com amido é a possibilidade de manufatura de peças cerâmicas com geometria complexa com baixo custo em equipamentos.

Para a confecção das peças de carbetto de silício utilizou-se de diversos moldes de formas e materiais diferentes como plásticos, silicone e metálicos. Sendo que os metálicos não deram bom resultado, produzindo peças com trincas, provavelmente, entre outros fatores, em função dos coeficientes de dilatação e da alta condutibilidade térmica destes.

Os moldes plásticos devem resistir à fase de secagem ($120\text{ }^{\circ}\text{C}$) e devem ter uma forma ligeiramente cônica para facilitar a desmoldagem. Um molde cilíndrico bipartido de plástico foi testado com bom resultado, no qual foi moldado um cilindro oco. Antevendo um molde mais complexo com simetria cilíndrica para um propulsor.

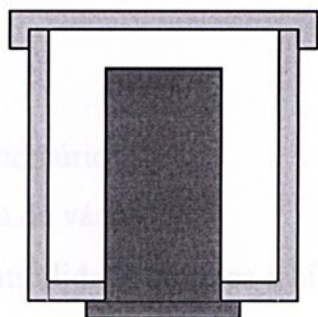


Figura 3.5 – Esquema do molde cilíndrico bipartido utilizado

Para os testes de flexão, foram fabricados pelo menos 40 corpos de prova para cada ensaio pois o método estatístico de Weibull determina um mínimo de 30 medidas (PIORINO, 1990). Para a obtenção dos corpos de prova nas dimensões estabelecidas para esses ensaios (ASTM C1161/94), fez-se plaquetas maiores que eram cortadas com o material pré-sinterizado.

As peças pré-sinterizadas já possuem uma rigidez razoável para serem manuseadas e trabalhadas para se obter a forma desejada. O único inconveniente é que por ser o SiC um material extremamente abrasivo, ocorre um desgaste muito rápido das ferramentas utilizadas.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DAS PEÇAS CERÂMICAS

Neste capítulo estão descritos os métodos de medida utilizados para caracterizar as peças de SiC obtidas com conformação por consolidação com amido e por prensagem uniaxial.

Os ensaios de caracterização foram realizados nos seguintes laboratórios:

DMT – FEG – UNESP:

- Contração
- Rugosidade
- Flexão por três pontos
- Reconstrução confocal
- Resistência ao choque térmico
- Ensaio de ablação

LCP – INPE:

- Porosimetria de mercúrio
- Ensaio em câmara de vácuo
- Análise da compatibilidade química à hidrazina

AMR – CTA:

- Densidade aparente
- Microscopia eletrônica de varredura

3.3.1 Contração

O conhecimento das alterações dimensionais, ou seja, da contração sofrida pelas cerâmicas durante todo o processamento é de vital importância para uma futura aplicação prática da peça conformada. Desta forma, deve-se saber a taxa de contração para calcular um molde maior, idealizando as dimensões finais desejadas para as peças.



De acordo com Van Vlack (1973), contrações desiguais e/ou empenamentos podem surgir se:

- 1) a distribuição da temperatura no interior do produto não for homogênea;
- 2) o tempo que o material permanecer na temperatura de sinterização variar de um ponto para outro da peça, por exemplo: de seções espessas à seções delgadas;
- 3) houver segregação de partículas durante a conformação que ocasione variações na granulometria das partículas ou na composição;
- 4) houver contração anisotrópica por orientação preferencial das partículas;
- 5) o fluxo (*escoamento viscoso no caso de sinterização com fase líquida*) ocorrer devido às tensões causadas pela gravidade, durante o período de queima em alta temperatura, ou;
- 6) houver atrito entre a base do forno e as peças que se contraem.

Cuidados durante todo o processo (conformação, secagem, pré-sinterização e sinterização), podem minimizar muitas das interferências citadas.

Foram feitas medidas de peças retangulares e cilíndricas, no início e no final de cada etapa.

3.3.2 Rugosidade

Os defeitos de superfície são importantes na avaliação da resistência mecânica de um material frágil. Desta forma, a especificação do acabamento superficial através da sua rugosidade tem grande importância quando da aplicação estrutural de um material cerâmico (PIORINO, 1990).

A rugosidade é formada por marcas provenientes do processo de fabricação, tais como ranhuras, estrias, escamas e crateras, ou por modificações na superfície por ação química ou corrosão (GUIMARÃES, 1999).

Neste trabalho a medição da rugosidade foi realizada utilizando um rugosímetro da Mitutoyo, SURFTEST 301, onde uma ponta de diamante percorre uma trajetória retilínea na superfície da peça. A trajetória, incluindo as irregularidades, analisada pelo aparelho indica um valor numérico ou imprime um gráfico com o perfil da rugosidade.



De acordo com o fabricante, as ondulações e outros desvios macroscópicos são desconsiderados pelo aparelho, que analisa somente os desvios de rugosidade. Neste trabalho escolheram-se três parâmetros para a análise Ra (rugosidade média), Rt (profundidade total da rugosidade) e R_{3z} (rugosidade média do terceiro pico e vale).

Neste trabalho, para se ter um tratamento estatístico, utilizou-se três corpos de prova para cada um dos quatro tipos de composição (SiC e SiC*, prensado e com amido) e fez-se uma série de cinco medidas em cada corpo de prova, 15 para cada tipo e totalizando 60 medidas.

3.3.3 Porosimetria de mercúrio

Segundo Cairo, na equação desenvolvida por Knudsen, a resistência mecânica decresce exponencialmente com o aumento da porosidade, e está diretamente relacionada ao tamanho do defeito mais crítico, sendo que sua expressão é válida para um nível de porosidade entre 20 e 50% (CAIRO, 1990).

O defeito mais crítico é aquele que, devido ao seu tamanho, orientação e localização no volume testado, apresenta a maior probabilidade de iniciar a fratura, ou seja, aquele defeito cuja extremidade se encontra o maior fator de intensidade de tensão, que provocará assim o início da sua propagação.

Assim o tamanho, forma, distribuição e quantidade de poros são fatores importantes na determinação da resistência mecânica de uma peça cerâmica.

Para a determinação da porosidade foi utilizado um porosímetro de mercúrio da marca Quantachrome, modelo Autoscan-33, que admite uma pressão máxima de 33.000 psi, permitindo medições de diâmetros de poros na faixa de $10\mu\text{m}$ a $100\text{\AA}$.

As medidas foram feitas em corpos de prova de SiC e SiC* conformados com amido e também SiC e SiC* obtidos por prensagem para uma comparação dos diâmetros e distribuição dos poros.

É importante ressaltar que a porosimetria de mercúrio determina somente os poros abertos conectados à superfície externa da amostra. Grandes poros conectados à superfície por canais de menor diâmetro, terão seus respectivos volumes indicados por pressões que correspondem à dos canais de comunicação (PALLONE, 1995).

3.3.4 Flexão por três pontos

Uma maneira de se determinar a resistência mecânica de um material é pelo nível de tensão no qual ocorre a fratura.

Uma vez que os materiais fraturam em diferentes níveis de tensão, sob carregamentos diferentes (compressão, tração ou flexão), é necessário especificar o teste utilizado na obtenção de um determinado valor. Como dificilmente em amostras diferentes do mesmo material, o tamanho, localização e a orientação do defeito crítico serão os mesmos, tem-se que suas resistências mecânicas serão diferentes. Por isso, em um material cerâmico, os valores medidos de resistência mecânica apresentam um grande espalhamento, dependendo da distribuição estatística de defeitos em cada corpo de prova. Este fato constitui-se num grande inconveniente no emprego de materiais cerâmicos.

Várias tentativas têm sido feitas para desenvolver uma teoria estatística para a resistência de materiais frágeis. A teoria estatística mais adequada aos materiais cerâmicos foi desenvolvida por Weibull.

Baseado em Chiang 1997: a expressão de Weibull pode ser descrita em uma equação da reta segundo um sistema de eixos logarítmicos:

$$\ln\left(\ln\frac{1}{1-P}\right) = m(\ln\sigma) - m(\ln\sigma_0) \quad (1)$$

onde:

σ_0 = é a resistência característica do material que depende da função de distribuição;

m = é o módulo de Weibull que é relacionado à homogeneidade do material;

P = é a probabilidade de ocorrência de falha.

Usando regressão linear é possível determinar os parâmetros m e σ_0 . O parâmetro m é a inclinação da reta e $m\ln\sigma_0$, o coeficiente linear da mesma.

Para a aplicação do método estatístico de Weibull é importante saber que o valor de m , segundo Piorino (1990), se estabiliza em função do número de amostras.

Portanto, como é o caso deste trabalho, o número mínimo de corpos de prova devem ser maior ou igual a 30. O estimador escolhido, e o mais utilizado, é dado por

$$P = \frac{J - 0,5}{N}, \quad (2)$$

onde N é o número de amostras e J é um índice que varia de 1 até N .

Neste trabalho usou-se o ensaio de flexão por 3 pontos, com um vão de 20 mm e velocidade de 0,5 mm/min, feito em uma máquina de ensaios EMIC acoplado a um célula de carga de 9810 N (1000 kgf).

Para determinar a tensão de ruptura (σ), foi utilizada uma relação extraída da teoria da elasticidade e de acordo com a maioria dos textos técnicos (CALLISTER JÚNIOR; SHACKELFORD; PIORINO; 1999, 1992, 1990, 1998):

$$\sigma = \frac{3}{2} \frac{Q}{bh^2} (L - \ell), \quad (3)$$

onde, de acordo com o esquema apresentado na Figura 3.6, tem-se:

Q = carga aplicada

h = espessura da amostra

b = largura da amostra

L = vão maior

ℓ = vão menor (igual a zero para flexão em 3 pontos)

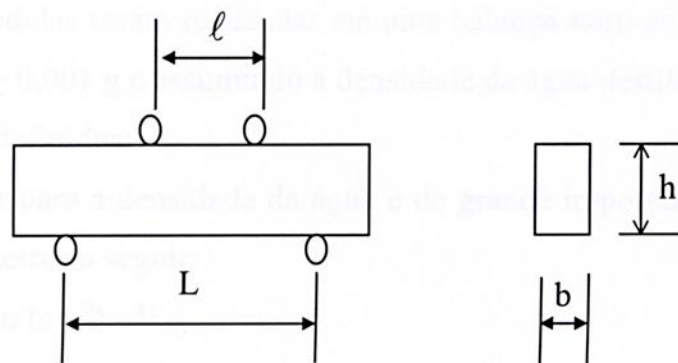


Figura 3.6 – Esquema dos parâmetros para o ensaio de flexão

Foram realizados ensaios com corpos de prova nas seguintes condições:

- 1) SiC prensado
- 2) SiC* prensado
- 3) SiC com amido
- 4) SiC* com amido
- 5) SiC com amido após o teste de vácuo
- 6) SiC* com amido após o teste de vácuo
- 7) SiC com amido após o teste de vácuo e de choque térmico
- 8) SiC* com amido após o teste de vácuo e de choque térmico

3.3.5 Densidade aparente

Para este ensaio, usou-se o método baseado no princípio de Arquimedes, que é usado para avaliar e comparar produtos que não são atacados por água. De acordo com a norma ASTM C20-87, as amostras foram medidas em diferentes situações, como segue:

- Massa imersa (m_i) – a amostra é colocada em água destilada e ferve por 2h, dentro de um recipiente sem contato com as paredes. A seguir deixa-se a mesma a temperatura ambiente por 24h, sempre dentro da água, sendo então medida a massa.
- Massa úmida (m_u) – após a determinação da massa imersa, as superfícies da amostra são enxugadas com um pano levemente umedecido e, então, obtida a massa.
- Massa seca (m_s) – após estas etapas, seca-se a amostra em estufa a 110 °C por 1h e após 15min de repouso em um dissecador, determina-se a massa.

Todas as medidas foram realizadas em uma balança semi-analítica marca Metler, com precisão de $\pm 0,001$ g e assumindo a densidade da água destilada como 1g/cm^3 .

Parâmetros definidos:

Este valor para a densidade da água é de grande importância para a definição de todos os parâmetros a seguir:

1 – Volume externo (cm^3) - V_{ext}

$$V_{\text{ext}} = m_u - m_i \quad (4)$$



2 – Volume de poros abertos (cm^3) - V_{ab}

$$V_{ab} = m_u - m_s . \quad (5)$$

3 – Porosidade aparente (%) – P_a

$$P_a = \frac{m_u - m_s}{m_u + m_i} 100 . \quad (6)$$

4 – Absorção de água (%) - A_a

$$A_a = \frac{m_u - m_s}{m_s} 100 . \quad (7)$$

5 – Massa específica aparente (g/cm^3) - m_{ea}

$$m_{ea} = \frac{P_a}{A_a} = \frac{m_s}{m_u - m_i} . \quad (8)$$

Os resultados finais determinados neste ensaio foram: porosidade aparente e densidade aparente. As medidas foram feitas em corpos de prova de SiC e SiC* conformados com amido e também SiC e SiC* obtidos por prensagem para uma comparação da densificação e porosidade obtida.

3.3.6 Reconstrução confocal

A avaliação da superfície das amostras é feita através de rotinas computacionais que consideram as diferenças de níveis de brilho devido às posições ou elevações de cada ponto das imagens obtidas desta superfície (RUSS, 1992).

Para determinar tais elevações, é usado um “plug-in” de reconstrução confocal. Este “plug-in” usa como entrada de dados um conjunto de imagens, denominado pilha, extraídas com deslocamentos sucessivos do anel graduado que controla o foco do microscópio. Com a pilha montada, uma matriz de dimensões ímpares percorre as imagens e, para as mesmas coordenadas, são determinadas três saídas:

- a primeira armazena o maior valor de índice de foco;
- a segunda armazena o brilho da imagem que possui o maior índice de foco;
- a terceira armazena a posição na pilha do brilho da imagem com maior índice de foco multiplicada pelo deslocamento do anel graduado.

A terceira saída corresponde às elevações da superfície.



Esta rotina para reconstrução da superfície faz parte da tese de doutoramento de Emerson Ferreira de Lucena que ainda está sendo aprimorada.

As imagens foram obtidas em um microscópio Nikon modelo Epiphot 200 com uma objetiva de 50 vezes, com um aumento final de 500 vezes acoplado a uma câmera digital Diagnostic Instruments modelo Spot insight color QE, pertencentes ao LAIMAT – Laboratório de Análise de Imagens de Materiais.

As imagens foram feitas em corpos de prova de SiC e SiC* conformados com amido para uma comparação qualitativa da superfície de cada tipo de peça.

3.3.7 Microscopia eletrônica de varredura

A Microscopia Eletrônica de Varredura é uma técnica que apresenta uma boa condição de análise qualitativa das amostras, que neste trabalho será utilizado para observar a superfície de fratura, após o ensaio de flexão por 3 pontos.

Em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), ou “scanning electron microscope” (SEM), a área a ser examinada é irradiada por um feixe de elétrons finamente focalizado, que pode ser estático ou pode fazer uma varredura através da superfície da amostra.

Os tipos de sinais produzidos quando o feixe de elétrons atinge a superfície da amostra, entre outros, podem ser elétrons retro espalhados (retro-espalhamento- “backscattered”) ou elétrons secundários (GOLDSTEIN et al., 1992).

As imagens contidas neste trabalho foram obtidas no Microscópio Eletrônico de Varredura modelo LEO 435 Vpi, por elétrons secundários com excitação de 15 kV e 4 imagens por amostra, 100, 200, 500 e 1000 vezes.

As imagens foram feitas em quatro corpos de prova de SiC e SiC* conformados com amido e também obtidos por prensagem para uma comparação dos grãos e sua distribuição.

3.3.8 Teste em câmara de vácuo

Os materiais utilizados em satélites devem resistir a uma pressão muito baixa, da ordem de fração de milibar, dependendo da altitude da órbita.



As tintas, adesivos ou materiais sintéticos utilizados, não devem possuir bolhas de ar para evitar que se rompam, podendo iniciar alguma trinca ou outro problema.

Em um material cerâmico usado como parte estrutural também deve-se evitar a existência de poros fechados, pelo mesmo motivo.

Para simular as condições de trabalho em um ambiente de vácuo, diversas peças cerâmicas foram colocadas em uma câmara sob uma pressão de $1,2 \times 10^{-1}$ mbar por 2 horas.

Os corpos de prova foram posteriormente submetidas ao ensaio de resistência mecânica (flexão por 3 pontos) e os resultados comparados com os das peças que não foram expostas ao vácuo para verificar possíveis alterações na resistência.

Foram ensaiados um total de 20 corpos de prova, sendo 10 de SiC com amido e 10 de SiC* com amido. De cada grupo, 5 passaram também pelo ensaio de choque térmico antes do ensaio de flexão por três pontos.

3.3.9 Resistência ao choque térmico

O carbeto de silício é conhecido como um material resistente a altas temperaturas, porém a utilização em propulsores de satélites exige também resistência ao choque térmico.

Para esta verificação, 10 peças, já sinterizadas e que passaram pelo teste de vácuo, foram aquecidas e mantidas a 1000 °C por 30 minutos e em seguida mergulhadas em um recipiente contendo água e gelo fundente.

Os corpos de prova foram posteriormente submetidas ao ensaio de flexão por 3 pontos e os resultados comparados com os das peças que não passaram por este ensaio de vácuo, para verificar a possível redução na resistência mecânica.

3.3.10 Análise de compatibilidade química à hidrazina

Na utilização do carbeto de silício em propulsores de satélite certamente este estará exposto a ambientes contendo vapores dos propelentes utilizados.

Portanto, o comportamento reativo ou não do carbeto de silício com a hidrazina é um parâmetro muito importante.



Para a realização desse ensaio triturou-se, de cada amostra, uma pequena partícula de aproximadamente 500 mg e imergindo-a em N_2H_4 armazenada em um frasco fechado para amostragem em um “auto sampler”. Após 30 minutos, iniciou-se a análise cromatográfica.

Equipamento utilizado: Perkin Elmer modelo Autosystem xl.

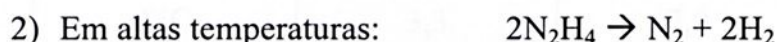
Temperatura da coluna Isoterma: 95 °C.

Detetor TCD (Detetor de condutividade térmica a 120 °C).

Gás de arraste: hélio na vazão de 30 ml/min.

Ensaio realizado com 4 tipos de amostras: SiC prensado, SiC* prensado, SiC com amido e SiC* com amido

As principais reações de decomposição da hidrazina são:



Se alguma dessas reações ocorrer entre o SiC e a hidrazina, nos frascos de amostragem, o cromatógrafo irá detectar, como o aumento da porcentagem de amônia ou do ar que representa um aumento na porcentagem de nitrogênio do ar.

