



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ**

Felipe Sannomiya Sakamoto
George Henrique Dini

Preparação de Substratos de Carbetos de Silício para Fins Aeroespaciais.

Guaratinguetá
2013

Felipe Sannomiya Sakamoto
George Henrique Dini

Preparação de Substratos de Carbetos de Silício para Fins Aeroespaciais.

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Jorge Abdalla

Guaratinguetá
2013

Dini, George Henrique

D585p Preparação de substratos de carbetos de silício para fins
aeroespaciais / George Henrique Dini, Felipe Sannomiya
Sakamoto. – Guaratinguetá : [s.n.], 2013
57f.: il.

Bibliografia: f.:53-57

Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais -
Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia do
Campus de Guaratinguetá, 2013

Orientador: Prof. Dr. Antonio Jorge Abdalla

1. Silício 2. Sinterização 3. Sakamoto, Felipe
Sannomiya I. Título

CDU 669.782

unesp  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

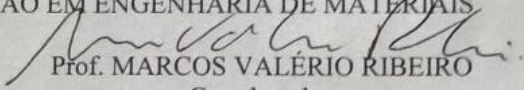
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

Preparação de Substratos de Carbetto de Silício para Fins Aeroespaciais

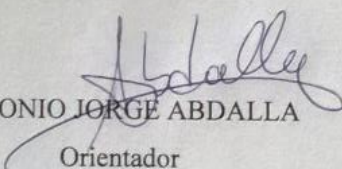
FELIPE SANNOMIYA SAKAMOTO E GEORGE HENRIQUE DINI

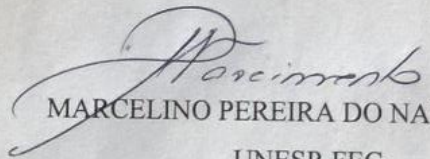
ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE "GRADUADO EM
ENGENHARIA DE MATERIAIS"

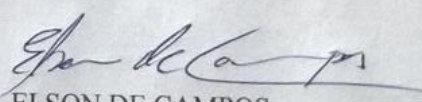
APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. MARCOS VALÉRIO RIBEIRO
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


ANTONIO JORGE ABDALLA
Orientador


MARCELINO PEREIRA DO NASCIMENTO
UNESP-FEG


ELSON DE CAMPOS

Dezembro 2013

AGRADECIMENTOS

George Henrique Dini

A minha família, base da minha vida, onde encontro muito apoio e incentivo para o meu crescimento pessoal e profissional. Em especial ao meu grandioso Pai,
à GERDAU pela oportunidade de estágio,
à todos os meus amigos que pude conhecer e morar junto ao longo destes anos; às Repúblicas Intrrometemos e Papagatas, duas grandes famílias.

Felipe Sannomiya Sakamoto

Ao meu Mestre, Dr. Daisaku Ikeda, pelas orientações que me fizeram nunca desistir dos meus sonhos,
aos meus pais, Orlando e Isabel, por todo apoio, confiança e por acreditar sempre em mim! Sem eles não estaria concluindo essa graduação,
aos meus irmãos, Eduardo e Leandro, por sempre me ajudar nas dificuldades, sendo meus melhores amigos,
aos moradores da República Xanadu, meu muito obrigado! Vocês foram essenciais na minha graduação, tornando minha família nesses anos,
aos amigos da faculdade de Guaratinguetá e da Turma do Copo obrigado pela companhia nos momentos de distração e pelo companheirismo,
à minha amiga Priscila, por todo apoio, dedicação, carinho e incentivo nesses anos de graduação, garantindo minha vitória!

Em conjunto

À FEG pela oportunidade de estudo e aos professores pela dedicação em ensinar, sempre buscando o melhor para o curso e os alunos,
à FINEP e ao CNPq pelo apoio financeiro e pela bolsa de iniciação científica,
ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv) pelo apoio técnico e dos laboratórios,
ao Domingos Hasmann Neto (Neto), técnico do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG/UNESP,
ao Prof. Dr. Luiz Rogério de Oliveira Hein pelo apoio nas análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV),

ao nosso Prof. Orientador Antonio Jorge Abdalla pela oportunidade dada em 2010 e por ter nos orientado desde então.

DINI, G. H.; SAKAMOTO, F. S. **Preparação de Substratos de Carbetos de Silício para Fins Aeroespaciais**. 2013. 57 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2013.

RESUMO

Este trabalho teve por objetivo confeccionar substratos de Carbetos de Silício (SiC) a partir de pós de SiC para fins aeroespaciais. Foram prensados a partir do pó de SiC amostras cilíndricas, pelo processo “via úmida”. Para a compactação inicial foi utilizada uma prensa uniaxial e, posteriormente, isostática. Após a prensagem foi realizada a sinterização das amostras. Depois as amostras foram usinadas e polidas para melhorar as características da superfície. Foram feitas análises de rugosidade, Arquimedes (porosidade e densidade aparente) e microscopia óptica e eletrônica de varredura. Algumas inovações foram realizadas, em um dos lotes foram introduzidas vacâncias nas amostras com o uso de material orgânico nos moldes antes da prensagem. A utilização de silicone e confeitos resultou em amostras com menor massa, sem perda da resistência estrutural. Em outro lote, foi testado a aplicação de uma mistura líquida de etanol e SiC na superfície das amostras, com posterior sinterização a LASER. Os resultados foram muito positivos, reduzindo após o polimento, a rugosidade para um valor de Ra cerca de 50% inferior à observada nas outras amostras.

PALAVRAS-CHAVE: Carbetos de silício. Fins aeroespaciais. Sinterização. Rugosidade.

DINI, G. H.; SAKAMOTO, F. S. **Preparation of Silicon Carbide Substrates for Aerospace Purposes.** 2013. 57 f. Graduate Work (Graduate in Mechanical Engineering) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2013.

ABSTRACT

This conclusion thesis has the objective of produce substrates of Silicon Carbide from the powder of SiC for aerospace use. The powder of SiC was pressed in cylindrical form by the process called “wet way”. For the inicial pressing process was used a uniaxial squeezer and after that was used a isostatic squeezer, after that the samples were synthesized. The next step was the machining and polishing to improve the features of the surface of the sample. Then the roughness was measured, as also the Arquimedes method and optical microscopy and scanning eletron microscopy. Some innovations were done, in one of the lots little vacancys were done with organic material or silicon to reduce the weight of the sample; and the other innovation were the use of a slip film of SiC on the surface of the sample, that were after synthesized with LASER to reduce the roughness, in this samples the roughness were reduce in 50 % if compared with the other samples.