3.3.11 Teste de ablação

Para verificar qualitativamente a resistência às condições de alta temperatura e abrasão pelo jato de saída de um propulsor, uma peça cerâmica foi exposta ao bocal de saída de um maçarico de acetileno por 20 minutos.

A temperatura que a peça atingiu foi medida por meio de um pirômetro óptico Raytec modelo Raynger MX4 e registrado por uma câmera fotográfica digital.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão descritos vários resultados visando caracterizar e qualificar a matéria prima utilizada bem como as cerâmicas de carbeto de silício conformadas com amido.

4.1 ANÁLISE DO PÓ CERÂMICO E DO AMIDO

4.1.1 Análises de densidade real, tamanho das partículas e área específica

Na Tabela 4.1 apresenta-se os valores da densidade real, do diâmetro médio e da área específica para os dois tipos de carbeto de silício.

Tabela 4.1 Densidade, diâmetro médio e área específica dos pós cerâmicos.

	Densidade [g/cm ³]	Diâmetro médio [μm]	Área específica [m ² /g]
SiC	3,3	7,0	30
SiC*	3,3	1,2	50

Para um maior conhecimento do pó cerâmico utilizado foram feitas as medidas de:

- a) densidade – parâmetro necessário para o cálculo das formulações;
- b) diâmetro médio das partículas – para a verificação da moagem;
- c) área específica – também para a verificação da moagem.

E como era esperado, em consequência da moagem houve uma diminuição considerável no diâmetro médio das partículas e também um aumento na área específica, demonstrando a eficácia da moagem.

4.1.2 Análises de difratometria de raios X

A difratometria de raios X indicou que não houve contaminação de alumina durante o processo de moagem o que é normal, pois se usou-se esferas de alumina que se desgastam durante o processo de moagem, mas como o moinho utilizado é pequeno, as esferas não adquirem muita energia cinética.

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam respectivamente os difratogramas de raios X do SiC e do SiC*, que indicam a ficha JCPDF 29-1131, a qual se refere a uma estrutura hexagonal (SiC alfa).

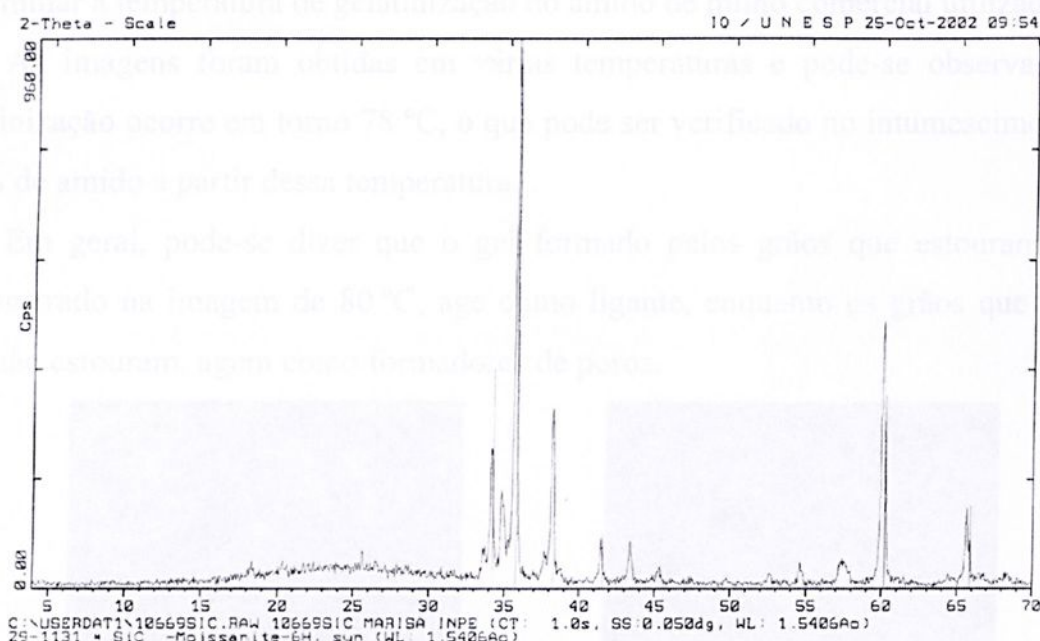


Figura 4.1 – Difratograma de raios X do SiC.

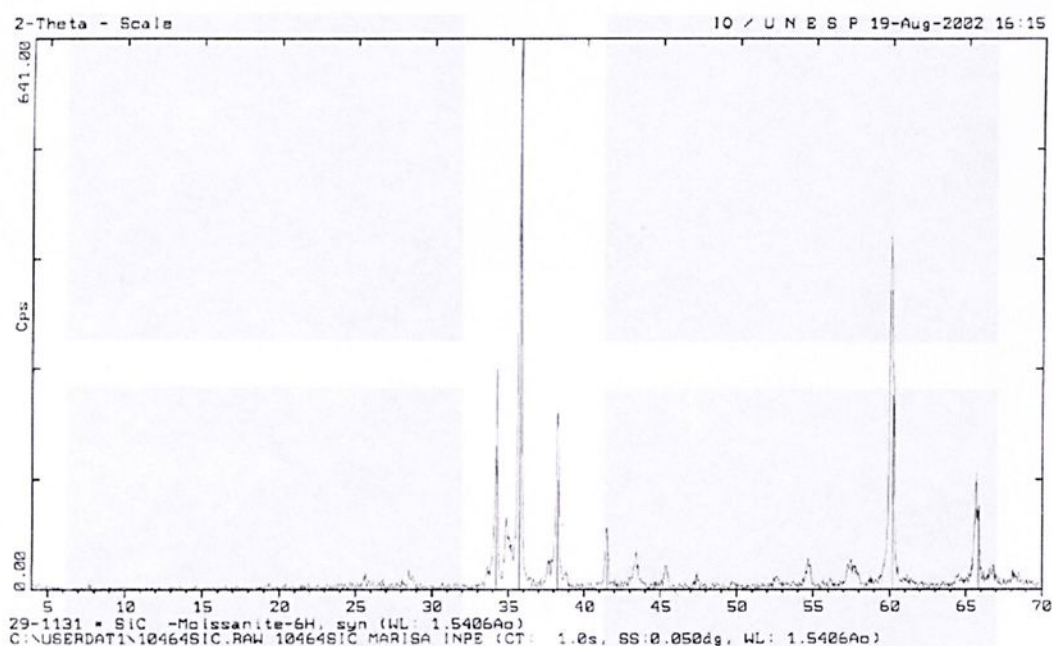


Figura 4.2 – Difratograma de raios X do SiC*.

4.1.3 Análises de microscopia com platina aquecida

Como a temperatura de gelatinização pode variar em função do tipo de amido utilizado, era muito importante verificar a sua verdadeira temperatura de gelatinização. Para isso foi realizado o ensaio de microscopia com platina aquecida para se determinar a temperatura de gelatinização do amido de milho comercial utilizado.

As imagens foram obtidas em várias temperaturas e pode-se observar que a gelatinização ocorre em torno 78 °C, o que pode ser verificado no intumescimento dos grãos de amido a partir dessa temperatura.

Em geral, pode-se dizer que o gel formado pelos grãos que estouram, como demonstrado na imagem de 80 °C, age como ligante, enquanto os grãos que incham mas não estouram, agem como formadores de poros.

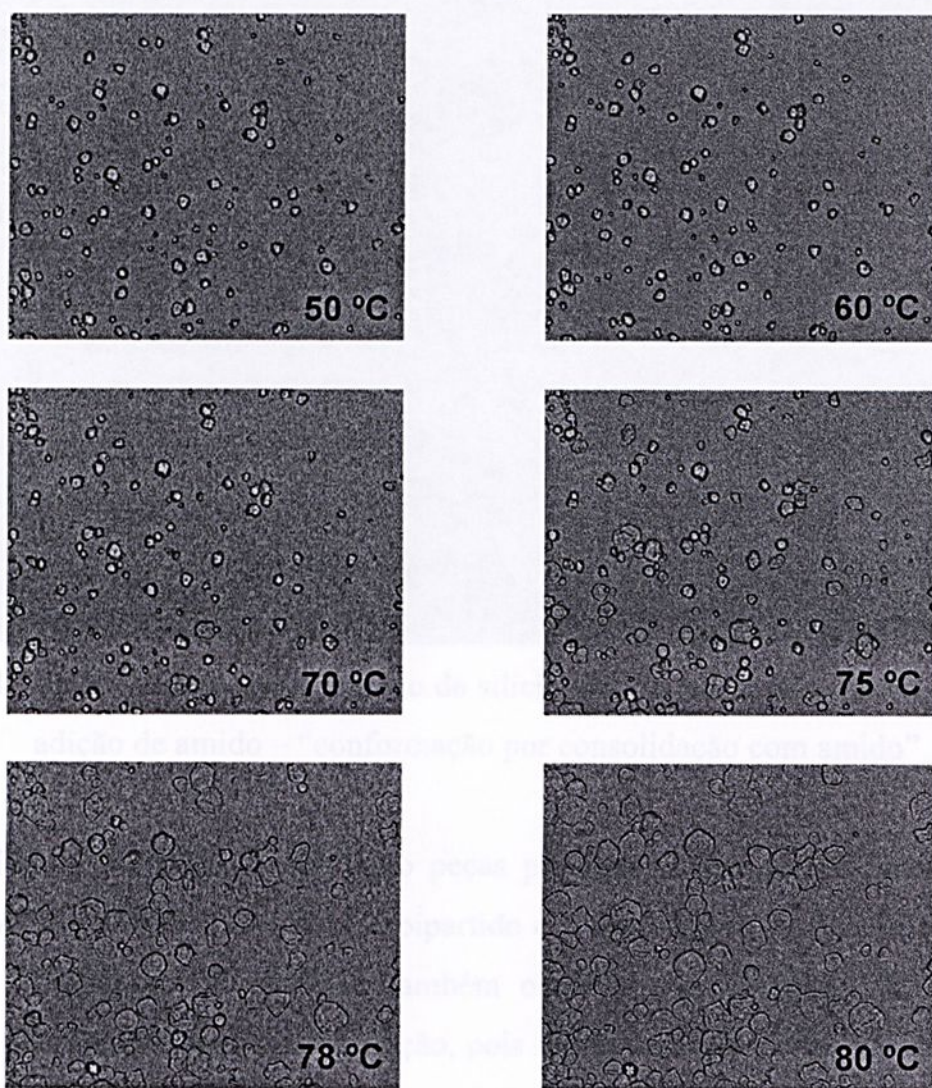


Figura 4.3 – Microscopia com platina aquecida da suspensão de amido de milho

4.2 ANÁLISE DAS CERÂMICAS

4.2.1 Corpos cerâmicos resultantes

A conformação com amido demonstrou ser eficaz na confecção de cerâmicas de carbeto de silício. Foram obtidas peças com diversos formatos, em moldes de vários materiais, como está demonstrado na Figura 4.4.

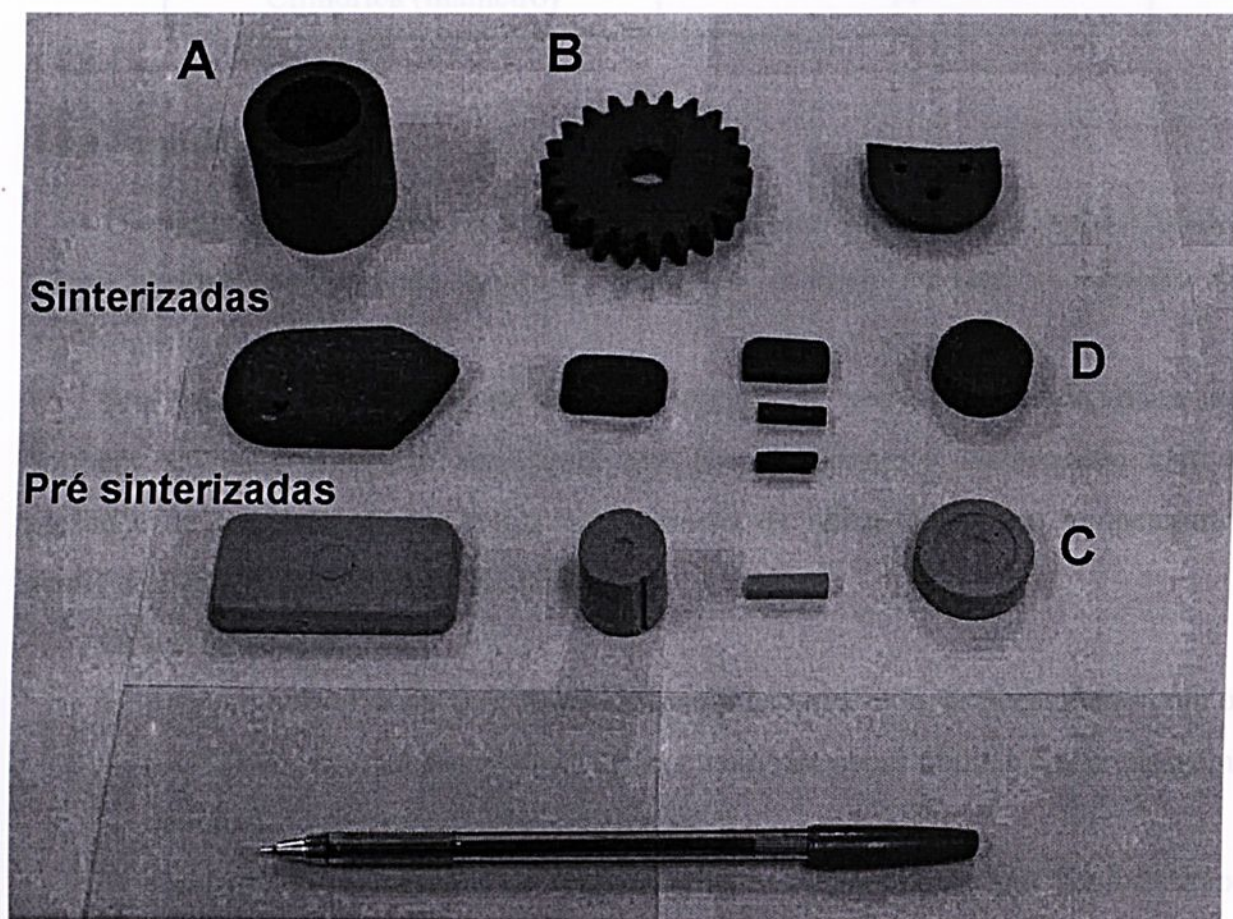


Figura 4.4 – Peças cerâmicas de carbeto de silício obtidas por conformação direta com adição de amido – “conformação por consolidação com amido”

Na Figura 4.4 pode-se ver tanto peças pré-sinterizadas quanto sinterizadas, o cilindro “A” foi obtido com o molde bipartido e a engrenagem “B”, com o molde de borracha de silicone. E, pode-se também observar nas pastilhas “C” e “D”, a contração no diâmetro após a sinterização, pois foram confeccionados em moldes com as mesmas dimensões.

4.2.2 Contração

Na Tabela 4.2 estão apresentados os valores médios de contração obtidos.

Tabela 4.2 – Contração média das peças de carbetto de silício conformadas com amido

Tipo de peça	Contração média %
Retangular	15
Cilíndrica (diâmetro)	17

4.2.3 Rugosidade

O objetivo desse ensaio foi a verificação estatística da rugosidade superficial das peças obtidas, comparando tanto o efeito da moagem quanto o método de conformação.

A rugosidade superficial de todos os corpos de prova analisados, pode ser também devida à oxidação superficial que ocorre durante a sinterização com a presença de oxigênio, o que forma uma camada de sílica (SiO₂) em temperaturas acima de 1480 °C (VAN VLACK, 1973).

Observou-se que:

- a) comparando as peças pelo tipo de pó cerâmico utilizado, as peças feitas com o SiC* (mais moído) são menos rugosas tanto nas peças obtidas por prensagem quanto nas por conformação com amido
- b) comparando os métodos de conformação, as peças obtidas por conformação com amido são menos rugosas que as obtidas por prensagem.

Os resultados obtidos na análise de rugosidade(Tabela 4.3), reforçam mais a viabilidade do uso da técnica da conformação com amido em cerâmicas de carbetto de silício, e mais ainda tendo em vista a utilização em gargantas de propulsores, onde a rugosidade superficial deve ser a menor possível.

Os menores valores de rugosidade obtidos, em todos os parâmetros, nos corpos de prova confeccionados com o SiC* por conformação com amido, demonstra que para a aplicação em gargantas de propulsores, deve-se ainda procurar obter um pó mais fino ainda.

Tabela 4.3 – Parâmetros de rugosidade das cerâmicas de carbeto de silício

Parâmetro	Estatística	SiC Prensado	SiC* prensado	SiC c/ amido	SiC* c/ amido
Ra	Média	3,90	3,06	3,14	2,69
	Mediana	3,78	3,03	3,07	2,70
	Maior valor	6,12	4,27	3,67	3,14
	Menor valor	2,24	1,95	2,76	2,32
	Desvio padrão	1,27	0,68	0,26	0,26
R _{3z}	Média	13,34	11,44	12,14	10,48
	Mediana	12,25	11,20	12,30	10,45
	Maior valor	19,30	14,70	13,70	11,50
	Menor valor	10,10	8,20	10,50	9,70
	Desvio padrão	3,10	1,88	0,95	0,55
Rt	Média	27,52	25,05	24,05	18,4
	Mediana	25,20	24,80	23,20	18,90
	Maior valor	40,70	32,70	33,30	24,40
	Menor valor	15,00	15,30	20,60	15,60
	Desvio padrão	8,94	5,13	3,61	1,95

Ra – rugosidade superficial média

R_{3z} – rugosidade superficial média do 3º pico e vale

Rt – rugosidade superficial total

4.2.4 Resistência mecânica

Nas Figura 4.5 e 4.6 estão representados os diagramas de Weibull para os corpos de prova ensaiados, apresentando as curvas $\ln[\ln(1/1-P)]$, em função do $\ln \sigma$ e da probabilidade de ruptura (P) em função da tensão de ruptura (σ) em MPa, respectivamente.