KEYWORDS: Silicon Carbide. Aerospace purposes. Synthesized. Roughness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01 - Poros abertos ou interconectados („a“, „b“ e „c“) e fechados ou isolados („d“ e „e“). Em forma de gargalo de garrafa (b), cilíndrico (c) e esférico (e)	15
Figura 02 - Pós de carbetto de silício	16
Figura 03 - Diferenças entre as cerâmicas chamadas de tradicionais e as avançadas	18
Figura 04 - Esquema representativo das alterações na morfologia e tamanho de um grão durante uma sinterização por fase sólida	20
Figura 05 - Formação de pescoço líquido e sua influência no processo de interação entre partículas.....	21
Figura 06 - Cabeça do pulverizador de um “Spray Dryer”	23
Figura 07 - Processo de Produção: a) Resultado da mistura dos compostos em Moinho de Bolas b) Secagem após mistura c) Peneiramento do pó já desaglomerado d) Enchimento do molde e) Prensagem Uniaxial f) Amostra após prensagem uniaxial g) Amostra preparada para Prensagem Isostática h) Câmara de Prensagem Isostática i) Amostra Sinterizada	25
Figura 08 - Moinho de bolas de alta energia (usadas para os lotes 1, 3 e 4)	26
Figura 09 - Moinho de bolas tradicional (usado para o lote 2).....	26
Figura 10 - a) estufa utilizada para secagem; b) processo de peneiramento da mistura de SiC	27
Figura 11 - Amostra à verde, prensada de forma uniaxial.....	28
Figura 12 - Amostras Prontas para Prensagem Isostática (AMR / CTA).....	29
Figura 13 - Prensa Isostática - Paul Weber, D7064 (AMR / CTA).....	29
Figura 14 - Base do molde com as peças de Silicone.....	30
Figura 15 - Base do molde com as peças de confeito.....	30
Figura 16 - Pannel e Forno de Resistência Tubular de Grafite (AMR / CTA)	31
Figura 17 - Amostra de SiC após a sinterização a 1950°C por 30 minutos.....	31
Figura 18 - Serra copo diamantada (esquerda) e amostra usinada (direita)	32
Figura 19 - Disco giratório (Feltro), amostra de SiC e pasta de diamante utilizada para polimento.....	32
Figura 20 - Aplicação da barbotina em duas amostras.....	33
Figura 21 - Equipamento a LASER utilizado.....	34
Figura 22 - Marcas de LASER de vários testes realizados com amostras do lote 3 e a superfície após a sinterização a LASER, observada por microscopia óptica	35

Figura 23 - Processo de lixamento das amostras	36
Figura 24 - Politriz e pasta de diamante	36
Figura 25 - Rugosímetro do LMSO/EFO-O/IEAv/DCTA	37
Figura 26 - Amostra submetida à medição de rugosidade antes do polimento	37
Figura 27 - Amostras sendo aquecidas para o teste de Arquimedes	38
Figura 28 - Microscópio Óptico utilizado para a análise das amostras	40
Figura 29 - MEV (a) o microscópio eletrônico de varredura utilizado, (b) amostras de SiC sendo introduzidas no equipamento, (c) imagem de uma amostra sob análise	41
Figura 30 - Resultado dos testes de redução mássica utilizando Silicone.....	44
Figura 31 - Visível qualidade superficial reduzida usando Silicone	45
Figura 32 - Resultado dos testes de redução mássica utilizando confeito.....	45
Figura 33 - Microscopia Óptica: mostrando a presença de poros na superfície das amostras	47
Figura 34 - Microscopia Confocal mostrando a superfície da amostra logo após a sinterização	47
Figura 35 - Microscopia Confocal detalhando um poro com visão tridimensional na amostra polida.	48
Figura 36 - Microscopia Confocal mostrando a separação entre uma região que recebeu a aplicação de barbotina e sinterização a LASER (clara) e o substrato sem a camada.....	48
Figura 37 - Confocal a LASER, mostrando (a) superfície da amostra de SiC antes da aplicação da camada de barbotina + LASER e, (b) após a aplicação de barbotina + LAZER (aumento de 100X).....	49
Figura 38 - MEV, (a) aspecto geral da superfície das amostras do lote 4 e em (b) detalhes ampliados da superfície	49
Figura 39 - MEV, formação de uma segunda fase (clara), formando boa ligação entre os grãos de SiC	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Diferença entre os lotes e modo de mistura utilizado.....	24
Tabela 2 – Variação do parâmetro velocidade do LASER.....	34
Tabela 3 – Variação dos parâmetros velocidade e resolução do LASER.	34
Tabela 4 – Parâmetros Geométricos das Amostras antes e após Sinterização.	42
Tabela 5 – Massas Imersa, Úmida e Seca medidas para o Método de Arquimedes.	42
Tabela 6 – Valores da Densidade e Porosidade Aparentes Calculadas pelo Método de Arquimedes (densidade do pó = 3,21 g/cm ³).....	43
Tabela 7 – Valores Médios da Rugosidade Ra para Amostras dos Lotes 2 e 3.	43

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	OBJETIVO	13
1.2	JUSTIFICATIVA	13
1.3	ORGANIZAÇÃO DO TEXTO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1	CERÂMICA	14
2.2	CARBETO DE SILÍCIO	15
2.3	PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS	17
2.4	PRENSAGEM DO PÓ	18
2.5	PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO	19
2.5.1	Sinterização Fase Sólida.....	19
2.5.2	Sinterização Fase Líquida.....	20
2.6	ADITIVOS DE SINTERIZAÇÃO	22
2.7	“ <i>SPRAY DRYER</i> ”	22
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	23
3.1	MATERIAIS	23
3.2	MÉTODOS PARA A PRODUÇÃO DAS AMOSTRAS	24
3.3	ETAPAS PARA CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS	24
3.3.1	Preparação da Mistura	25
3.3.2	Secagem – Peneiramento.....	26
3.3.3	Prensagem Uniaxial.....	27
3.3.4	Prensagem Isostática	28
3.3.5	Realização de Vacâncias no Lote 1	29
3.3.6	Sinterização	30
3.4	PREPARAÇÃO E ANÁLISE DAS AMOSTRAS	32
3.4.1	Usinagem e Polimento	32
3.4.1.1	Aplicação da Camada de Barbotina de SiC na Superfície das Amostras	33
3.4.2	Lixamento e Polimento para o Lote 4.....	35
3.4.3	Medidas de Rugosidade	36
3.4.4	Método de Arquimedes	38
3.4.5	Análise Microestruturais	39

3.4.5.1	Microscopia Óptica	40
3.4.5.2	Eletrônica de Varredura.....	40
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1	ANÁLISE DA VARIAÇÃO DIMENSIONAL	41
4.2	APLICAÇÃO DO TESTE DE ARQUIMEDES	42
4.3	MEDIDAS DE RUGOSIDADE.....	43
4.4	REDUÇÃO MÁSSICA	44
4.5	ANÁLISES MICROSCÓPICAS.....	46
4.5.1	Microscopia Óptica.....	46
4.5.2	Microscopia Confocal a LASER	47
4.5.3	Microscopia Eletrônica de Varredura	49
5	CONCLUSÕES.....	52
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53

1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos apresentam diversas características superiores aos outros materiais, como elevada resistência mecânica, estabilidade térmica, resistência ao desgaste e outras. Um dos fatores que limitam a aplicação de materiais cerâmicos com fins estruturais na engenharia é sua fratura frágil. Geralmente não apresentam deformação plástica considerável e tem baixa resistência ao impacto, ou seja, baixa tenacidade. Outro problema encontrado nos materiais cerâmicos é que eles sofrem um fenômeno conhecido como fadiga estática: sob aplicação de carga sua resistência à fratura diminui com o tempo.

Porém, mesmo com essas desvantagens, os materiais cerâmicos são fortes candidatos a aplicações futurísticas como motores cerâmicos, implantes ortopédicos e ferramentas de corte, devido a sua alta resistência à abrasão, à inércia química e excelente refratibilidade (resistência a alta temperatura).

Com a descoberta de novos potenciais para a aplicação de materiais cerâmicos, a sua utilização para fins tecnológicos vem crescendo cada vez mais. O carbetto de silício é muito conhecido para construção de equipamentos de desgaste e afiação devido à alta dureza apresentada por ele, porém além da dureza esse material possui uma menor massa específica quando comparado ao aço, por exemplo, o que permite que seja utilizado em construções de estruturas de alto desempenho.

O estudo dos materiais cerâmicos é complexo, devido aos parâmetros que influenciam suas propriedades, tais como composição, estrutura cristalina, microestrutura, defeitos/falhas, condições superficiais, tensões internas, tamanho e geometria da amostra, temperatura do meio ambiente, atmosfera, taxa de deformação, fadiga estática ou cíclica, estado de tensão. As qualidades como: baixa massa específica ($3,1 \text{ g/cm}^3$), estabilidade e dureza (2800 kgf/mm^2) distinguem a cerâmica de carbetto de silício como um dos materiais mais promissores para o uso em aplicações aeroespaciais.

O carbetto de silício é um material cerâmico de excelentes propriedades mecânicas, elevada inércia química, estabilidade em altas temperaturas, elevada resistência elétrica, ao desgaste e à corrosão/oxidação. As aplicações tradicionais envolvem revestimentos de fornos e aeronaves, isolantes térmicos, filtros para indústria automotiva, produção de vidros, pós e lixas abrasivas, dentre outras.

Situado no Centro Tecnológico Aeroespacial (CTA), o Instituto de Estudos Avançados (IEAv) desenvolve atualmente projeto de pesquisa visando à obtenção de componentes

ópticos de precisão com baixa massa específica e destinados às aplicações comerciais e aeroespaciais. Neste contexto, são realizados estudos abrangendo o desenvolvimento, fabricação e caracterização de artefatos refletores (espelhos) por meio da adoção de materiais como carbono vítreo e carbetto de silício.

O processo de fabricação dos materiais cerâmicos consiste, em geral, na mistura dos pós (pós cerâmicos, ligantes, lubrificantes, defloculantes e aditivos de sinterização) utilizando moinho de bolas; secagem, que pode ser feita utilizando uma estufa com temperatura controlada ou a temperatura ambiente; moagem e peneiramento; prensagem, existem vários modos de fazer a prensagem da mistura de SiC, entre eles temos a prensagem uniaxial e isostática e a prensagem a quente (“*hot pressing*”). A prensagem a quente confere melhores propriedades mecânicas e maiores densidades que na sinterização sem pressão. Em seguida, é feito a sinterização, concluindo o processo de fabricação do material cerâmico.

1.1 OBJETIVO

Desenvolver substratos de Carbetto de Silício (SiC) que apresentam baixa rugosidade, porosidade controlada e baixa densidade para serem utilizadas como base ou suporte para espelhos leves.

1.2 JUSTIFICATIVA

No ano de 2009 teve início no Instituto de Estudos Avançados (IEAv) o desenvolvimento de um projeto para a produção de espelhos leves para serem utilizados em ambientes aeroespaciais que devem apresentar rugosidade bastante reduzida, da ordem de 20 nm e planicidade menor que $\lambda/8$ para o comprimento de onda do He-Ne.

Para esta finalidade foram definidos dois tipos de materiais a serem utilizados o carbono vítreo e o carbetto de silício. Neste sentido, este trabalho foi concebido com o intuito de desenvolver parte do projeto do Instituto.

1.3 ORGANIZAÇÃO DO TEXTO

A partir do fato deste Trabalho de Conclusão de Curso estar inserido dentro de um projeto maior, os capítulos devem abordar esta linha do tempo. No capítulo 2 é realizada a

revisão bibliográfica do assunto a ser abordado nesta pesquisa. No capítulo 3 é descrito os materiais utilizados e os métodos para atingir a confecção das amostras de SiC proposta e as análises e testes realizados. No capítulo 4 são mostrados os resultados obtidos em cada lote de amostras e realizado uma discussão destes resultados. Por fim, no capítulo 5 são sintetizadas as conclusões deste trabalho.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CERÂMICA

A cerâmica pode ser definida como um material constituído de pelo menos um metal e um elemento não metálico sólido ou um não metal. Muitas vezes a consolidação é feita pela aplicação de calor e em alguns casos a combinação de calor e pressão (BARSOUM, 1997).