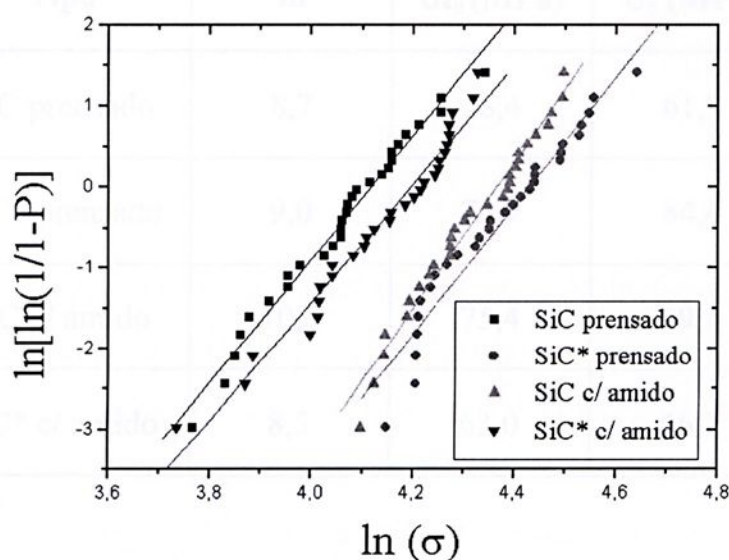


Figura 4.5 – Diagramas de Weibull, para amostras de SiC / SiC* prensadas uniaxialmente e conformadas por consolidação com amido de milho

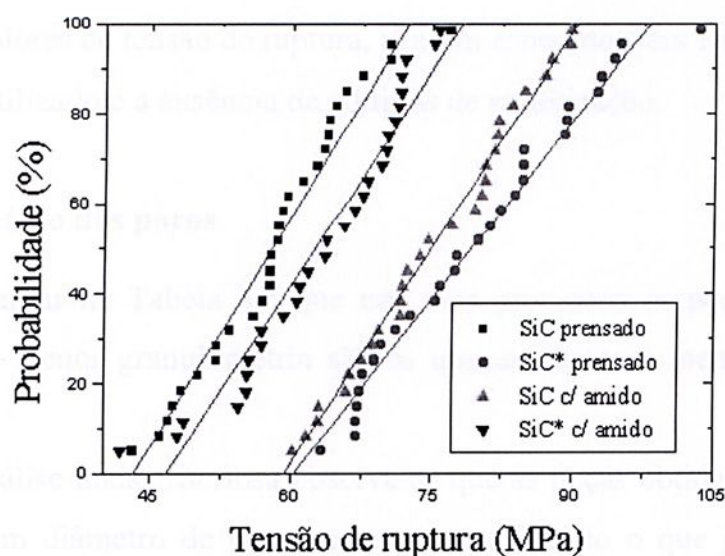


Figura 4.6 – Diagramas de Weibull, para amostras de SiC / SiC* prensadas uniaxialmente e conformadas por consolidação com amido de milho

A Tabela 4.4 apresenta os valores da tensão de ruptura(σ_0), a resistência média (σ_{50}) e o módulo de Weibull (m) para todas as amostras, lembrando que, no mínimo, foram ensaiados 30 corpos de prova e que todos foram sinterizados a 2050 °C.

Tabela 4.4 – Resultados estatísticos dos ensaios de flexão por três pontos

Tipo	m	σ_{50} (MPa)	σ_0 (MPa)
SiC prensado	8,7	58,4	61,7
SiC* prensado	9,0	79,9	84,4
SiC c/ amido	10,3	75,4	79,1
SiC* c/ amido	8,5	63,0	66,7

Os valores obtidos nos ensaios de flexão por três pontos estão muito próximos, levando em conta o desvio padrão, o que demonstra plenamente a viabilidade do método de conformação com amido em cerâmicas de carbetto de silício.

Os baixos valores de tensão de ruptura, já eram esperados, em função da qualidade do pó utilizado e a ausência de aditivos de sinterização.

4.2.5 Diâmetro médio dos poros

Pode-se observar na Tabela 4.5 que nos dois processos as peças conformadas com o carbetto de menor granulometria são as que apresentam menor diâmetro dos poros.

Com uma análise mais criteriosa observa-se que as peças obtidas por prensagem uniaxial apresentam diâmetro de poros menores, ratificando o que já foi verificado com cerâmicas de alumina (CAMPOS, 2001a, 2001b).



Tabela 4.5 – Diâmetro médio dos poros das cerâmicas de SiC obtidas por porosimetria de mercúrio

	Diâmetro dos poros [Å]	
	Média	Mediana
SiC c/ amido	9692	833
SiC* c/ amido	2332	374
SiC prensado	624	216
SiC* prensado	Aprox. zero	Aprox. zero

4.2.6 Densidade e porosidade aparente

Corroborando com a análise feita na porosimetria de mercúrio, pode-se agora, analisando os dados mostrados na Tabela 4.6, afirmar que realmente a porosidade das peças conformadas (em ambos os processos) diminui para as peças feitas com o pó de menor granulometria. Pode-se observar, também, que as peças conformadas com amido obtiveram em torno de 85% da densificação obtida com as peças do mesmo material obtidas por prensagem uniaxial.

Tabela 4.6 – Densidade e porosidade aparentes das cerâmicas de carbetto de silício.

	Porosidade Aparente [%]	Densidade Aparente [%]	Densificação Relativa [%]	Comparação amido/prens.
SiC c/ amido	44,08	1,73	55,81	85,23 % de (a)
SiC* c/ amido	43,34	1,81	58,39	84,59 % de (b)
SiC prensado	36,49	2,03	65,48 a	--- ---
SiC* prensado	30,54	2,14	69,03 b	--- ---

A porosidade revelada nas nicrografias das páginas 83 a 86 são relativas a poros de dimensões muito superiores ao limite de detecção do porosímetro de mercúrio utilizado neste trabalho. Isto justifica a “aparente discordância” nos resultados entre os ensaios de porosimetria de mercúrio e os de densidade e porosidade aparente.

4.2.7 Teste em câmara de vácuo

Os corpos de prova foram submetidos ao vácuo e em seguida ao teste de flexão.

Nos dois tipos de composição, os corpos de prova apresentaram pequenas alterações na tensão de ruptura média no ensaio de flexão.

Tabela 4.7 – Tensões de ruptura dos corpos de prova após o ensaio de vácuo

Corpos de prova conformados com amido	SiC	SiC*
Tensão de ruptura média normal [Mpa]	74,86	67,52
Tensão de ruptura média após o ensaio de vácuo[Mpa]	66,26	62,23
Resistência relativa [%]	88,51	92,16
Perda relativa [%]	11.49	7.84

4.2.8 Resistência ao choque térmico

Os corpos de prova já submetidos ao teste de vácuo foram em seguida expostos a um choque térmico de aproximadamente 1000 °C, e em seguida foi realizado o ensaio de flexão.

Tabela 4.8 – Tensões de ruptura dos corpos de prova após os ensaios de vácuo e choque térmico

Corpos de prova conformados com amido	SiC	SiC*
Tensão de ruptura média normal [Mpa]	74,86	67,52
Tensão de ruptura média após o ensaio de choque térmico [Mpa]	23,48	48,98
Resistência relativa [%]	31,36	72,54
Perda relativa [%]	68,64	27,46

Os corpos de prova apresentaram uma considerável perda de resistência, sendo mais acentuada nos corpos confeccionados com SiC original, o que pode ser verificado na Tabela 4.8.

De acordo com Chiang (1997), a resistência ao choque térmico é uma propriedade importante nos projetos de cerâmicas de aplicações em altas temperaturas; aquelas que têm um baixo coeficiente de expansão térmica e alta conductibilidade térmica, têm a tendência de ter mais resistência ao choque térmico. Contudo, cerâmicas com altas e baixas resistência, podem ambas ser resistentes ao choque térmico. Tijolos refratários usados em fornos são abundantemente porosos e cheios de falhas microscópicas, e certamente não possuem alta conductibilidade térmica, mas são resistentes ao choque térmico porque o grande número de microtrincas permite que o “stress” térmico fique acomodado, sem a propagação de falhas existentes nem gerando outras. Por outro lado, cerâmicas de alta performance de nitreto de silício possuem melhor resistência ao choque que outros materiais concorrentes, devido a uma resistência à fratura e dureza, assim como um baixo módulo de elasticidade, baixo coeficiente de expansão térmica e boa conductibilidade térmica.

O efeito do “stress” térmico em diferentes tipos de materiais depende não somente do nível de “stress”, distribuição do “stress” no corpo, e a duração do “stress”, mas também das características do material, como ductibilidade, homogeneidade, porosidade e defeitos pré-existent. Consequentemente, é impossível determinar um simples fator de resistência ao “stress” térmico que seja satisfatório em todas as condições (KINGERY, 1976).

4.2.9 Compatibilidade química à hidrazina

O ensaio foi realizado em um cromatógrafo para detectar se houve alguma reação da hidrazina com as cerâmicas de carbetto de silício.

Os resultados da cromatografia estão condensados na Tabela 4.9 e pode-se observar que não foi percebido nenhuma reação significativa das cerâmicas de carbetto de silício com a hidrazina, as variações nos valores obtidos são normais para esse aparelho. O que confirma ser um material compatível para o uso em um propulsor de satélite.

Tabela 4.9 – Análise cromatográfica da hidrazina após contato com as cerâmicas de carbeto de silício

Componente	% detectada pelo cromatógrafo				
	Padrão	SiC Prensado	SiC* Prensado	SiC c/ amido	SiC* c/ amido
Ar	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Amônia	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03
Metilamina	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Água	1,19	1,28	1,29	1,16	1,11
Hidrazina	98,78	98,67	98,68	98,81	98,86

4.2.10 Teste de ablação

Este teste foi realizado com o intuito de simular a ação dos gases quentes em alta temperatura na saída de um propulsor de satélite. O ensaio foi realizado com um maçarico de oxigênio e acetileno e mostrou que o material resistiu a elevada temperatura (~836 °C), conforme pode ser visto na Figura 4.7.

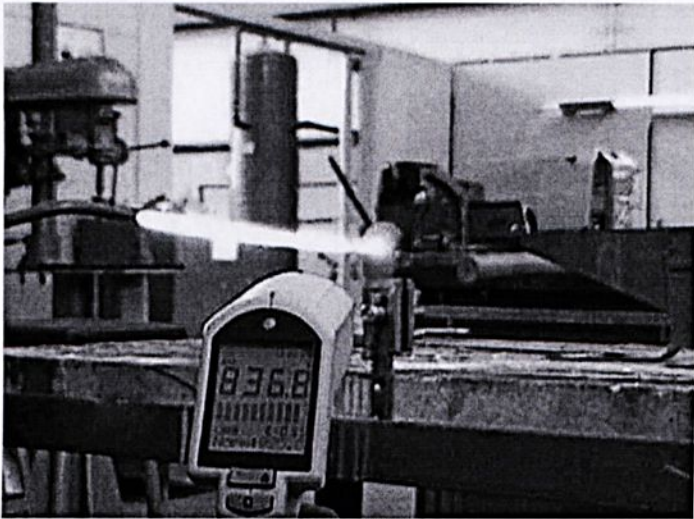


Figura 4.7 Teste de ablação de uma peça de SiC conformada com amido

Pretende-se como continuação desse trabalho, expor, diversos corpos de prova aos gases de saída de um propulsor de satélite e verificar microscopicamente a ablação sofrida.

4.2.11 Reconstrução confocal

A utilização dessa inovadora técnica tem como objetivo final, analisar as regiões de maior ablação de peças de SiC que serão montadas em propulsores de satélite, antes e depois de testes de desempenho em bancos de prova.

Com esta técnica foi possível observar características da superfície do material. Foram feitas 8 reconstruções, no total, em 2 imagens feitas em corpos de prova conformados por consolidação com amido sendo a primeira numa peça de SiC e a segunda de SiC*.

Na Figura 4.8 tem-se uma imagem obtida por microscopia óptica da superfície de um corpo de prova de SiC conformado com amido, com ampliação total de 500 vezes. E as regiões onde foram feitas as reconstruções superficiais. Essa imagem faz parte da pilha de imagens que foi usada para elaborar o mapa de elevações, sendo visualmente a imagem de melhor foco, ou seja, no centro da pilha.

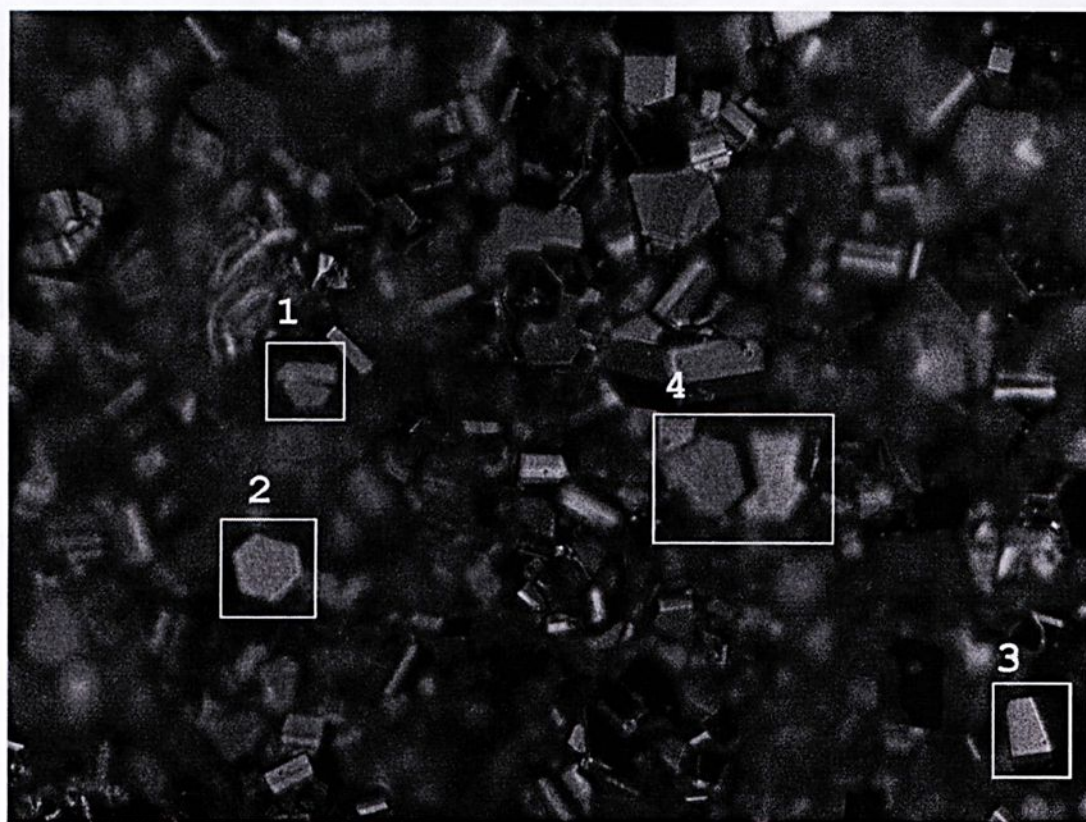


Figura 4.8 – Microscopia óptica com ampliação de 500 X de uma peça de SiC conformada com amido

Na Figura 4.9 tem-se o mapa de elevações obtido de uma pilha de 20 imagens, com uma variação passo a passo da distância focal. As regiões mais claras são mais elevadas e as mais escuras, as mais baixas.



Figura 4.9 – Mapa de elevações – SiC conformado com amido

A seguir, nas Figuras 4.10, 4.11, 4.12 e 4.13 observa-se as reconstruções superficiais das regiões demarcadas na Figura 4.8 respectivamente como regiões 1, 2, 3 e 4.

Figura 4.11 – Reconstrução da superfície da região 2 – SiC conformado com amido

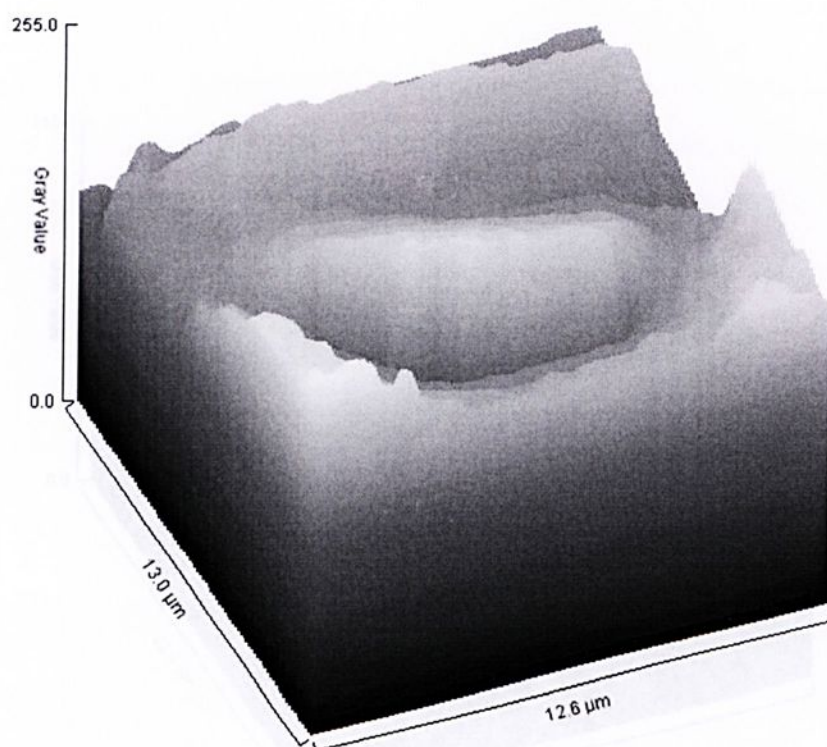


Figura 4.10 – Reconstrução superficial da região 1 – SiC conformado com amido

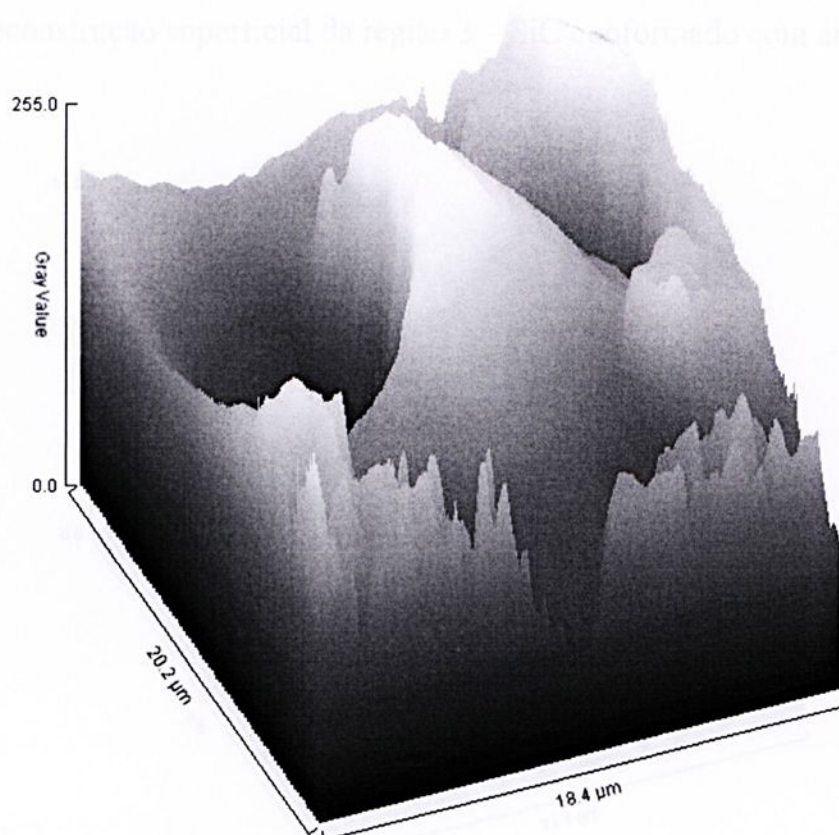


Figura 4.11 – Reconstrução superficial da região 2 – SiC conformado com amido

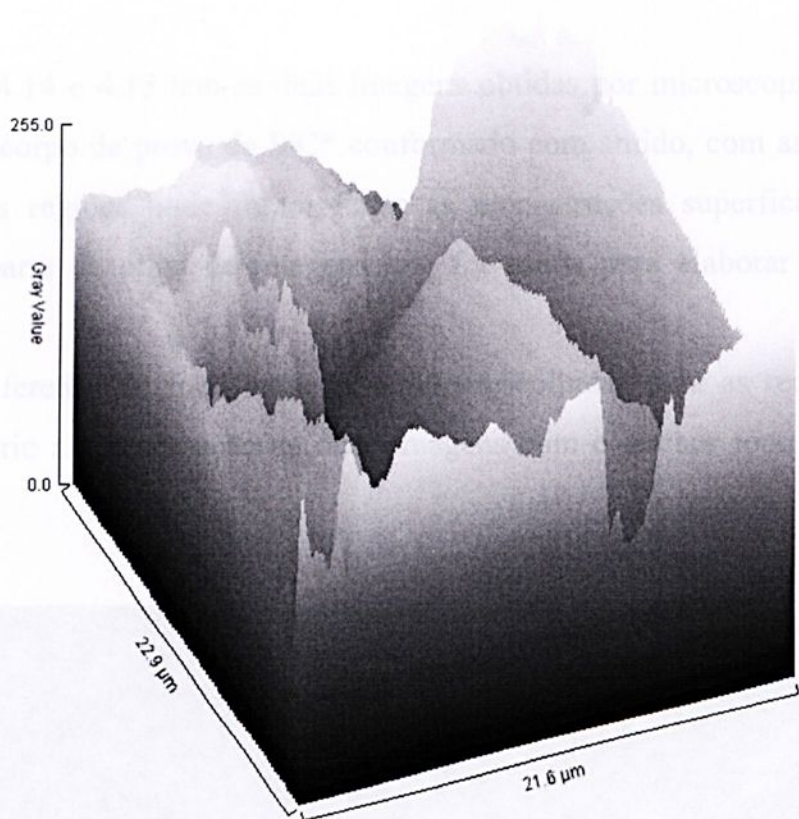


Figura 4.12 – Reconstrução superficial da região 3 – SiC conformado com amido

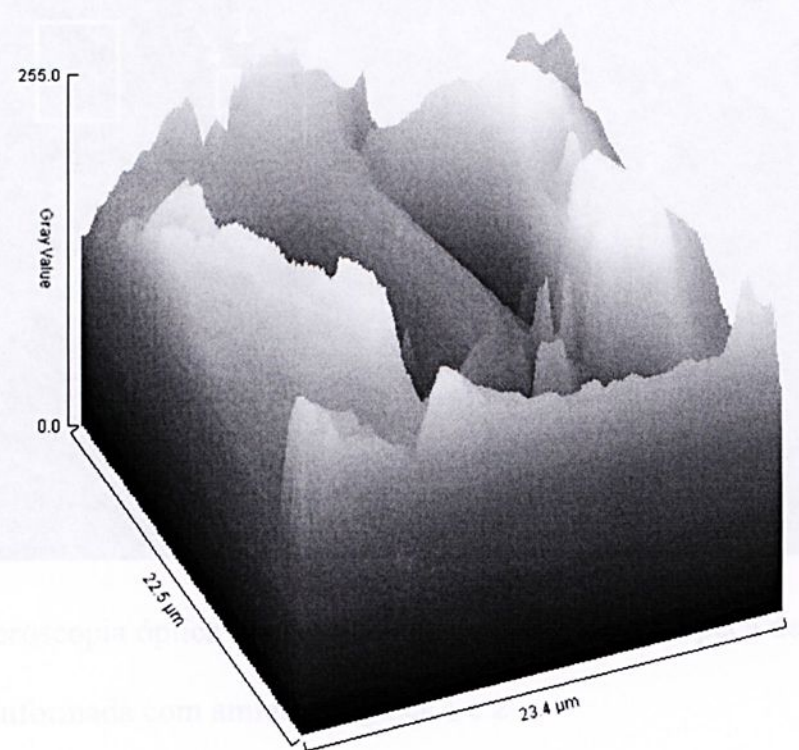


Figura 4.13 – Reconstrução superficial da região 4 – SiC conformado com amido

Na Figuras 4.14 e 4.15 tem-se duas imagens obtidas por microscopia óptica da superfície de um corpo de prova de SiC* conformado com amido, com ampliação de 500 vezes. E as regiões onde foram feitas as reconstruções superficiais. Essas imagens fazem parte da pilha de imagens que foi usada para elaborar o mapa de elevações.

Devido a diferença de foco entre as regiões escolhidas para as reconstruções, tornou-se necessário a apresentação de duas imagens com o melhor foco nas regiões desejadas.

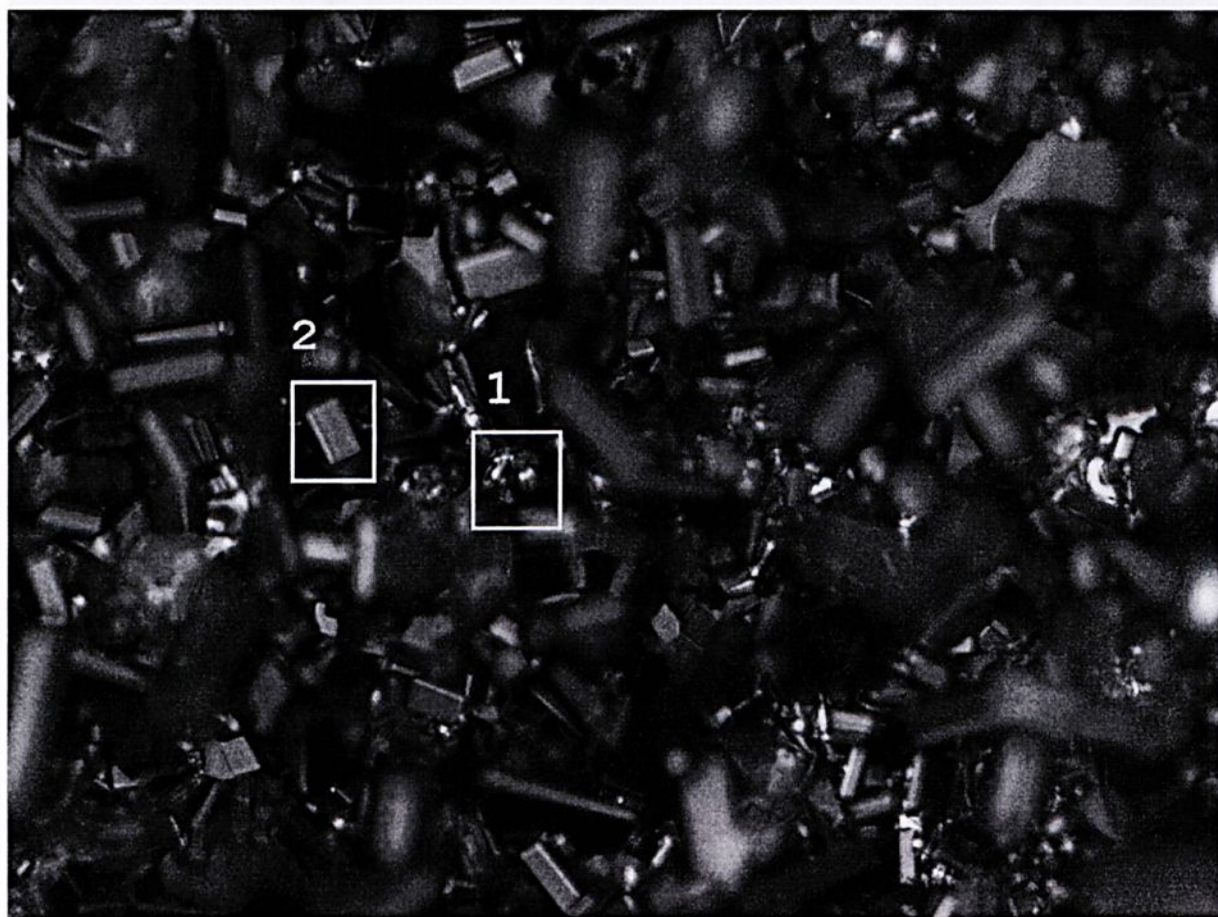


Figura 4.14 – Microscopia óptica com ampliação de 500 X de uma peça de SiC* conformada com amido – regiões 1 e 2

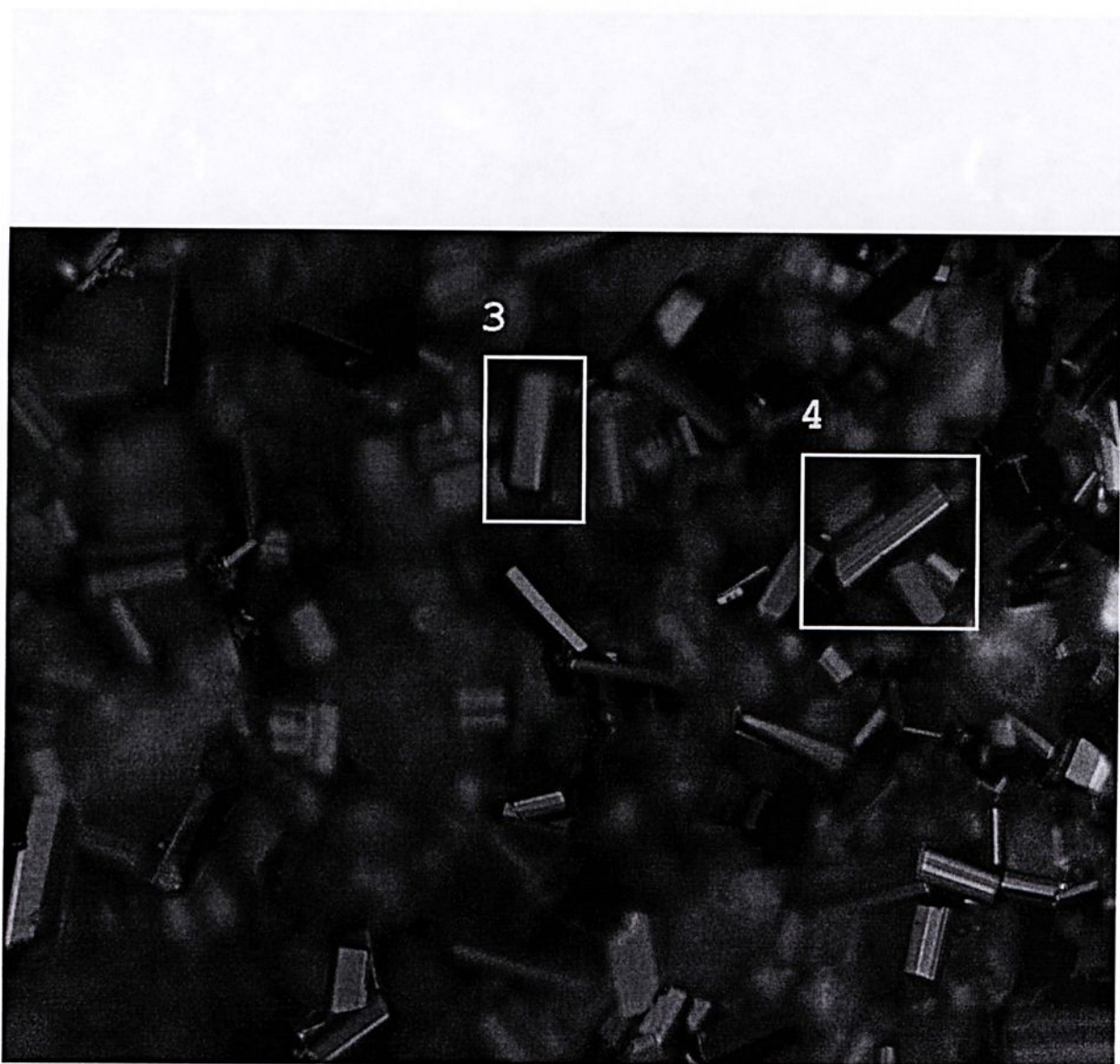


Figura 4.15 – Microscopia óptica com ampliação de 500 X de uma peça de SiC*
conformada com amido – regiões 3 e 4

Na Figura 4.16 observa-se o mapa de elevações obtido de uma pilha de 20 imagens, com uma variação passo a passo da distância focal. As regiões mais claras são mais elevadas e as mais escuras, as mais baixas.

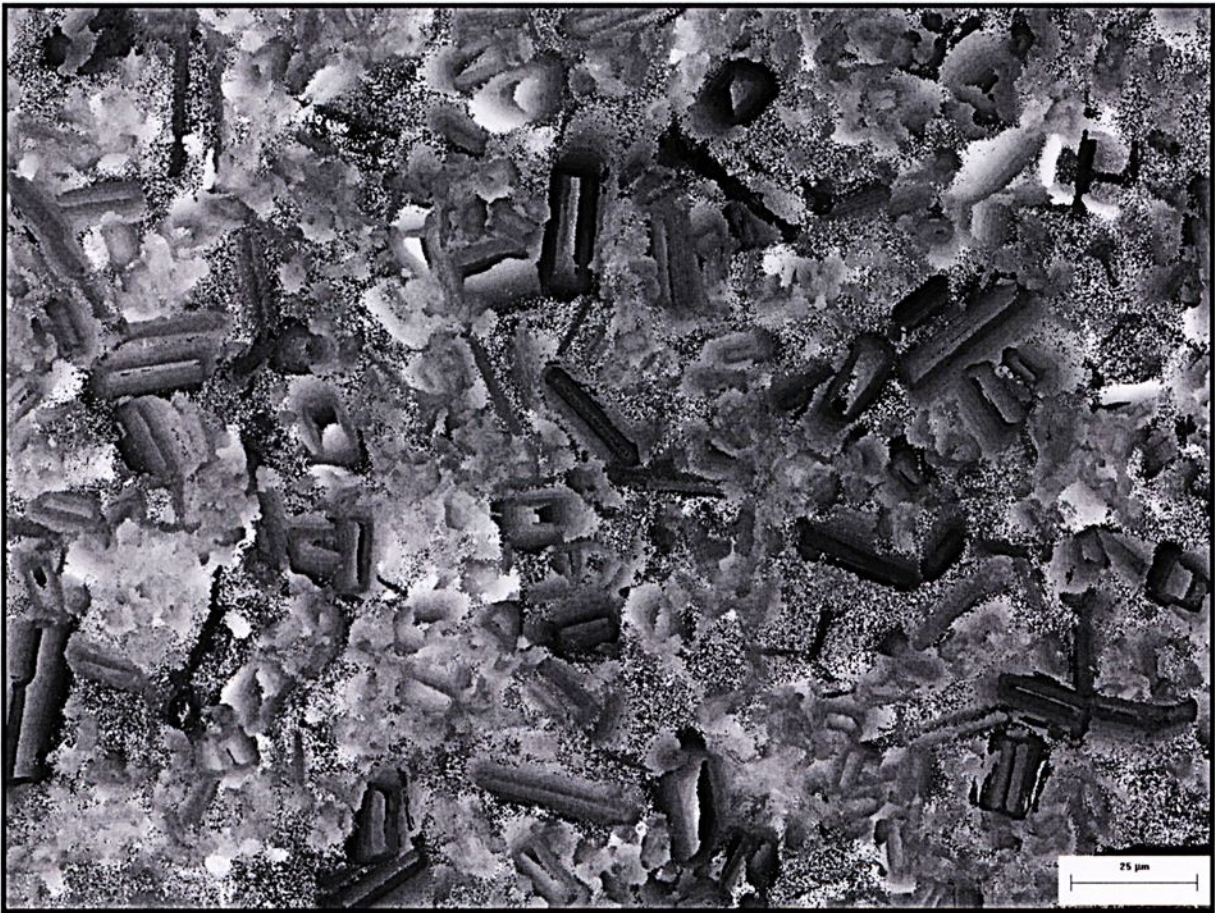


Figura 4.16 – Mapa de elevações – SiC* conformado com amido

A seguir, nas Figuras 4.17, 4.18, 4.19 e 4.20 temos as reconstruções superficiais das regiões demarcadas na Figura 4.7 respectivamente como regiões 1, 2, 3 e 4.