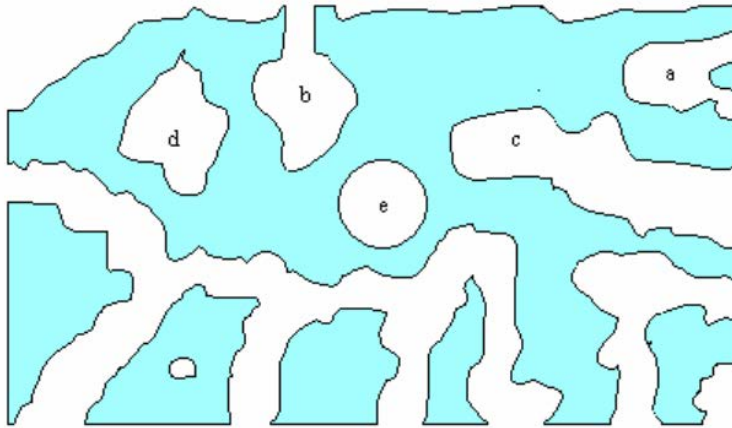
Nos sólidos denominados porosos, a presença de poros é proveniente da existência de cavidades, canais ou interstícios (FERREIRA et al. 2007). Classificados quanto ao estado de continuidade, tamanho e morfologia, a presença de poros em escalas variadas contribui para a formação de amostras com características físicas e microestruturais particulares (FERREIRA et al. 2007; ISHIZAKI et al. 1998a; RILEY et al. 1965).

Neste contexto se inserem as cerâmicas porosas que, aliando matérias-primas de diferentes origens com diversificados processos de fabricação, produzem amostras empregadas em variados fins.

Cerâmicas porosas com elevados níveis de porosidades são obtidas, também, adicionando-se agentes formadores de poros ao pó inicial. Compostas por matérias-primas de variadas origens, fazem parte desta classe de materiais os amidos (milho, batata, mandioca) e as proteínas (de origem animal e vegetal), dentre outros. Após queima, esses materiais originam poros cujas estruturas estão diretamente relacionadas à sua aplicação (LYCKFELDT, et al. 1998).

De acordo com o estado de continuidade, os poros são classificados em abertos ou interconectados (Figura 1, „a“, „b“ e „c“) e fechados ou isolados (Figura 1, „d“ e „e“). Quanto à forma, podem ser classificados em gargalo de garrafa (b), poros cilíndricos (c) e esféricos (e) (FERREIRA et al. 2007).

Figura 1: Poros abertos ou interconectados („a“, „b“ e „c“) e fechados ou isolados („d“ e „e“). Em forma de gargalo de garrafa (b), cilíndrico (c) e esférico (e).



Fonte: Ferreira et al. (2007).

Inativos quanto ao fluxo de líquidos e gases, os poros isolados exercem influência sobre as propriedades mecânicas, a densidade e a condutividade térmica do material (FERREIRA et al. 2007). São ideais para aplicação em isolamento térmico em virtude da reduzida transferência de calor exibida (FERREIRA et al. 2007; PADILHA, 1997a).

2.2 CARBETO DE SILÍCIO

Os primeiros relatos da existência do carbetto de silício (SiC) foram feitos por J. J. Berzelius em meteoritos e datam de 1810. Porém, a síntese desse material foi feita a primeira vez em 1893 por E. G. Acheson, na tentativa de produzir um material que substituísse o diamante e outros materiais abrasivos em ferramentas de corte e polimento (YAMADA; MORHI, 1991). Acheson encontrou cristais de elevada dureza de carbono fundidos em alumina (corundum) em função disso, batizou o produto como “carborundum”, verificou que os pequenos cristais obtidos eram possuidores de grande dureza e refratários. Na verdade, Acheson falhou na sua tentativa de produzir diamantes artificiais, mas enfim produziu um material que posteriormente mostrou ser muito versátil, como pode ser visto atualmente na diversidade de aplicações do carbetto de silício (MOREIRA, 2004).

O pó de carbetto de silício (SiC), mostrado na Figura 2, é reconhecidamente um material cerâmico de grande importância devido a uma combinação de características como: condutividade térmica e elétrica, alta resistência à oxidação, resistência às altas temperaturas, resistência ao desgaste e boa resistência ao impacto. Essas propriedades são em grande parte

determinadas pelas fortes ligações covalentes entre os átomos de silício e carbono. Possui alta temperatura de sublimação, aproximadamente 2700°C , em função disso, é muito usado como partes de fornos, atualmente tem aumentado o interesse do seu uso na eletrônica como material semicondutor, principalmente em dispositivos de alta potência e de microondas (MARINS, 2008).

Figura 2: Pós de carbetto de silício.



Fonte: Marins (2008).

Sua preparação em escala industrial foi obtida em 1891 por Edward Goodrich Acheson, em forno elétrico e por meio da reação da sílica e carbono (CHEMICAL HERITAGE FOUNDATION, 2005; TREIBACHER SCHLEIFMITTEL BRASIL, 2004).

As características específicas exibidas pelo SiC decorrem das ligações covalentes entre os seus átomos e constituem em um obstáculo quando o propósito é a obtenção de cerâmicas densas por meio da tecnologia do pó (IZHEVSKYI et al., 2000a; VOLZ et al., 2001). Assim, por seu caráter covalente (maior que 88%) e seu baixo coeficiente de autodifusão, a densificação do carbetto de silício ocorre somente a elevadas pressões e/ou elevadas temperaturas (2100°C) (IZHEVSKYI et al., 2000a). Uma vez sinterizado, este material se transforma em uma cerâmica bastante resistente, esta resistência é limitada, por exemplo, pela existência de falhas, grãos alongados e porosidade em sua estrutura (SHAFFER, 1991).