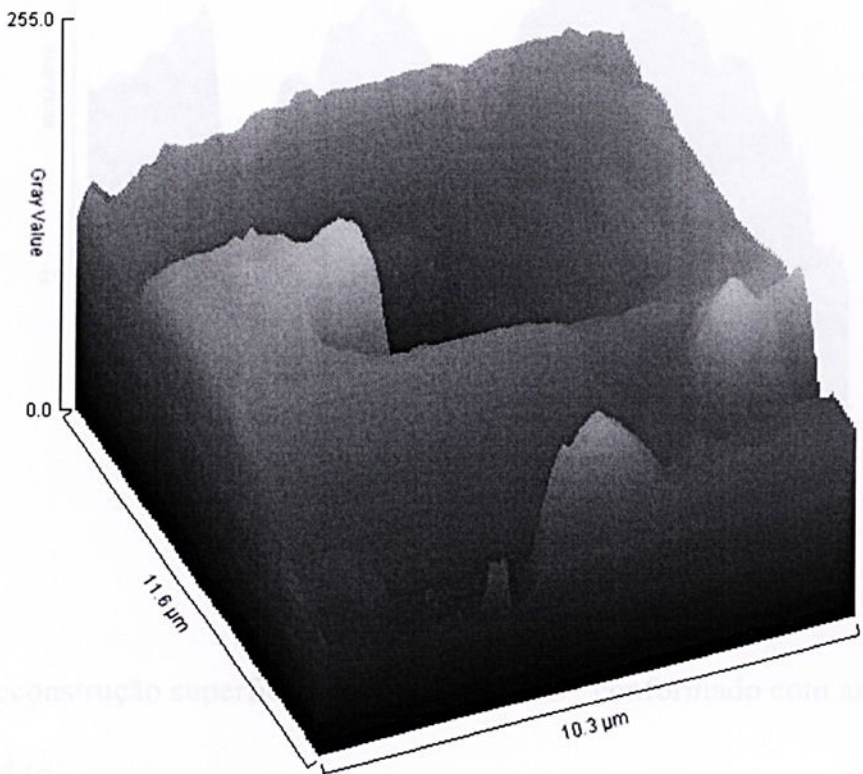


Figura 4.19 – Reconstrução superficial da região 3 – SiC* conformado com amido

Figura 4.17 – Reconstrução superficial da região 1 – SiC* conformado com amido

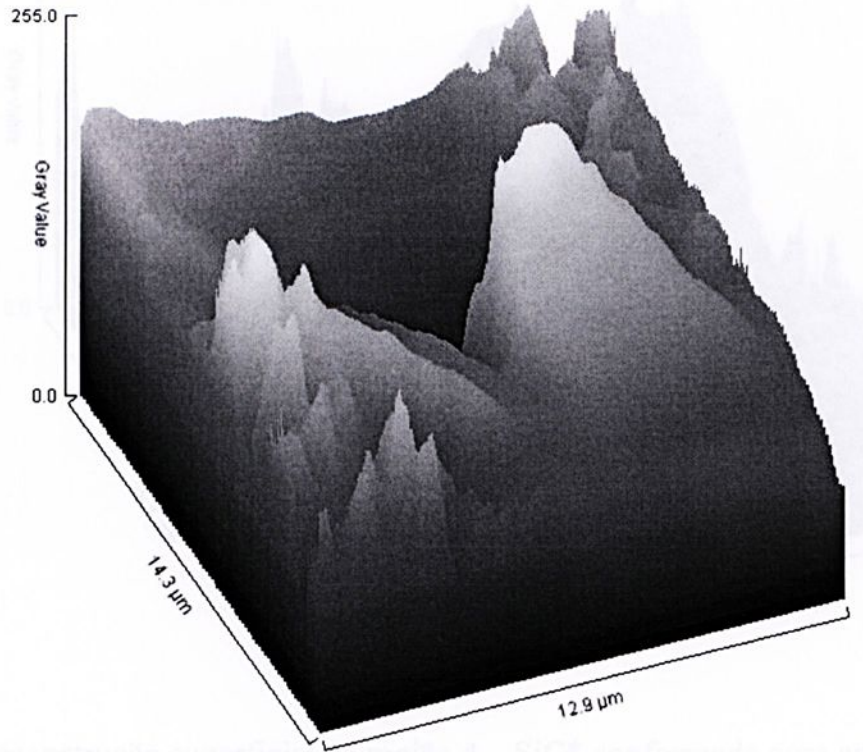


Figura 4.20 – Reconstrução superficial da região 4 – SiC* conformado com amido

Figura 4.18 – Reconstrução superficial da região 2 – SiC* conformado com amido

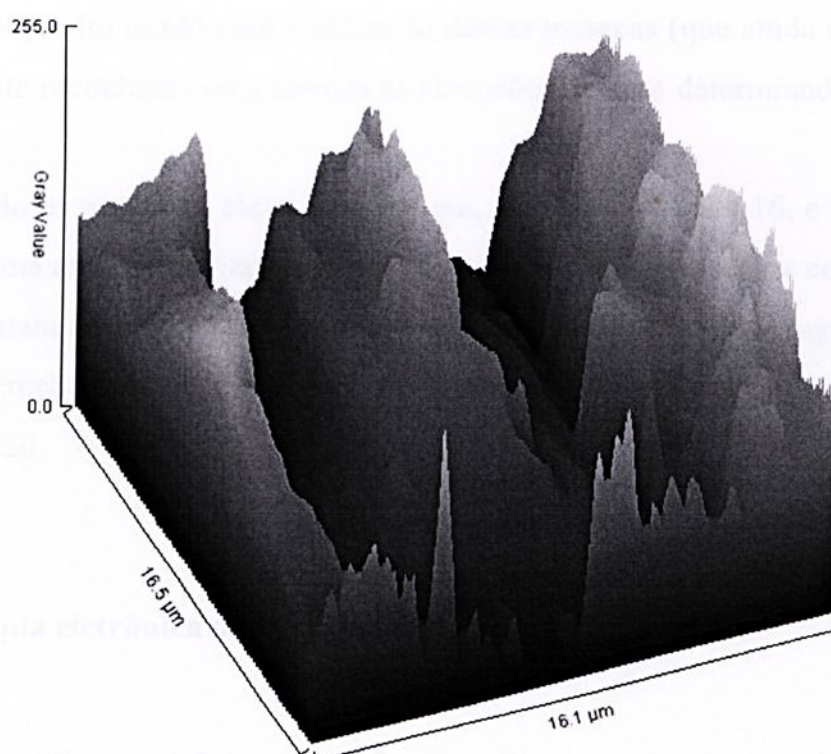


Figura 4.19 – Reconstrução superficial da região 3 – SiC* conformado com amido

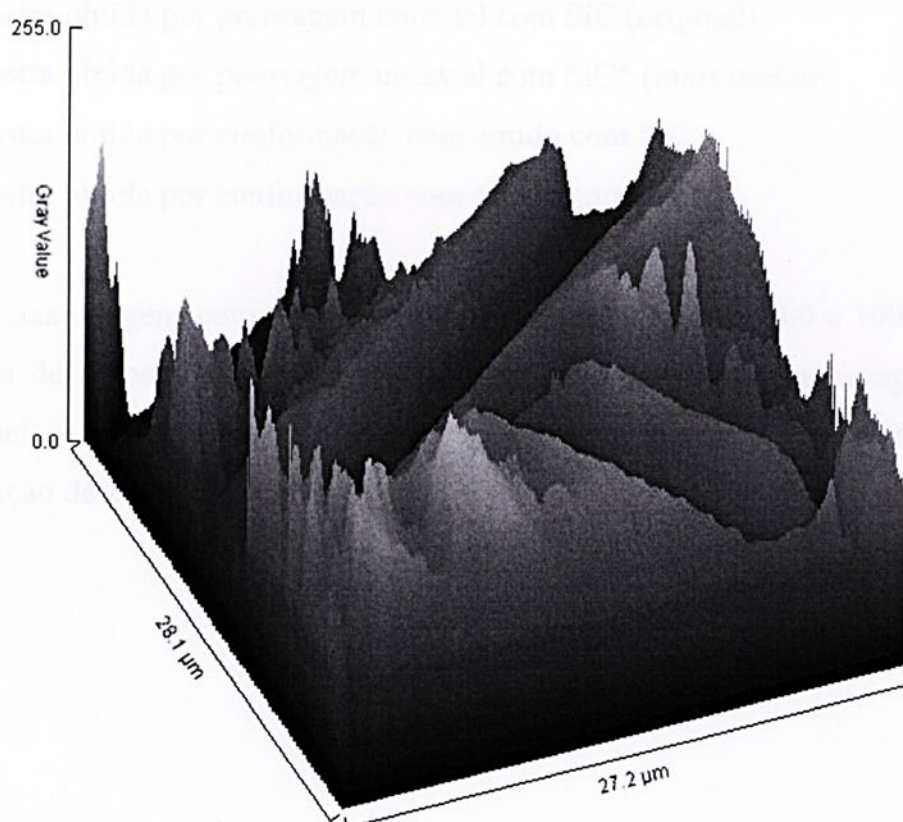


Figura 4.20 – Reconstrução superficial da região 4 – SiC* conformado com amido

O software que foi usado para a obtenção dessas imagens (que ainda está na fase de testes), permite reconhecer com clareza as elevações de uma determinada região da amostra.

Comparando os mapas de elevações, ou seja, as Figuras 4.9 e 4.16, e ressaltando que se trata de uma análise qualitativa, é possível supor que as cerâmicas conformadas com SiC apresentam as maiores elevações, ou seja estas devem ser mais rugosas.

Pode-se perceber também a forma de alguns cristais superficiais, como nas Figuras 4.19 e 4.20.

4.2.12 Microscopia eletrônica de varredura

Nas próximas Figuras estão apresentadas as análises de microscopia eletrônica de varredura para os quatro tipos de amostras:

- 1 – Amostra obtida por prensagem uniaxial com SiC (original).
- 2 – Amostra obtida por prensagem uniaxial com SiC* (mais moído).
- 3 – Amostra obtida por conformação com amido com SiC.
- 4 – Amostra obtida por conformação com amido com SiC*.

Foram feitas imagens com 4 ampliações diferentes (100, 200, 500 e 1000 vezes) para cada tipo de amostra dando um total de 16 imagens. Porém as imagens que forneceram melhor informação qualitativa sobre porosidade e homogeneidade foram as com ampliação de 200 e 500 vezes.

Figura 4.21 – Imagem de SEMV com ampliação de 500 X de SiC* prensado

Nas Figuras 4.21 e 4.22 tem-se as imagens feitas com o corpo de prova de SiC obtido por prensagem uniaxial, nas ampliações de 200 vezes e 500 vezes.

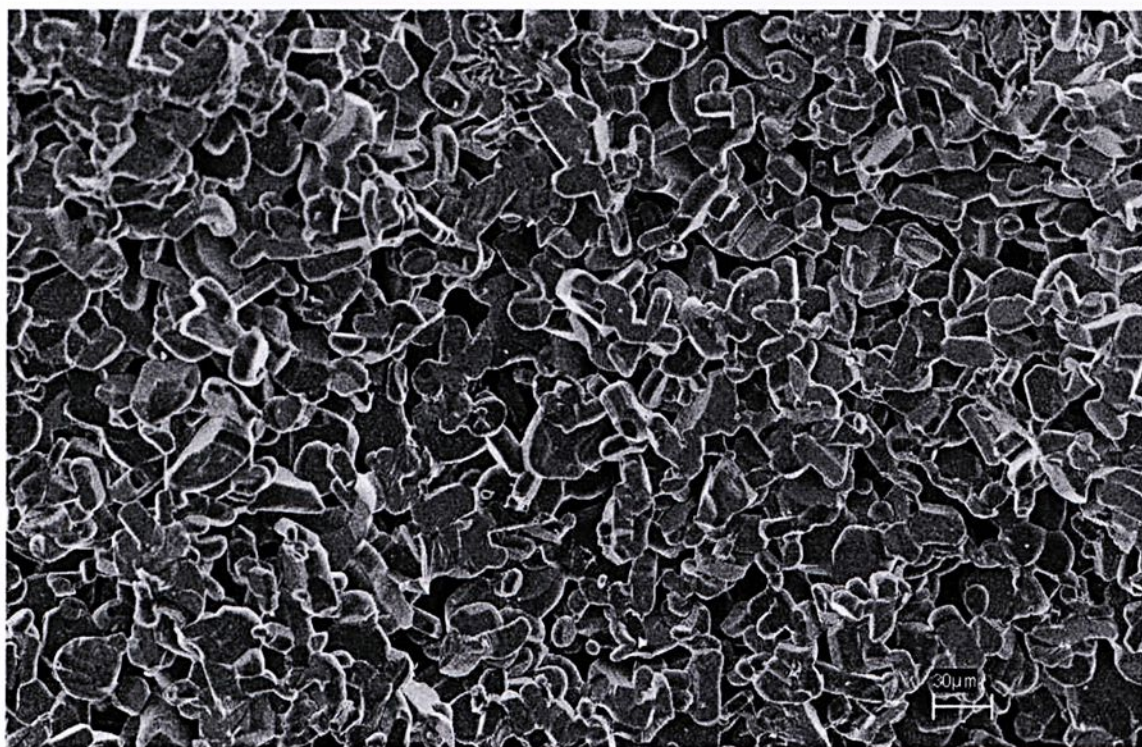


Figura 4.21 – Imagem de MEV com ampliação 200 X – SiC prensado.

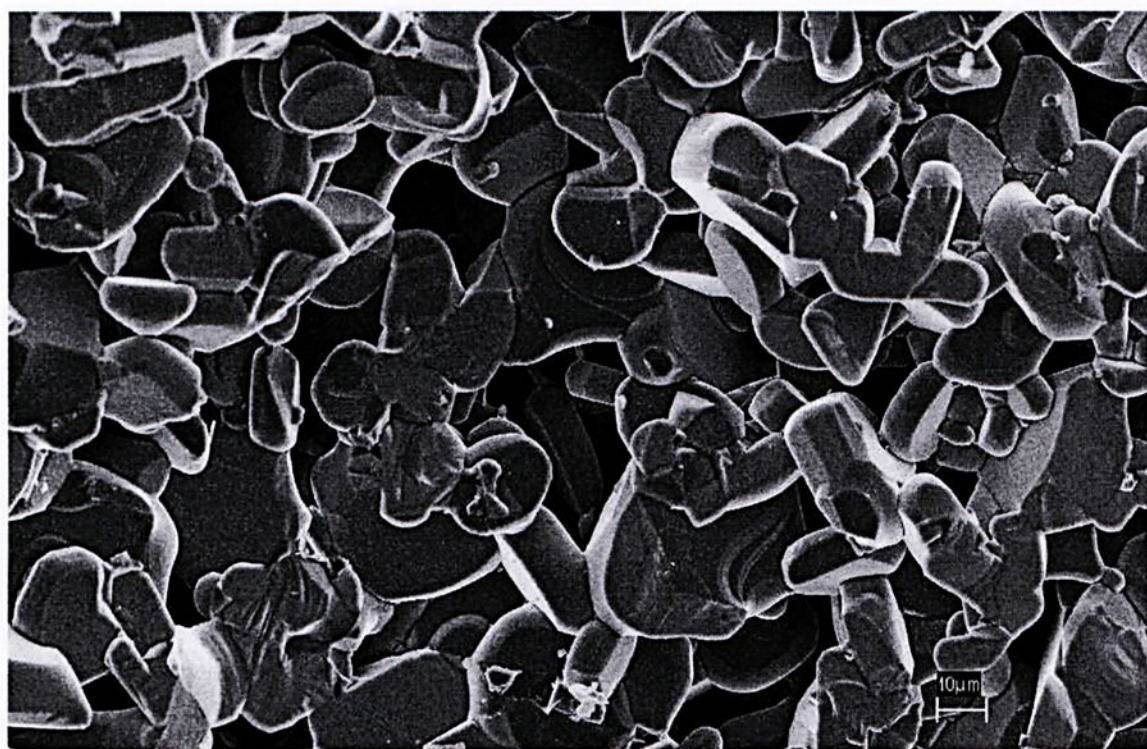


Figura 4.22 – Imagem de MEV com ampliação 500 X – SiC prensado.

Nas Figuras 4.23 e 4.24 tem-se as imagens feitas com o corpo de prova de SiC* obtido por prensagem uniaxial, nas ampliações de 200 vezes e 500 vezes.

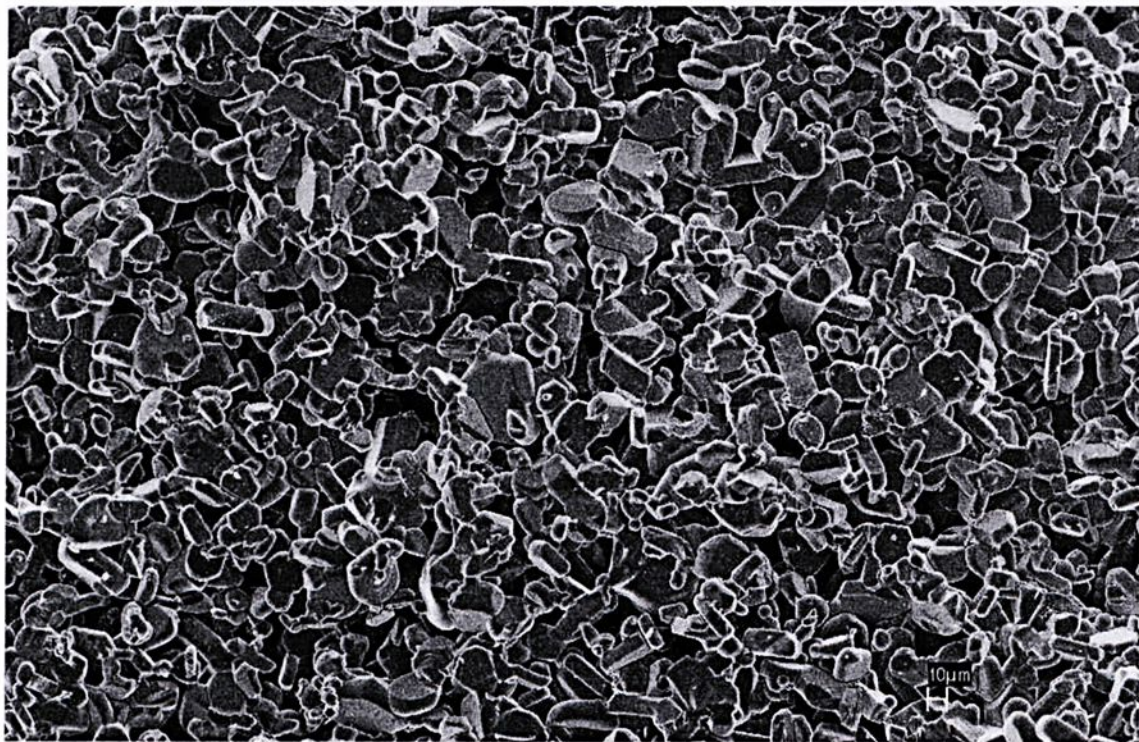


Figura 4.23 – Imagem de MEV com ampliação 200 X – SiC* prensado.

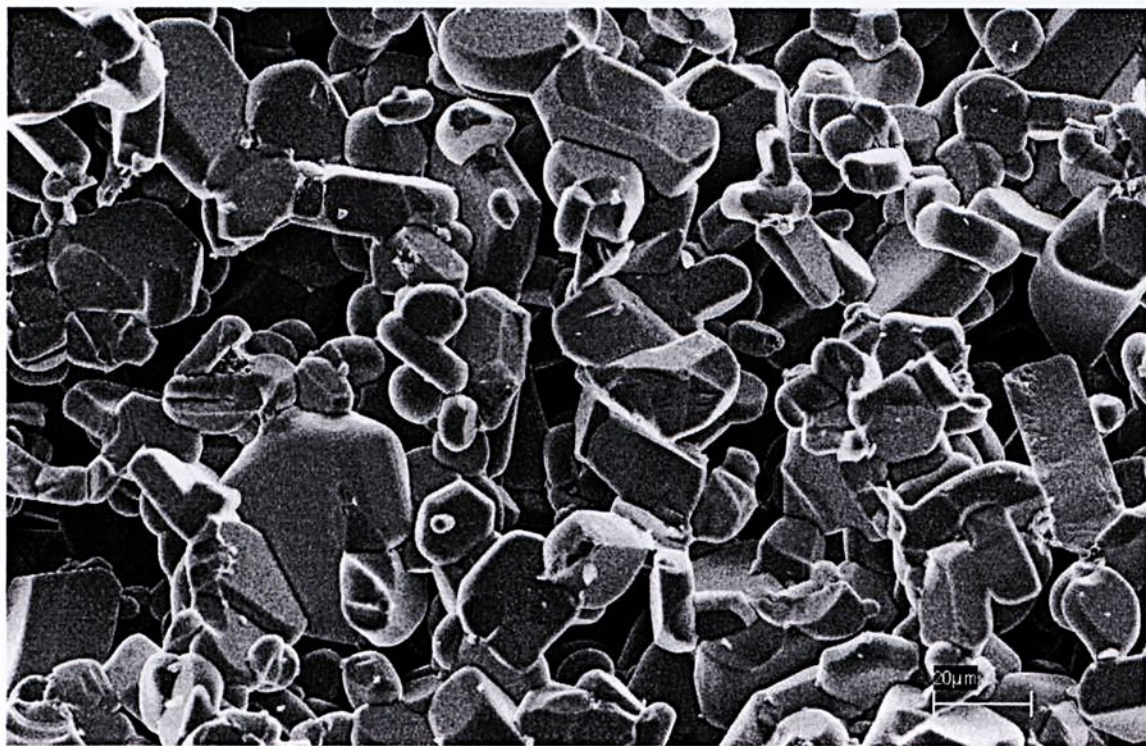


Figura 4.24 – Imagem de MEV com ampliação 500 X – SiC* prensado.

Nas Figuras 4.25 e 4.26 tem-se as imagens feitas com o corpo de prova de SiC obtido por conformação com amido nas ampliações de 200 vezes e 500 vezes.

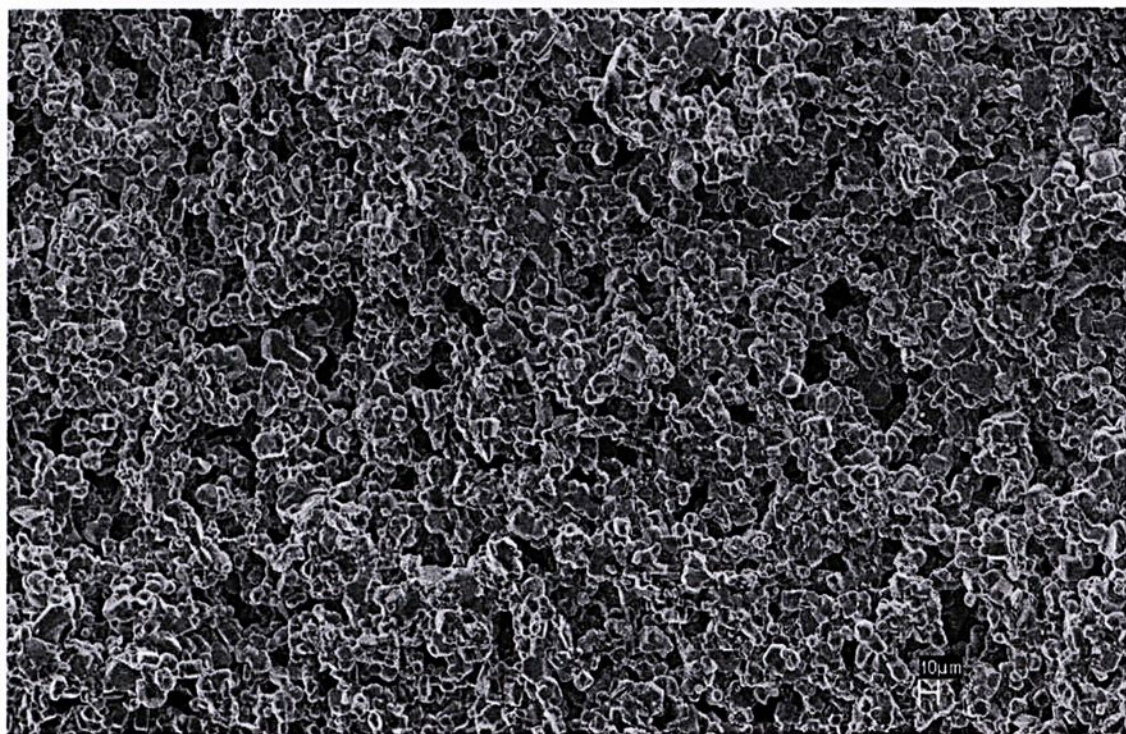


Figura 4.25 – Imagem de MEV com ampliação 200 X – SiC conformado com amido.

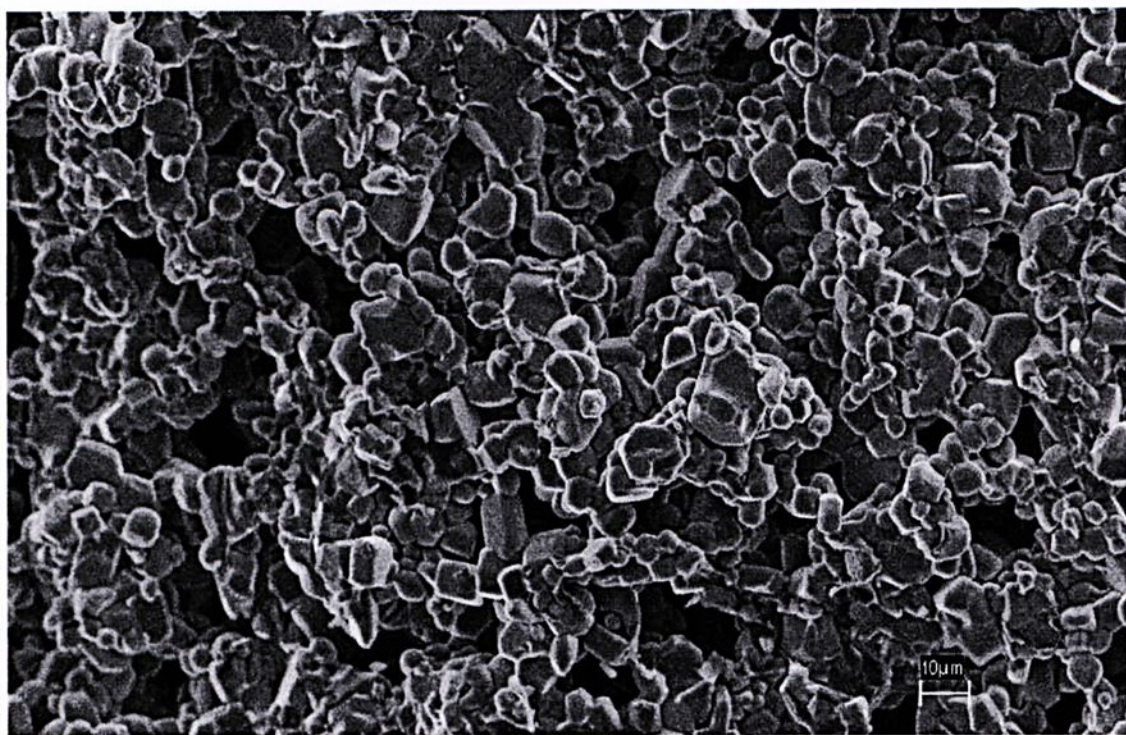


Figura 4.26 – Imagem de MEV com ampliação 500 X – SiC conformado com amido.

Nas Figuras 4.27 e 4.28 tem-se as imagens feitas com o corpo de prova de SiC* obtido por conformação com amido nas ampliações de 200 vezes e 500 vezes.

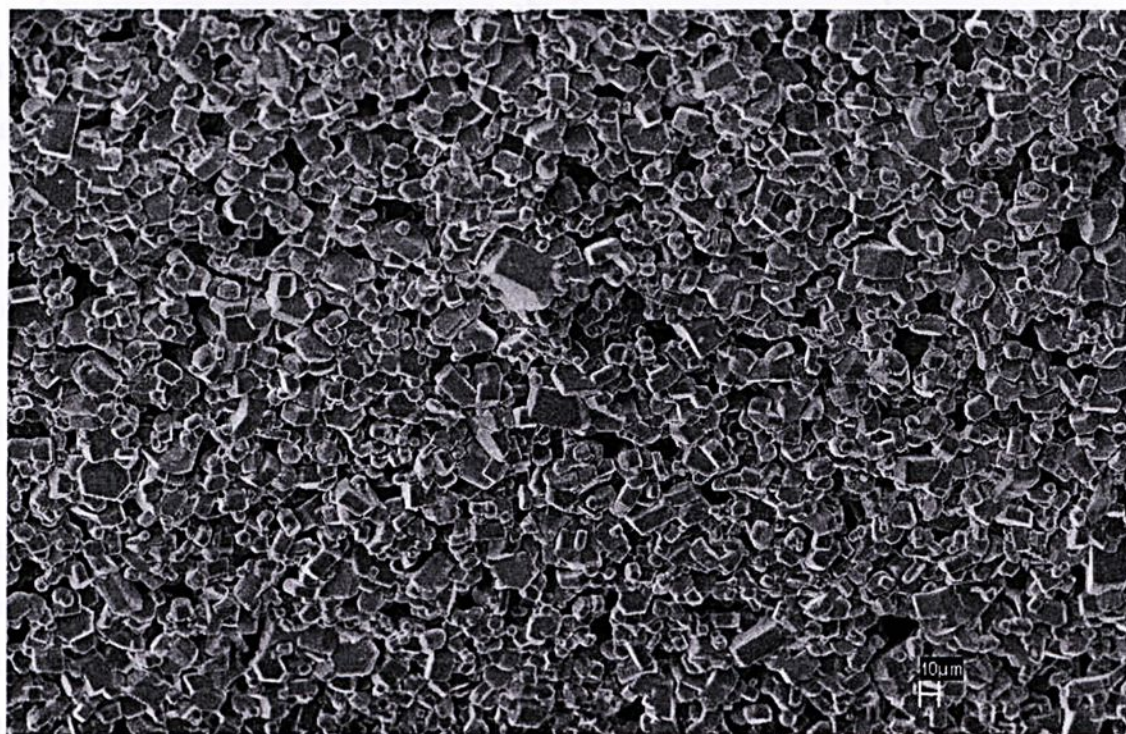


Figura 4.27 – Imagem de MEV com ampliação 200 X – SiC* conformado com amido.

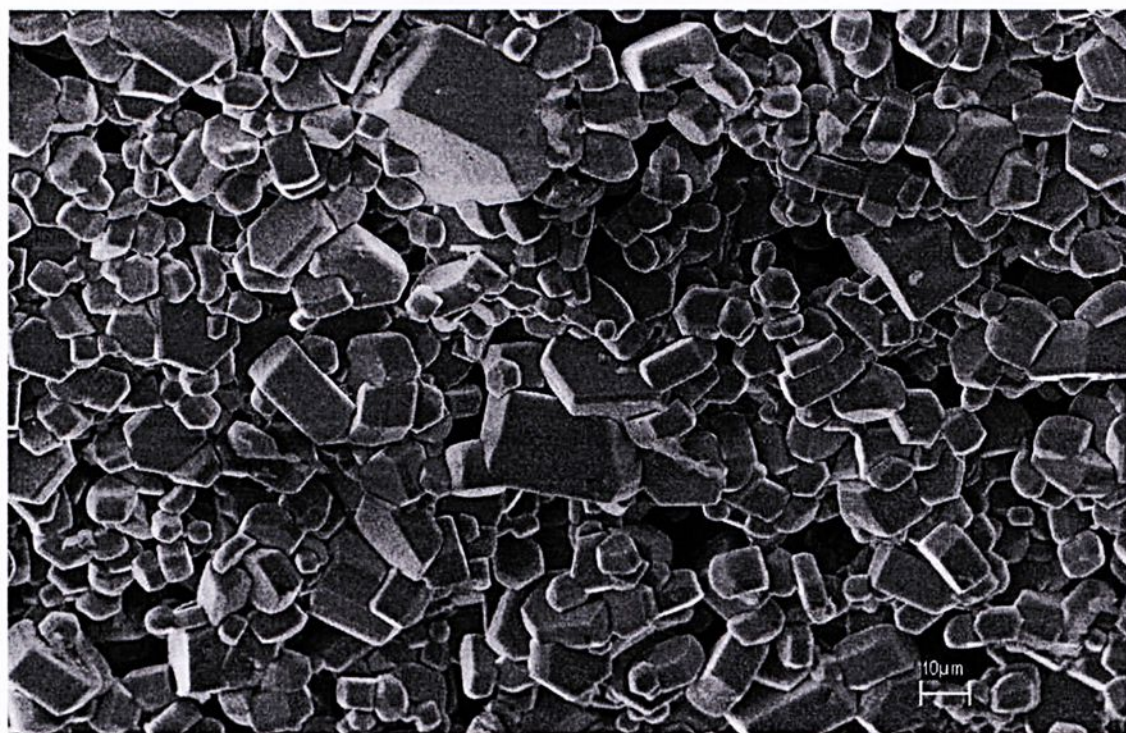


Figura 4.28 – Imagem de MEV com ampliação 500 X – SiC* conformado com amido.

A análise qualitativa das imagens obtidas por microscopia eletrônica ajudaram a esclarecer os resultados observados na Tabela 4.4.

Ou seja, no caso das cerâmicas obtidas por prensagem, sabe-se que o fator de empacotamento das partículas pode elevar-se acentuadamente quando se utiliza uma mistura de grãos com granulometria diferente (VAN VLACK, 1973).

Comparando as Figuras 4.21 e 4.23 pode-se ver que na amostra de SiC* existem vários tamanhos de cristais, e que na amostra de SiC são mais homogêneos já indicado pelo módulo de Weibull.

Este fato poderia justificar o melhor resultado de resistência mecânica das cerâmicas de SiC* obtidas por prensagem.

Por outro lado, no caso das cerâmicas obtidas por dispersão coloidal, uma faixa estreita de distribuição granulométrica, ou seja partículas mais homogêneas, garante uma maior estabilidade do colóide. O que explica os melhor resultados obtidos no ensaio de flexão para os corpos de prova feitos com o SiC original por conformação com amido em comparação com os de SiC*.

5 CONCLUSÕES

Tendo todas as **metas** propostas, **atingidas**, conclui-se que:

- A técnica de conformação por consolidação com amido mostrou-se uma técnica bastante versátil pois adaptou-se bem ao carbetto de silício produzindo peças de geometria complexa e com bom acabamento final.

- A conformação só se tornou viável quando da utilização da vibração na etapa de homogeneização e não se tem conhecimento do uso anterior dessa técnica.

- Ocorreu uma densificação relativamente baixa nas peças conformadas com amido, porém comparadas com as peças prensadas tem-se em torno de 85% da densidade das mesmas, ou seja, as peças prensadas também não estão bem densificadas. Isto se explica pelo fato de se ter efetuado a sinterização com fase sólida, isto é, somente o SiC, sem nenhum aditivo. Mesmo sabendo que cerâmicas de SiC processadas por prensagem uniaxial utilizando aditivos para se obter a sinterização com fase líquida normalmente obtêm maior densificação, neste trabalho optou-se por não utilizar aditivos para um melhor conhecimento do comportamento do carbetto de silício na conformação por consolidação com amido.

- Como era esperado, as peças conformadas por prensagem uniaxial, utilizando o pó mais moído (SiC*) obtiveram a melhor resistência mecânica, e menor porosidade. Contudo, um resultado extremamente promissor foi a verificação do bom desempenho das cerâmicas conformadas com amido, ficando próximas até mesmo superiores em muitos parâmetros às cerâmicas conformadas por prensagem uniaxial utilizando o pó cerâmico original (SiC).

- A técnica de reconstrução confocal demonstrou ser uma excelente ferramenta não intrusiva e de baixo custo para o conhecimento da superfície do material.

- Até o presente o momento, os resultados demonstram que o carbetto de silício, conformado por consolidação com amido, apresenta condições favoráveis para uma aplicação aeroespacial, principalmente tendo em vista a compatibilidade com a hidrazina. Certamente ainda serão necessários mais estudos com relação a diminuição

da porosidade, melhoria da resistência mecânica e ao choque térmico, bem como no controle dimensional da peça final.

- Um primeiro passo neste sentido poderá ser a exposição de corpos de prova de SiC às plumas de propulsores de satélites. O passo seguinte pode ser a fabricação de “inserts” de SiC em tubeiras de propulsores a mono e a bipropelentes. Seguindo na mesma linha, a fabricação de câmaras de combustão de propulsores a monopropelentes e sua caracterização no BTSA e finalmente a investigação do emprego do mesmo com porosidade controlada como suporte de catalisador.



6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como continuação deste trabalho pode-se sugerir:

- Procurar melhorar as características das peças de SiC conformadas com amido com o uso de aditivos visando a sinterização com fase líquida.
- Uma vez conseguido peças com menor porosidade, construir um propulsor e verificar seu desempenho e sua durabilidade.
- Conformar peças com alta porosidade e estudar seu uso em filtros, ou bicos de queimadores de chamas pré-misturadas.
- Uma vez atingido alta porosidade e razoáveis áreas específicas, estudar o uso de peças de SiC impregnadas com outros elementos a fim de avaliá-las em reações catalíticas.



REFERÊNCIAS

ALVES, H. M. et al. Processing of porous cordierite bodies by starch consolidation. **Research Bulletin**. v. 33, issue: 10, p. 1439-1448, 1998.

BARSOUM, M. W. **Fundamentals of cerâmics**. New York: The Mc Graw-Hill Companies, Inc. 1997, p. 2.

BOBBIO, F. O.; BOBBIO, P. A. **Introdução à química de alimentos**. 5. ed. São Paulo: Livraria Varela, 1989. p. 11, 51-55.

CAIRO, C. A. A. **Otimização de parâmetros de prensagem isostática para minimização de defeitos de compactação de corpos cerâmicos**. 1990. 135f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos

CALLISTER JÚNIOR, W. D. Structures and properties of cerâmics. IN: _____. **Materials science and engineering an introduction**. 5 ed. New York: John Wiley & Sons, Inc, 1999. p. 408-410.

CAMPOS, E. **Obtenção e análise de cerâmicas conformadas com amidos comerciais**. 2001. 170f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá.

CAMPOS, E. et al. Análise comparativa de cerâmicas produzidas por conformação com amidos comerciais, prensagem e colagem. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 45, 2001, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis: ABCERAM, 2001, 1 CD.

CAMPOS, E. et al. Obtenção e análise de cerâmicas porosas com amidos comerciais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 45, 2001, Florianópolis. **Anais....** Florianópolis: ABCERAM, 2001, 1 CD.

CAMPOS, E. et al. Conformação de cerâmicas porosas com amidos comerciais em moldes de baixa molhabilidade. In: ENCONTRO NACIONAL DE FÍSICA DA MATÉRIA CONDENSADA, 24, 2001, São Lourenço. **Anais...** São Lourenço: SBF, 2001. p. 293-294.