As propriedades características do carbetto de silício fazem com que esse material tenha uma série ampla de aplicações como:

- ABRASIVOS: rebolos, materiais de revestimento, pós abrasivos, lixas e pastas de polimento;

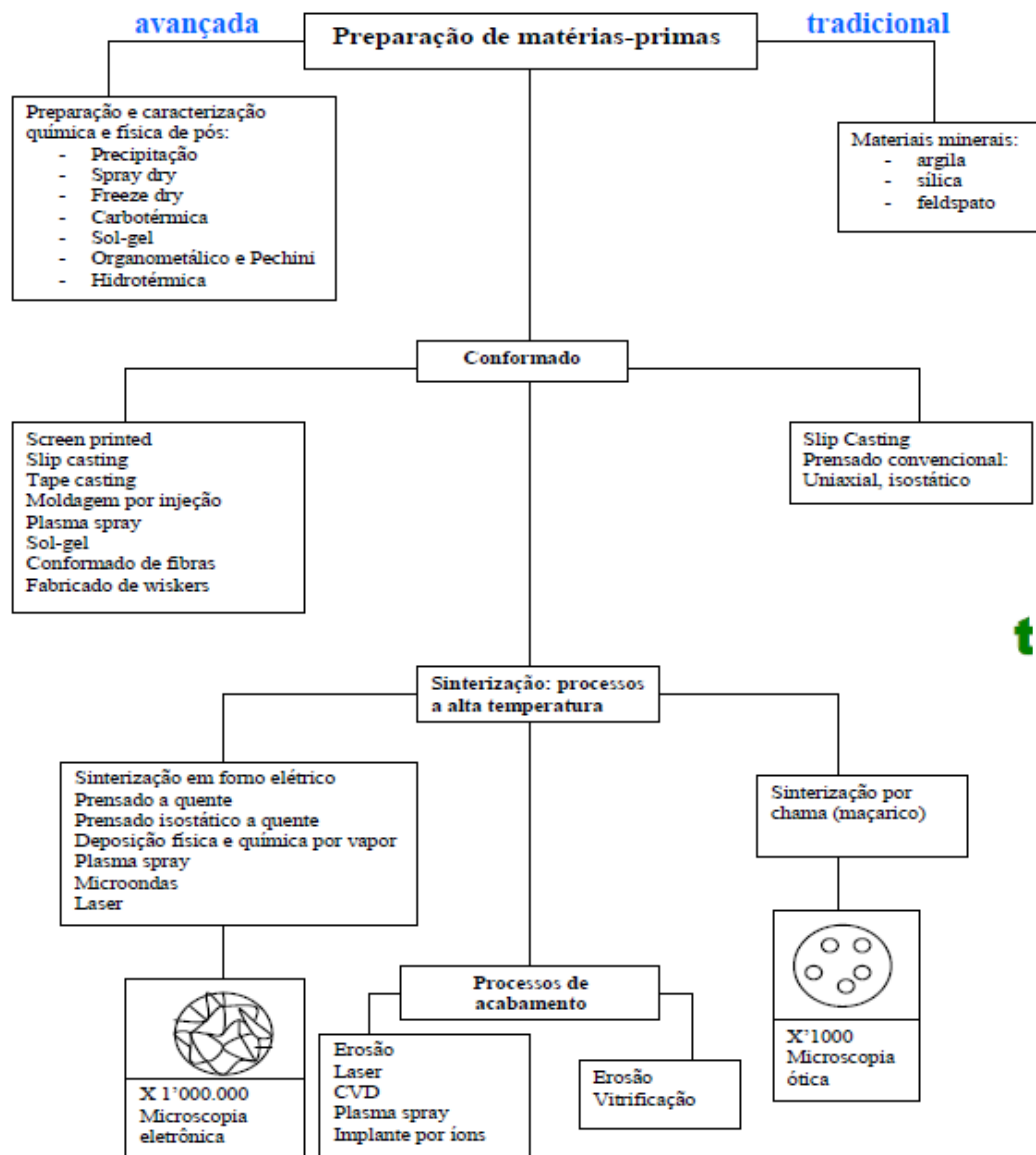
- REFRACTÁRIOS: tijolos, placas, cadinhos, elementos de aquecimento, filtros para metais fundidos, formas refratárias;
- METALÚRGICOS: Agentes desoxidantes em fornos de fundição;
- FERRAMENTAS DE CORTE: facas de alumina zircônia e carbetos de silício;
- COMBUSTÍVEL NUCLEAR: é usado também como revestimento em barras de reatores nucleares para aumentar a resistência a altas temperaturas;
- SUPORTE CATALÍTICO: cerâmicas de SiC de alta área superficial são utilizadas como suporte para catalizadores na indústria petroquímica;
- ELETRÔNICOS: LEDs, sensores, sistema de ignição para jatos, varistores, termistores e dispositivos de proteção contra descargas elétricas (MARINS, 2008).

Com o aumento do uso de cerâmicas de SiC, diversas pesquisas têm sido feitas para melhorar a densificação deste material durante a sinterização. “Um cuidado que se deve ter em sinterização com temperatura elevada é a ocorrência de um possível crescimento exagerado de grão” (MULLA, 1994), “o que pode prejudicar as propriedades mecânicas e inibir a densificação da cerâmica” (GODOY, 2005). “Para obter-se a sinterização via fase líquida de cerâmicas de carbetos de silício, utilizam-se normalmente aditivos óxidos” (SU et AL., 2001; ZHOU et AL., 2001; IZHEVSKYI et AL., 2004; ZHAN et AL., 2002; HARRIS, 1995; MULLA, 2005; KIM et AL., 1999; KINOSHITA & MUNEKWA, 1997; YAMADA & MOHRI, 1991). “Um grande problema em usar os aditivos óxidos é a possível reação química com o SiC formando compostos voláteis, que com a diminuição da massa afetam a densificação” (IZHEVSKYI et AL., 2000).

2.3 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS

A Figura 3 ilustra as diferenças entre as cerâmicas chamadas de tradicionais e as avançadas, diferenciando o processo utilizado na preparação de sua matéria-prima, de seu modo de conformação, do seu processo de sinterização e por fim como é feito o seu acabamento final.

Figura 3: Diferenças entre as cerâmicas chamadas de tradicionais e as avançadas.



Fonte: Arquivo pessoal dos autores.

2.4 PRENSAGEM DO PÓ

Para obter o compacto no molde, é realizada a prensagem do pó cerâmica. Esta prensagem subdivide-se em três categorias: uniaxial, isostática e prensagem a quente, embora as duas primeiras sejam mais utilizadas.

Na prensagem uniaxial o pó é compactado em um molde metálico por meio de uma pressão aplicada em uma única direção. É um método fácil, barato, que permite alta produtividade, embora esteja restrito a formas relativamente simples e apresente distribuição

não uniforme na compactação (CALLISTER, 2002a; RICHERSON, 2006a). Empenamentos, distorções e presença de trincas, após sinterização, são consequências dessa característica que decorre do atrito existente entre as partículas do pó ou do atrito entre as partículas e a parede do recipiente (RICHERSON, 2006a). Para minimizar os referidos problemas, as seguintes providências podem ser adotadas: utilização de lubrificantes (vaselina ou estearina) - com objetivo de reduzir o atrito entre as paredes do molde e as partículas; adição de ligantes à composição (álcool polivinílico, por exemplo) e utilização de prensagem isostática (RICHERSON, 2006a; VAN VLACK, 1973a).