CHIANG, Y. M., BIRNIE III, D. P., KINGERY, W. D. **Physical ceramics:** Principles for ceramic science and engineering. New York: John Wiley & Sons, 1997. 543p.

CRUZ, T. G.; Costa D. J.; CAMPOS, E.; Hein, L. R. O. Análise morfológica por processamento de imagens digitalizadas obtidos no microscópio óptico de partículas de amido utilizadas na fabricação de cerâmicas porosas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 15, 2002, Natal. **Resumos...** Natal: UFRN, 2002. 1 CD.

EISBERG, R.; RESNICK, R., **Física Quântica.** Rio de Janeiro: Editora Campus, 1988. p. 89-94.

GOLDSTEIN, J.I. et al; **Scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis.** 2 ed. New York: Plenum Press, 1992. p. 69-79.

GUIMARÃES, V. A. **Controle: dimensional e geométrico** – Uma introdução à metrologia industrial. Passo Fundo: Universidade de Passo Fundo, 1999. p. 85-93.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to ceramics.** 2 ed. New York: John Wiley & Sons, 1976. 1032p.



LEMOS, A. F.; FERREIRA, J. M. F. Porous bioactive calcium carbonate implants processed by starch consolidation. **Materials Science and Engineering C**, New York, v. 11, n. 1, p. 35-40, 2000.

LYCKFELDT, O. **Alternative forming**. Disponível em: <<http://www.keram.se>>. Acesso em 22 jun. 2002.

LYCKFELDT, O., FERREIRA, J. M. F. Processing of porous ceramics by "Starch Consolidation". **Journal of the European Ceramic Society**, London, v. 18, p. 131-140, 1998.

MANHANI, L. G. B.; PARDINI, L. C. Propriedades térmicas de grafites comparadas ao tungstênio e SiC para utilização em altas temperaturas: In: ENCONTRO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E PÓS-GRADUAÇÃO DO ITA, 7, 2001, São José dos Campos. **Anais...** São José dos Campos: Instituto Tecnológico da Aeronáutica, 2001.

MARINS, E. M. et al. Case Study of Satellite Engine Material Behavior Under Simulated Altitude Working Conditions. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE APLICAÇÕES DE VÁCUO NA INDÚSTRIA E NA CIÊNCIA, 22, 2001, Guaratinguetá, **Resumos Estendidos...** Guaratinguetá: UNESP – Campus de Guaratinguetá, 2001. P104.

MENEZES, E. W. et al. Starch availability in brassilian food "in vivo" and "in vitro" Assays. **Nutrition Research**, New York, v.8, p1425-1436, 1996.

NORTON, F. H. **Cerámica fina: tecnologia y aplicaciones**. Barcelona: Ediciones Omega S. A., 1975. p. 1-18.

NORTON, F. H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1973. p. 1-21, 85-101.



OLIVEIRA, E. E. M. O. **Estudo de sinterização e análise microestrutural de alumina-carbeto de boro ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{B}_4\text{C}$)**. 1995. Cap 4, f.21-31. Dissertação (Mestrado na Área de Concentração em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo.

ORTEGA, F. S. Aspectos de reologia e da estabilidade de suspensões cerâmicas. Parte I: Fundamentos. **Cerâmica**, São Paulo, v.43, n.279, p. 5-10, 1997.

ORTEGA, F. S. Aspectos de reologia e da estabilidade de suspensões cerâmicas. Parte II: Mecanismos de estabilidade eletrostática e estérica. **Cerâmica**, São Paulo, v.43, n.280, p.77-83, 1997.

PALLONE, E. M. J. A. **Sinterização de compósitos de matriz cerâmica de alumina e alumina-zircônia com inclusões metálicas de níquel e nióbio**. 1995. Cap. 1, f. 3-24. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.

PANDOLFELLI, V. C. et. al. **Dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicação em processamento cerâmico**. São Paulo. Fazendo Arte Editorial, 2000. 195p.

PIORINO, F. N. Avaliação mecânica da materiais cerâmicos em temperaturas elevadas – potencial para uso do ensaio de anel (ring test). In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 42, 1998, Poços de Caldas. **Anais...** Poços de Caldas: ABCERAM, 1998. v. 2, p. 784-785.

PIORINO, F. N. **Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão**. 1990. 123f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.



RUSS, J. C. Surface image measurements. In: ____ **Computer – Assisted Microscopy**. New York: Plenum, 1992. p.343-346.

SANDERS, J. H.; CHEN, P. S. Degradation of a Main Combustion Chamber Liner on a Space Shuttle Main Engine. **Handbook of Case Histories in Failure Analysis**. 1992. P. 56-60.

SCHNEIDER JÚNIOR, S. J. et al. **Ceramics and glasses. Engineered Materials Handbook. United States of America**: ASM International, 1991. v. 4, p. 260-269, 1007-1009.

SHACKELFORD, J. F. **Introduction to materials science for engineers**. 3 ed. New Jersey: Prentice Hall, 1992. p. 389-394.

SILVA, A. G. P., JÚNIOR, C. A. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. **Cerâmica**, São Paulo, v.44, n.289. p. 171-176, 1998.

SILVA, A. G. P., JÚNIOR, C. A.A. Sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização. **Cerâmica**, São Paulo, v.44, n.290. p. 225-232, 1998.

SKOOG, D. A., LEARY, J. J. **Principles of instrumental analysis**. 4 ed. Florida: Saunders College Publishing, 1992, p.568-575.

SUTTON, G. P. Classification. In: ____ **Rocket Propulsion Elements** 6 ed. New York: John Wiley & Sons, 1986. p.1-20.

TARÌ, G. **Advances in colloidal processing of alumina**. 1999. 248f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Universidade de Aveiro, Aveiro.

TARÌ, G. et. al. Influence of particle size distribution on colloidal processing of alumina. **Journal of the European Ceramic Society**, Paris, v.18. p.249-253, 1998.

TAYLOR, J. W. R. **Foguetes e Mísseis**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1974, p 4.

VAN VLACK, L. H. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1973. 318p.

VIEIRA, R., Técnicas experimentais. In:____. **Produtos de Carburação de Óxido de Tungstênio com porosidade controlada aplicados em sistemas propulsivos**. 1999. f.25-32. Dissertação (Mestrado em Ciências dos materiais) – Faculdade de Engenharia Química, Lorena.

YAN, M. F. Solid-state sintering. **Ceramic Powder Science**, New York, v.21. p.635-669, 1987.

ZAVAGLIA, C. A. **Introdução à tecnologia de materiais cerâmicos**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas. 1991. p. 54-76

BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS. Standard test methods for apparent porosity, water absorption, apparent specific gravity, and bulk density of burned refractory brick and shapes by boiling water., v. 15.01, C20-87, 1987.

ANUÁRIO BRASILEIRO DE CERÂMICA. São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2002. Anual.p 26-27

MICROMERITICS, Multivolume 1305 - Serial 555. **Manual Picnômetro**, 1987. p. A.1 – A.3

MITUTOYO, Suftest 301: **Rugosidade superficial: uma abordagem prática. Manual Rugosímetro.** 1994. p. 6-31.

QUANTACHROME. Autosan 33. **Manual Porosímetro.** 1988, p. V.1 – VI.5

Texto “carburundum” disponível em <<http://www.carborundum.com>>. Acesso em 22 jun. 2002.



APÊNDICE A – Notas sobre propulsores

Este apêndice teve como principal referência o livro “Rocket Propulsion Elements” de George P. Sutton (1986).

1) Propulsão a foguete

Embora os chineses tenham usado foguetes desde o século X, o desenvolvimento completo da propulsão a foguete só se fez no século XX (Taylor, 1974).

A fonte de energia mais usada na propulsão de foguetes é a combustão química, em raras ocasiões, a energia pode também ser fornecida por reação nuclear.

A energia responsável pelo movimento dos foguetes é a energia cinética obtida pela ejeção de matéria, que pode estar na fase sólida, líquida ou gasosa. Em temperaturas muito altas, também pode ser plasma.

Os propulsores de foguete podem ser classificados de acordo com o tipo da fonte de energia (química, nuclear ou solar), da função básica (estágio-“booster”, manutenção ou controle de órbita, etc.), do tipo do veículo (aeronave, míssil, auxílio à decolagem, veículos espaciais, etc.), tamanho ou tipo do propelente, tipo de construção ou número de foguetes usados em determinado veículo.

a) Motores químicos:

A energia é obtida através da reação de combustão de propelentes gerando gases (produtos de reação) em temperatura muito alta (2500 a 4100 °C). Estes gases em seguida são expandidos em um bocal (tubeira) e acelerados a altas velocidades (1800 a 4300 m/s). De acordo com o estado físico dos propelentes, temos os seguintes tipos de motores químicos para foguetes:

Sólidos

São aqueles onde o propelente a ser queimado, que é chamado de grão, já está na câmara de combustão e contém todos os elementos químicos para uma queima completa. Uma vez ignitado, o grão, não pode ser desligado e deve queimar uniformemente em uma taxa pré determinada dependendo da superfície exposta da



carga. Como não possuem sistemas de alimentação ou válvulas, são de construção mais simples que os motores de combustível líquido.

Gasosos

São os que usam gases pressurizados como propelentes, que requerem tanques relativamente pesados, hoje obsoletos, mas já foram usados como motores de controle de veículos espaciais.

Líquidos

São motores onde os propelentes, líquidos, são pressurizados do tanque à câmara de combustão.

Na câmara de combustão, os propelentes reagem para formar gases aquecidos, que são acelerados e ejetados em alta velocidade através de um bocal supersônico (tubeira), alterando, deste modo o momento do sistema.

Esses motores permitem operação repetitiva e podem ser ligados e desligados conforme necessário e se forem providos de refrigeração adequada, é possível operá-los por mais de uma hora, dependendo do suprimento de propelentes.

Estes sistemas são contudo, relativamente complexos, necessitando de várias válvulas de precisão e mecanismos de alimentação específicos onde inclui-se bombas de propelentes, turbinas ou um dispositivo de pressurização dos propelentes, injetores e uma câmara de combustão projetada com rígidos critérios.

b) Outros sistemas de propulsão

Nuclear: Diferentes tipos de fontes de energia nuclear têm sido pesquisadas mas ainda não estão totalmente desenvolvidos, com o objetivo de transmitir calor até o fluido de trabalho, usualmente hidrogênio líquido, que será acelerado a altas velocidades de ejeção. São basicamente extensões dos motores de propelente líquido, exceto que o aquecimento do gás não é obtido por reações químicas, mas por energia obtida das reações nucleares.



Elétricos: Em toda propulsão elétrica, a fonte de energia elétrica (nuclear, coletores solares ou baterias) é separada do mecanismo que produz o empuxo e é normalmente pesada e ineficiente. O empuxo, geralmente é baixo, produzindo tipicamente de 0,005 a 1 N, mas é um incremento significativo na velocidade do veículo e é usado quando se necessita de pequenas acelerações por um longo tempo (semanas ou meses).

2) Aplicações dos foguetes

Devido às suas características próprias e o seu campo de aplicação, os motores de foguete não competem com outros sistemas. Do primeiro lançamento, em 1957, até os “Space Shuttles” de hoje, milhares de lançamentos foram realizados

a) Veículos espaciais Dependendo de suas missões, os veículos espaciais podem ser divididos em categorias: satélites, lunares e interplanetários, ou ainda como tripulados ou não tripulados.

Os foguetes são usados na propulsão primária (decolagem e escape da atmosfera) e secundária (espacial) e em algumas funções da propulsão secundária: controle de atitude, controle de rolamento, separação de estágios e mudança de órbita.

Tal veículo geralmente possui vários tipos de diferentes motores-foguete, alguns muito pequenos. Para o controle de atitude nos três eixos perpendiculares, cada um em duas direções, o sistema necessita da aplicação de torque em seis graus de liberdade, requerendo, no mínimo 12 propulsores.

Muitas vezes, os pequenos propulsores de controle de atitude devem gerar pulsos de curtos “tiros” de empuxo necessitando de milhares de partidas e paradas.

programa do ônibus espacial americano, é a primeira nave espacial reutilizável que decola como foguete e aterriza como avião.

b) mísseis e outras aplicações

A maioria dos mísseis, foguetes usados nos assentos ejetáveis de aviões de combate e os foguetes de sinalização utilizam combustível sólido.



3) Controle de atitude

Os satélites artificiais estão sujeitos à vários fatores que interferem na sua órbita: arrasto aerodinâmico, radiação solar, variações na gravidade, campo magnético terrestre, acelerações internas (torques). Por esse motivo é necessário a existência de um sistema de controle e/ou manutenção da órbita, que é específico para o tipo de missão do veículo ou satélite. Incluindo aquisição inicial da órbita, acoplamento, reposicionamento ou manobras. Para cada fase são projetados propulsores com características bem diferentes, dependendo do empuxo exigido, tempo de funcionamento e número de vezes que será usado.

Os sistemas de controle de atitude são necessários para os veículos espaciais serem girados ou orientados a uma direção específica para apontamento de um instrumento, telescópio, células solares, antenas, etc., manobras que exigem muita precisão na orientação e para isso são usados propulsores pequenos em tiros curtos.

A atitude do veículo ou satélite, deve ser controlada nos três eixos perpendiculares (x, y e z) com dois graus de liberdade (horário e anti-horário) dando um total de seis graus de liberdade.

Na Figura A1 pode-se ver um simples sistema esférico de controle de atitude, os motores x ou x' geram rotação sobre o eixo X, portanto, para os três eixos são necessários, pelo menos, 12 motores, mas em espaçonaves mais complexas, são necessários mais motores. O mesmo sistema pode também produzir translação, por exemplo se um motor x e um x' pode mover o conjunto no eixo Y.

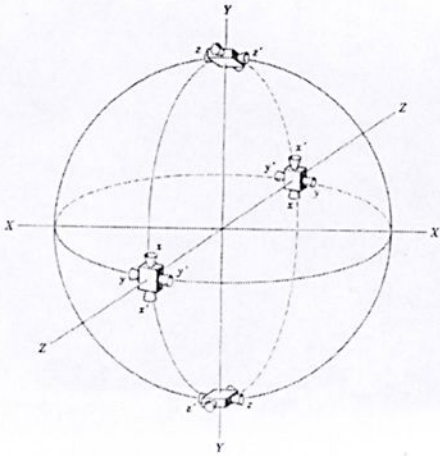


Figura A1 – sistema de controle de atitude com 12 propulsores (Sutton 1986)

APÊNDICE B – Banco de Testes com Simulação de Altitude

O Banco de Testes com Simulação de Altitude (BTSA) é uma das instalações do Laboratório Associado de Combustão e Propulsão que está localizado no Centro Espacial de Cachoeira Paulista do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.

Esse banco de testes possui a capacidade de qualificar propulsores monopelentes de até 150 newtons de empuxo e bipropelentes até 200 newtons, em regimes de operação pulsada ou contínua. Com três linhas de propelentes: **hidrazina anidra**, ou o par hipergólico; **monometilhidrazina + tetróxido de nitrogênio**.

Possuindo duas câmaras de vácuo de aproximadamente $8,5 \text{ m}^3$ com um complexo sistema de exaustão dos gases gerados pelos propulsores em teste mantendo o vácuo abaixo de 10 mbar (com o propulsor em funcionamento), para simular a pressão média encontrada na altitude das órbitas dos satélites.

Nas Figuras B1 a B3 pode-se ver parte das instalações do BTSA.

Devido a periculosidade associada aos propelentes, todos os sistemas são automatizados e controlados a distância (sala de controle). Do mesmo modo todas as medidas relativas ao desempenho do propulsor são adquiridos em tempo real por um sistema de coleta de dados e gravadas para análise posterior.

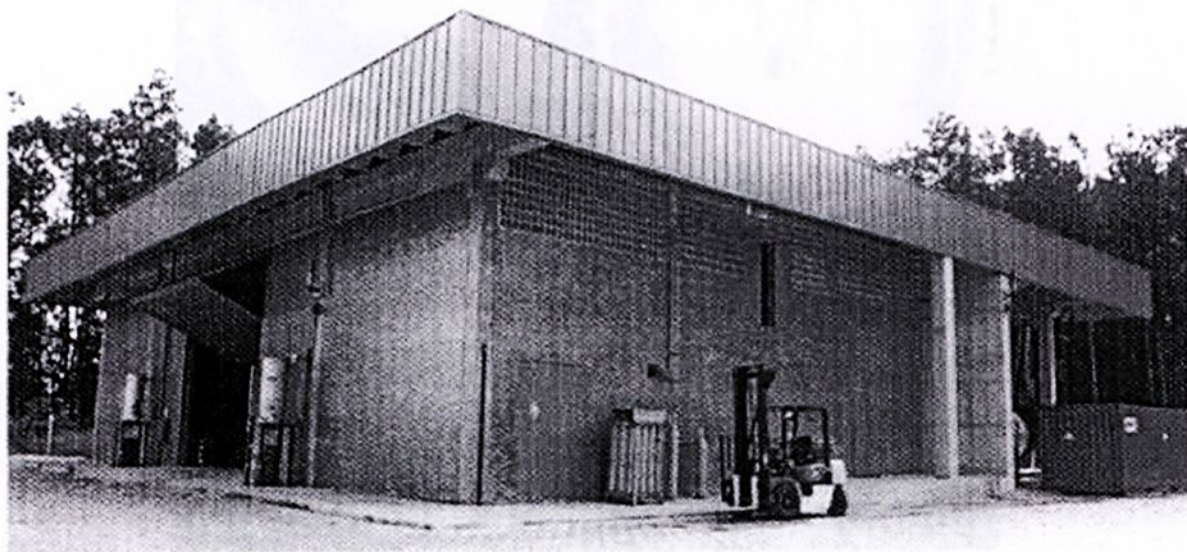


Figura B1 – Vista externa do BTSA.