Na prensagem isostática, a pressão é aplicada por meio de um fluido com a mesma magnitude em todas as direções (CALLISTER, 2002a; VAN VLACK, 1973a). Dessa forma, obtém-se uma maior densidade de compactação, pois o atrito existente nas condições mencionadas é desprezível (VAN VLACK, 1973a).

Na prensagem a quente o pó cerâmico é submetido a uma elevada temperatura e ao mesmo tempo a uma pressão, de forma que a conjunção destes dois parâmetros favoreça a sinterização.

2.5 PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO

Do mesmo modo que a técnica de conformação adotada, os mecanismos envolvidos na sinterização influenciam a geometria e o tamanho de grãos e poros. Assim, materiais com microestruturas específicas são originados quando o contato entre partículas ocorre em presença de uma fase líquida, respectivamente denominadas de sinterização por fase sólida e por fase líquida. O carbetto de silício com a adição de YAG proporciona sinterização líquida, sendo elas caracterizadas nos itens a seguir.

2.5.1 Sinterização Fase Sólida

Independente da metodologia utilizada, a força condutora da sinterização é a redução da energia livre superficial. Na sinterização por fase sólida, esse fenômeno ocorre quando a interface sólido-vapor é substituída por uma interface sólido-sólido, com reduzida energia de superfície. Cerâmicas porosas de SiC são facilmente obtidas por meio da sinterização por fase sólida convencional.

Conforme pode ser observado pela análise da Figura 4, nas referidas etapas ocorrem alterações na morfologia e no tamanho dos poros, o que decorre da transferência de massa entre materiais.

Figura 4: Esquema representativo das alterações na morfologia e tamanho de um grão durante uma sinterização por fase sólida.



Fonte: <http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22&top=141>.

A densificação deste material é obtida por meio da sinterização por fase sólida (utilizando como aditivos o boro e o carbono) ou por sinterização em presença de uma fase líquida.

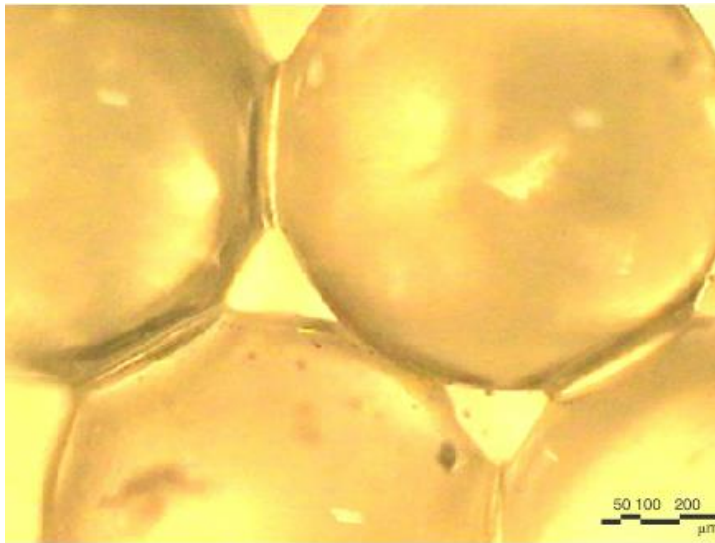
2.5.2 Sinterização Fase Líquida

A sinterização por fase líquida consiste na adição de materiais denominados aditivos de sinterização ao pó precursor. Ao serem aquecidos a uma temperatura superior ao seu ponto de fusão ou em decorrência de uma reação entre seus constituintes, esses materiais formam uma fase líquida que “molha” as partículas sólidas (GODOY; BRESSIANI; BRESSIANI, 2008; SILVA; ALVES JÚNIOR, 1998).

A camada líquida que se forma entre as partículas origina um menisco, Figura 5, cuja curvatura resulta no movimento rotacional das mesmas. Assim, quando o ângulo de contato for menor que 90° , as forças de capilaridade tendem a aproximar as partículas produzindo redução da porosidade e, assim, a densificação da estrutura (SILVA, 2008b).

A atração entre partículas ocorre, também, quando o ângulo de contato é igual a 90° . Neste caso, porém, a componente da energia superficial na interface líquido/vapor é normal para as duas superfícies (BARSOUM, 2003b). O afastamento entre partículas é obtido quando o ângulo apresenta valores superiores a 90° . Nesta circunstância, duas condições poderão ocorrer com a fase líquida: sair da estrutura pelos poros ou, na impossibilidade disso, tracionar a estrutura ocasionando trinca e/ou fratura da mesma (SILVA, 2008b).

Figura 5: Formação de pescoço líquido e sua influência no processo de interação entre partículas.



Fonte: <http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22&top=141>.

Após a formação da fase líquida, as partículas se rearranjam, ocasionando um melhor empacotamento. Se, durante esse estágio, o líquido flui e preenche os interstícios localizados entre as partículas, uma densificação total pode ser obtida (BARSOUM, 2003b; KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976a).

No segundo estágio da sinterização, os rearranjos entre as partículas decrescem e o mecanismo de solução-precipitação se torna dominante (RAHAMAN, 2003a). A dissolução de pequenas partículas no líquido e a precipitação de partículas grandes nas superfícies sólidas conduz a uma aproximação entre os seus centros, ocorrendo assim a contração e densificação do material (BELTRÃO, 2005; RAHAMAN, 2003a).

A etapa final de sinterização é caracterizada pela presença de uma estrutura sólida (coalescência), decorrente do crescimento dos grãos. A sinterização por fase líquida cessa e é substituída pela sinterização por fase sólida. As taxas de contração e densificação são reduzidas e a existência de pescoço entre partículas é determinada pelo grau de molhabilidade

entre o líquido e o sólido (SILVA, 2008b). Assim, caso a molhabilidade seja total (ângulo de contato nulo), não haverá formação de pescoço em virtude da existência de uma camada líquida entre partículas. Caso contrário, o pescoço crescerá significativamente entre as partículas (SILVA, 2008b). Em virtude da alta difusividade atômica através da fase líquida, a densificação ocorre de forma rápida e os poros apresentam redução de tamanho (HWANG, 2006).

2.6 ADITIVOS DE SINTERIZAÇÃO

Compostos como Al_2O_3 , Y_2O_3 , BeO, HfO_2 e um limitado número de óxidos de terras-raras são utilizados como aditivos na sinterização de cerâmicas à base de SiC. Combinados entre si ou comumente em presença da Al_2O_3 , os óxidos reagem com o SiO_2 presente nas superfícies das partículas de SiC, conduzindo à formação de componentes voláteis (LEE et al., 2001; SANTOS; COSTA, 2006). Como consequência, o material apresenta uma grande perda de massa (10-15%) e de porosidade, além de retardamento na densificação (IZHEVSKYI et al., 2000b; MULLA; KRISTIC, 1994; RIBEIRO; KELLY; STRECKER, 2001). A junção de diferentes aditivos como, por exemplo, Al_2O_3 e Y_2O_3 tem se revelado eficaz no processo de sinterização do SiC. Depois de fundida, a mistura desses elementos forma uma fase vítrea intergranular na matriz cerâmica, originando um composto denominado YAG (Yttrium Aluminium Garnet) (MARINS, 2008).

2.7 “SPRAY DRYER”

A secagem por pulverização é um método de produção de um pó seco a partir de um líquido ou suspensão por secagem rápida com um gás quente. Este é o método preferido de secagem de diversos materiais termicamente sensíveis, tais como os alimentos e produtos farmacêuticos. A distribuição do tamanho de partículas consistentes é uma razão para a secagem por pulverização de alguns produtos industriais, tais como catalisadores. O ar é o meio de secagem aquecido, no entanto, se o líquido é um solvente inflamável tal como o etanol ou o produto é sensível ao oxigênio, então o nitrogênio é utilizado.

Todos os secadores de pulverização usam algum tipo de atomizador ou bico de pulverização para dispersar o líquido em suspensão ou um spray controla o tamanho de gota, como ilustrado na Figura 6. O mais comum destes são os discos rotativos e de um único

fluido de alta pressão nos bicos de redemoinho. Alternativamente, para algumas aplicações, de dois fluidos ou bicos de ultrassons são usados. Dependendo das necessidades de processo, os tamanhos de gota 10-500 μm podem ser conseguidos com as escolhas apropriadas. As aplicações mais comuns são no intervalo de diâmetro de 100 a 200 μm . O pó seco é muitas vezes de fluxo livre.

Figura 6: Cabeça do pulverizador de um “*Spray Dryer*”.



Fonte: <http://www.mybuchi.com/Spray-Drying-Spray-Dryer-BU.1947.0.html>

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados para a produção dos lotes 1, 2, 3 e 4 foram os mesmos, os componentes estão descritos a seguir:

- Carbetto de Silício (BF12), produzido pela HC Stark;
- YAG (mistura de óxido de alumínio - Al_2O_3 (CT3000) e de ítrio - Y_2O_3 , produzido pela HC Stark);
- Defloculante Denvecril (Bio300);
- Ligante PVAL (álcool polivinílico);
- Água destilada;

- Estearina.

3.2 MÉTODOS PARA A PRODUÇÃO DAS AMOSTRAS

A proporção dos ingredientes utilizados está descrito a seguir. Foram confeccionados quatro lotes de amostras, a diferença destes lotes está descrito na Tabela 1.

- 100g de SiC (BF12);
- 180g de H₂O;
- 8,225g de YAG;
- 1g de PVAL;
- 3 gotas de Defloculante Denvecril

Tabela1: Diferença entre os lotes e modo de mistura utilizado.

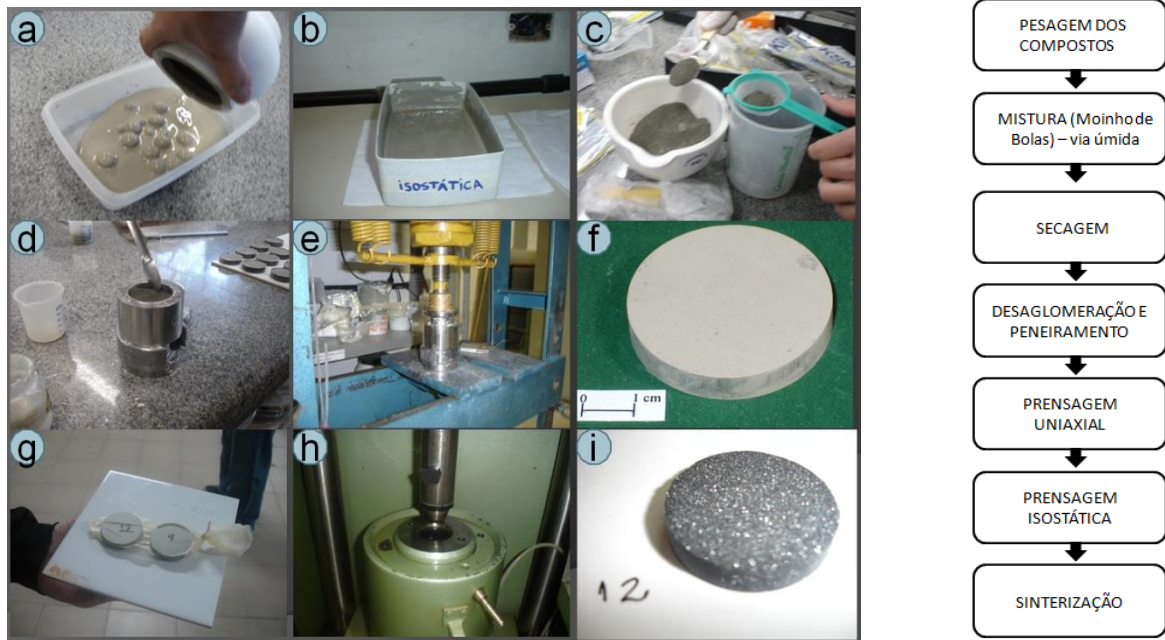
Lotes	Mistura	Diferencial
Lote 1	Moinho de bolas de alta energia por 2 horas	Redução mássica (uso de compostos orgânicos no molde para produzir vazios)
Lote 2	Moinho de bolas tradicional por 24 horas	Uso de duas espessuras (normal e reduzida)
Lote 3	Moinho de bolas de alta energia por 2 horas	Utilização de barbotina sinterizadas a LASER para reduzir poros da superfície
Lote 4	Moinho de bolas de alta energia por 2 horas	Secagem por “ <i>spray drayer</i> ”

Fonte: Produzida pelos autores

3.3 ETAPAS PARA CONFEÇÃO DAS AMOSTRAS

A Figura 7 mostra um quadro geral das etapas do início até a sinterização das amostras.