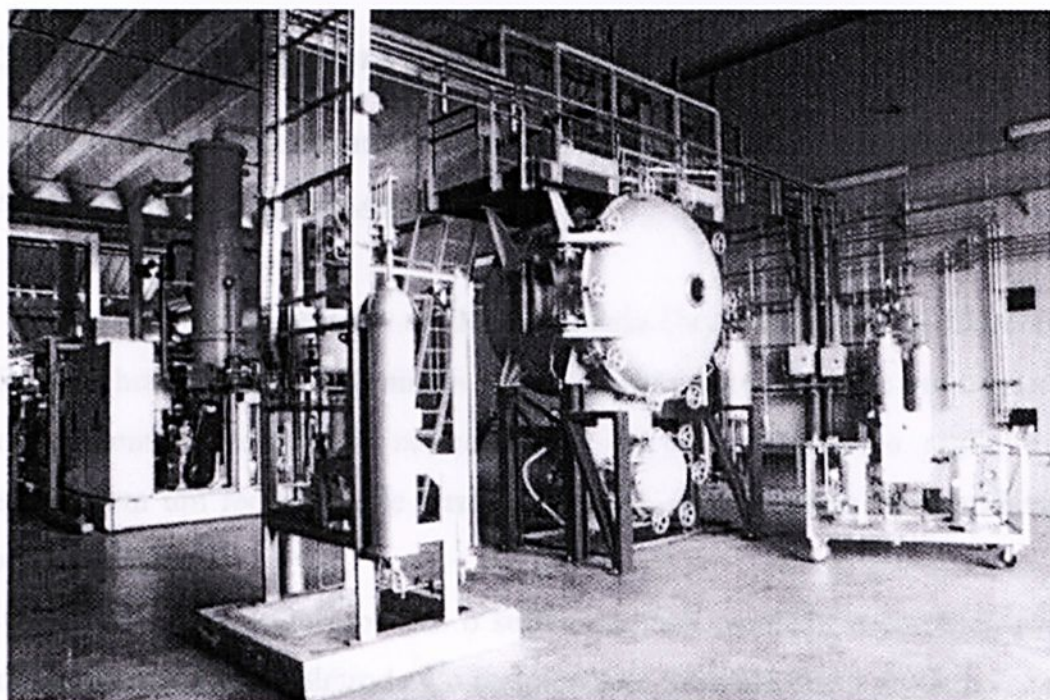


Figura B2 – Vista interna do BTSA.

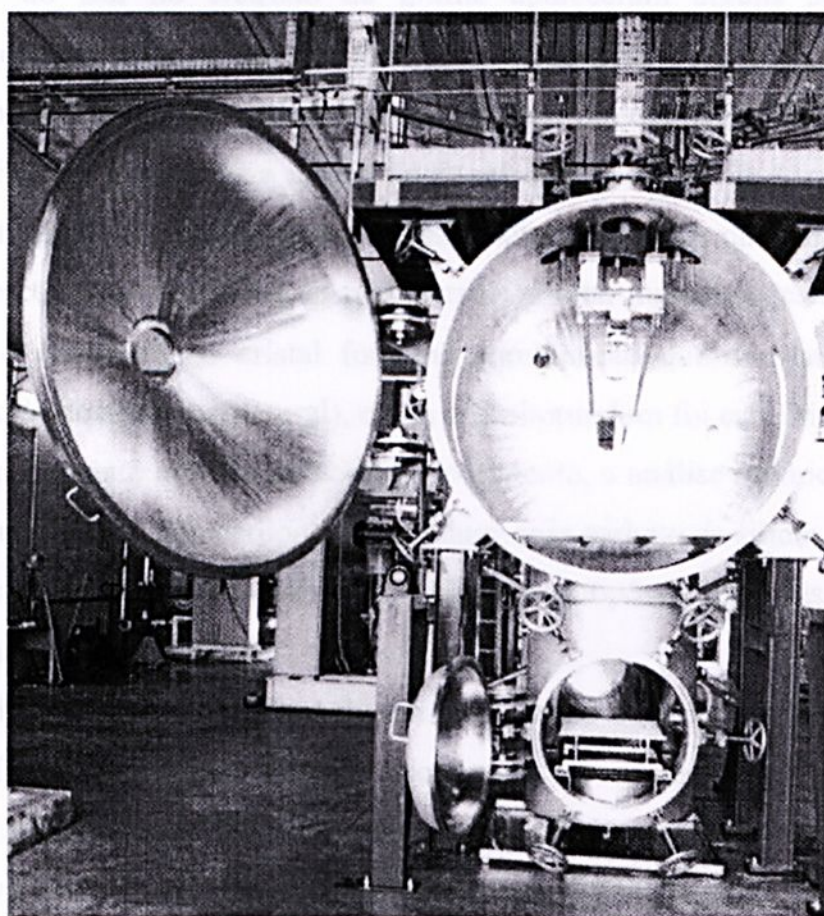


Figura B3 – BTSA - câmara de vácuo para propulsores de 200 N.

APÊNDICE C – Notas sobre o carbeto de silício

Com o intuito de ilustrar, apresenta-se o texto a seguir que teve como base a homepage www.carborundum.com:

No final do século passado em Monongahela City, Pennsylvania, EUA, Edward Goodrich Acheson obteve um misterioso cristal durante o curso de um experimento. Tal experimento constituiu-se na colocação de uma mistura de argila e coque pulverizado em um recipiente de ferro, e no meio desta mistura foi introduzido um eletrodo de grafite.

O percentual de coque foi alto o suficiente para conduzir a corrente, passando através da mistura entre o eletrodo e o recipiente de ferro até que a argila no centro foi fundida e atingiu uma temperatura muito alta. Após resfriada a mistura, esta foi examinada e no fim do eletrodo de grafite apareceram alguns poucos cristais brilhantes. Acheson colocou um deles na ponta de um lápis e pressionou-o sobre uma placa de vidro. A mesma foi cortada como o seria por um diamante. O cristal também era duro o suficiente para riscar a superfície de seu anel de diamante.

Nenhum nome foi dado para a experiência, uma vez que sua composição continuava desconhecida. Depois de considerar e rejeitar muitas sugestões, e partindo do fato que o conteúdo do cristal foi uma combinação química entre carbono e corundum (óxido de alumínio natural), o nome Carborundum foi escolhido.

Aproximadamente um ano após este experimento, a análise química revelou que os cristais eram, de fato, não carbono e corundum, mas carbeto de silício.

A despeito dos aspectos químicos, Acheson se opôs a todas as sugestões de mudança do nome Carborundum.

Em 21 de setembro de 1891, Acheson e um grupo de cidadãos de Monongahela fundaram a The Carborundum Company com um investimento de US\$ 150,000.00 dividido em 1500 partes de US\$ 100 cada. A nova fábrica destinou-se a fabricação de rebolos, aproveitando as excelentes propriedades abrasivas do carbeto de silício.

A reputação e as finanças da nova companhia foram grandemente aumentadas através de um contrato que Acheson recebeu em 1893 de George Westinghouse, que

tinha recebido o contrato para iluminar eletricamente o Columbian Exposition Building em Chicago. Como a Edison Electric colocou uma cláusula restringindo-o de fazer uma lâmpada a partir de uma única peça de vidro, Westinghouse dividiu-a em duas peças de vidro. Como as peças tinham de ser ajustadas com precisão, ele havia tentado alguns rebolos de Acheson e gostado da maneira como eles haviam trabalhado.

Durante o ano seguinte, Acheson produziu 60.000 desses rebolos e vendeu-os para a Westinghouse por US\$ 7.000. Ele usou o dinheiro para comprar o primeiro dínamo da “The Carborundum Company”.

Em 1894, Acheson ouviu sobre o grande potencial energético de Niagara Falls no Estado de New York e propôs aos acionistas a mudança para esta abundante e barata fonte de energia. Foi assinado um contrato com a Niagara Power Company para o fornecimento de 1000 HP, uma inacreditável quantidade de energia para a época. A Carborundum foi o segundo cliente da Niagara Power Company, que mais tarde se transformaria na Aluminum Company of America (ALCOA).

Em outubro de 1895, a primeira fábrica da Carborundum em Niagara Falls abriu, transformando o local no maior centro eletroquímico e eletrometalúrgico do mundo.

A virada do século marcou um tremendo desenvolvimento na indústria americana. A Organização Ford, a indústria do aço e o uso da energia elétrica entre outros, criaram uma demanda sem precedentes de rebolos e outros produtos abrasivos. Fabricação de partes intercambiáveis para produção em série não teriam sido possíveis sem os abrasivos manufaturados pela The Carborundum Company.

Primeiro, os produtos abrasivos apareceram como rebolos e pedras de afiar e após isso, como lixas. Em 1905, a Carborundum introduziu o óxido de alumínio fundido, para preencher a necessidade por um abrasivo menos agressivo que o carbetto de silício, mas mais duro que os abrasivos naturais, como por exemplo o corundum. Abrasivos especiais foram desenvolvidos para novas ligas de aços, para ferramentas, moldes vidro e centenas de outras aplicações.

Em 1903, a companhia tinha 60 agências ao longo do país e representantes de vendas em outros seis países. Em 1906, a primeira filial fora dos E.U.A. foi aberta perto de Düsseldorf, na Alemanha, e em 1910 a Compagnie Française Aloxite foi aberta em Sarrancolin, na França, para produção de óxido de alumínio fundido.



Devido ao fato de que a temperatura necessária à produção do carvão de silício é muito alta, toda a linha de refratários que revestia os fornos fundiam a cada corrida.

Para resolver este problema, a Carborundum precisou desenvolver materiais refratários com maior resistência às altas temperaturas pois Acheson já havia reconhecido o potencial do carvão de silício como refratário antes e lhe foi dada a patente por isto em 1898.

A descoberta do uso do carvão de silício como refratário foi o primeiro exemplo da versatilidade do material, o que continuou a abrir novas oportunidades de mercado para a companhia nos anos subsequentes.

Em 1913, a Carborundum ocupava 13 acres em Niagara Falls, utilizando 13.000 HP e produzindo mais de 6.800 toneladas de carvão de silício por ano. O ano de 1913 também marcou a abertura de uma filial em Manchester, Inglaterra. A demanda de produtos da Carborundum na Inglaterra e no resto da Europa apresentava um crescimento muito grande e tornava impossível suprir a demanda por importação dos Estados Unidos.

Com o começo da I Guerra Mundial em 1914, a Carborundum viu aumentar substancialmente a demanda por produtos abrasivos nas indústrias americanas, bem como nas indústrias das nações aliadas. As unidades recentemente ampliadas de Niagara Falls e a nova fábrica da Inglaterra foram importantes fontes de produtos para as fábricas produtoras de armamentos nos dois lados do Atlântico. Ordens de compra dos produtos Carborundum continuaram a vir dos mais diferentes tipos de indústrias engajadas no esforço de guerra.

Abrasivos foram utilizados para produção de partes de carros, tratores, caminhões, tanques e aviões. Eles tiveram também um importante papel na produção de motores, ferramentas de máquinas, telefones, equipamentos elétricos e armamentos.

Milhões de lixas foram compradas por fábricas de calçados para acabamento de milhões de pares de sapatos de uso militar. Toneladas de grãos abrasivos foram utilizados nas fundições de aço e ferro e em companhias construtoras de navios, principalmente. O esforço da guerra recebeu uma tremenda contribuição da Carborundum bem como de todas as indústrias de abrasivos.

Com o término da guerra em 11 de novembro de 1918, a Carborundum apresentou um novo status. Nos curtos 25 anos de história, passou de desconhecida produtora de materiais abrasivos para um fornecedor mundial de uma indispensável ferramenta industrial.

Também após o término da guerra, foi estabelecida a Divisão de Refratários com seu próprio Departamento de Engenharia de Vendas e programas de divulgação, todos os quais colocados rapidamente em prática.

No início de 1924, com a ajuda do jovem suíço Ernst Hediger, que havia desenvolvido sozinho um processo satisfatório de produção de barras moldadas com milhares de partículas de Carbetto de Silício, nasceram os elementos de aquecimento Global como um produto da Wireless Resistor Company of America, mais tarde transformando-se na American Resistor Corporation. Em 1927, a Carborundum comprou esta companhia e transferiu as atividades de Milwaukee para Niagara Falls, denominando-a de Global Corporation.

Durante a Segunda Guerra Mundial, a Carborundum produziu enormes quantidades de rebolos, lixas e outros produtos essenciais para todas as indústrias engajadas no esforço da guerra. Após 1947, foi executado um programa de desenvolvimento de 20 milhões de dólares, destinado a tornar a companhia mais competitiva no mercado pós-guerra. Alguns dos projetos incluídos no programa foram, a modernização de muitas unidades em Niagara Falls, a construção de uma nova fábrica de lixas em Whgatfield, New York e de uma moderna fábrica para produção de Carbetto de Silício em Vancouver, Washington, e a compra e renovação de uma fábrica em Falconer, New York.

Em 1953, foi completada uma moderna divisão de pesquisa e desenvolvimento que ocupou 60.000 pés quadrados, incluindo laboratório, equipamentos mecânicos, fornos elétricos de alta temperatura, instalação de microscópios eletrônicos, instalação de raios-x e uma extensa biblioteca técnica.

Os anos 50 significaram uma agressiva expansão ao longo do mundo, através da compra e construção de fábricas no México, Brasil, Argentina, África do Sul, Austrália, Índia, França e Porto Rico. Em 1961, a Carborundum possuía 58 fábricas em 16 países.



Durante este período de rápida diversificação, que continuou nos anos 70, os tradicionais produtos refratários também expandiram-se em novos mercados.

Através destes e de muitos outros produtos, uma nova identidade da Carborundum começou a surgir - uma identidade como produtora de uma nova geração de produtos cerâmicos - materiais resistentes e de alta performance para a indústria.

A companhia começou o desenvolvimento de Carbetos de Silício alfa sinterizado sem pressão, através do processo de densificação por queima, o que marcou o início da entrada da Carborundum no mundo da cerâmica estrutural. Este material era, não somente mais barato para produzir do que os materiais tradicionais como aço inoxidável, como também oferecia melhores condições de usinabilidade, o que abriu novos mercados na indústria aeroespacial, de defesa e automobilística.

Pela metade dos anos 70, a posição da caixa da companhia, assim como a diversidade e a carteira de negócios rentável, tornaram-na um atrativo alvo para aquisição. No final de 1977, a Carborundum foi comprada pela Kennecott Copper Corporation. Em junho de 1981, a Standard Oil of Ohio, popularmente conhecida como Sohio, adquiriu a Kennecott e a Carborundum.

Como a indústria eletrônica e de computação vem aumentando sua dependência por produtos de cerâmica, a Carborundum vem desenvolvendo materiais de alta tecnologia como Carbetos de Silício, Nitreto de Boro e Nitreto de Alumínio para aplicações de controle de variações térmicas.

Figura 11 - malha de bolhas

APÊNDICE D – Projetos de um moinho de bolas e de um misturador

Devido a alta viscosidade das barbotinas de carbeto de silício, para a execução deste trabalho foi necessário a manufatura de equipamentos com torque suficiente e controle da velocidade de rotação.

Foram idealizados dois equipamentos: um moinho de bolas e um misturador, para ambos foram usados motores de 12 volts de corrente contínua com engrenagens redutoras (usados normalmente em limpadores de pára-brisas) que possuem um torque elevada com baixa velocidade.

Para controlar a velocidade dos motores, foi utilizado uma fonte de corrente contínua variável de 0 a 30 volts com capacidade de fornecer até 3 ampères.

Na haste do misturador, utilizou-se aço inox 306, para resistir melhor à abrasão.

Tendo em vista a faixa de rotação necessária para uma perfeita moagem e levando em conta o diâmetro dos recipientes usados, optou-se por utilizar como roletes de apoio do moinho, tubos de PVC com o diâmetro próximo dos frascos utilizados.

As Figuras a seguir ilustram os equipamentos utilizados.

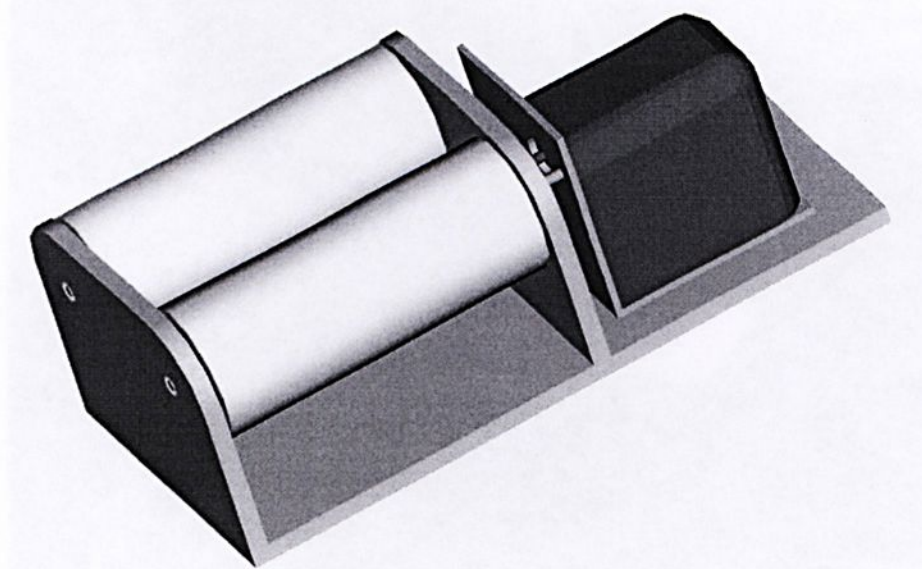


Figura D1 – moinho de bolas

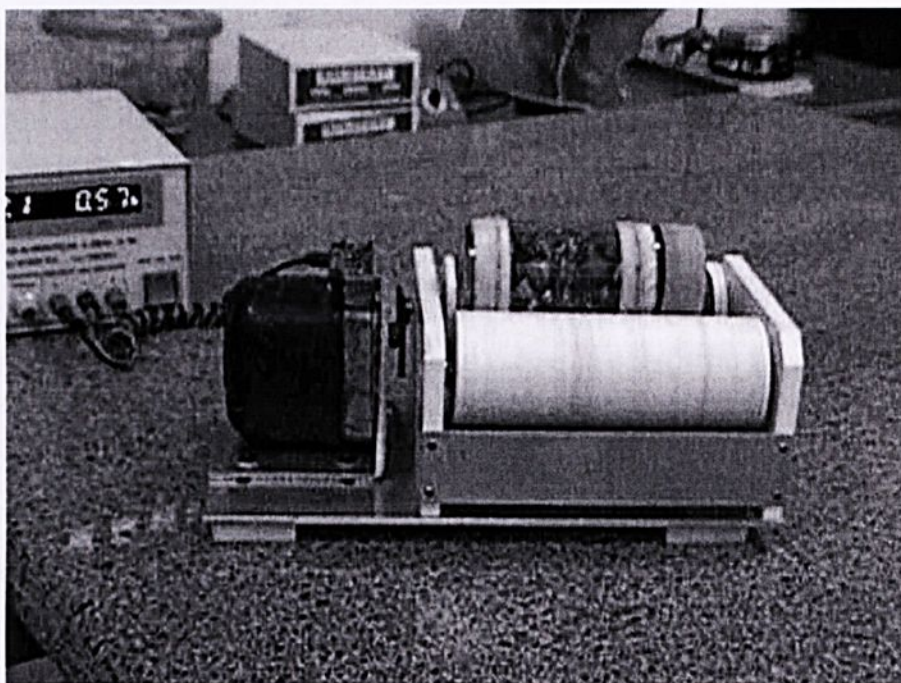


Figura D2 – moinho de bolas



Figura D3 – misturador