Figura 7: Processo de Produção: a) Resultado da mistura dos compostos em Moinho de Bolas; b) Secagem após mistura; c) Peneiramento do pó já desaglomerado; d) Enchimento do molde; e) Prensagem Uniaxial; f) Amostra após prensagem uniaxial; g) Amostra preparada para Prensagem Isostática; h) Câmara de Prensagem Isostática; i) Amostra Sinterizada.

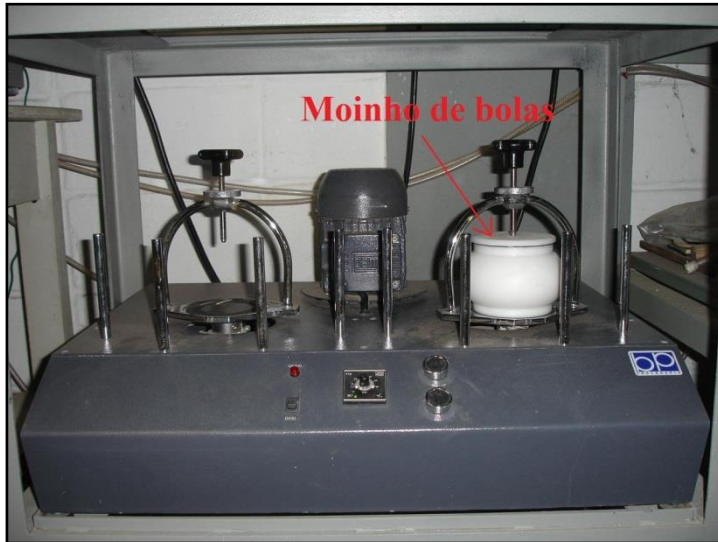


Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

3.3.1 Preparação da Mistura

Para a preparação da mistura foi utilizado um moinho de bolas com os ingredientes citados anteriormente (Figuras 8 e 9). Esta mistura ficou no moinho pelo tempo pré-determinado, conforme descrito na Tabela 1 e, posteriormente, foram retirados as esferas e a mistura foi para a secagem.

Figura 8: Moinho de bolas de alta energia (usadas para os lotes 1, 3 e 4).



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Figura 9: Moinho de bolas tradicional (usado para o lote 2).



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.3.2 Secagem – Peneiramento

O processo de secagem é possível de ser realizado ao ambiente e também com auxílio da estufa. O primeiro método consiste apenas no acompanhamento visual evitando a secagem

excessiva. Para acelerar a secagem a mistura foi colocada em um recipiente plástico e levada à estufa a uma temperatura entre 50° e 60° Celsius, durante aproximadamente 40 horas para secagem. Esse tempo pode ser variável, já que o ponto da retirada é de controle visual, de maneira que a água seja eliminada a ponto de permitir o peneiramento do aglomerado para prensagem. É necessário que se tenha uma atenção nesse processo para evitar que o pó passe do ponto desejado. Após secagem na estufa o pó seca em temperatura ambiente por aproximadamente 24 horas. O peneiramento é manual e feito cuidadosamente. A seguir a Figura 10, mostrando respectivamente a estufa utilizada na secagem e o processo de peneiramento do pó de SiC.

Figura 10: a) estufa utilizada para secagem; b) processo de peneiramento da mistura de SiC.



(a)



(b)

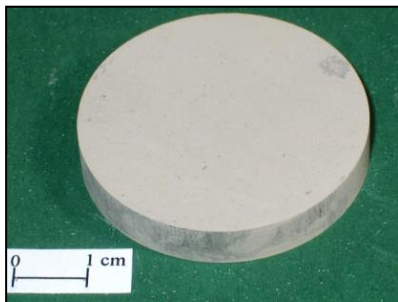
Fonte: Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

3.3.3 Prensagem Uniaxial

Os processos de prensagem Uniaxial e Isostática foram aplicados para os Lotes 1, 2, 3 e 4. Foi utilizada inicialmente a Prensagem Uniaxial, que consistiu em prensar aproximadamente 16 gramas do composto em um molde em forma de disco. O pó foi colocado cuidadosamente e distribuído da forma mais uniforme possível para não influenciar no grau de compactação das diferentes regiões do modelo, já a definição de uma mesma massa a ser prensada permite obter corpos-de-prova geometricamente próximos. Em seguida uma pré carga de 200 kg foi aplicada por poucos segundos e a prensagem efetiva foi feita a uma pressão máxima de 40 MPa durante um minuto.

Após a prensagem as peças eram sacadas do molde retirando a tampa superior manualmente e, em seguida, pressionando para baixo a parte do molde que envolvia o material utilizando a própria prensa de forma a não danificar a peça. Devido à alta dureza do SiC o molde era limpo e lubrificado com estearina, a cada uma ou duas prensagens dependendo da necessidade, para facilitar a retirada e evitar que a amostra ficasse presa. Na Figura 11 ilustra uma amostra prensada uniaxialmente.

Figura 11: Amostra à verde, prensada de forma uniaxial.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.3.4 Prensagem Isostática

A prensagem uniaxial realizada resulta em peças densas, porém com arranjo compacto considerável apenas na direção axial. Para melhorar o grau de compactação na direção radial é necessária uma prensagem nessa mesma direção ou em todas as direções. A Prensagem Isostática é realizada a partir de um equipamento hidráulico em que a peça, protegida por um molde flexível, é imersa em um fluido e em seguida prensada em todas as direções, justamente resultando em uma peça mais uniformemente e densa.

A Figura 12 mostra uma amostra envolvida em um invólucro de látex, após aplicar vácuo. A prensa utilizada foi uma alemã Paul Weber, D7064 (Figura 13), utilizando como fluido óleo mineral prensando os corpos de prova a uma pressão de 300 MPa, sendo ambos os tempos de prensagem, descompressão e recuo de 48 segundos.

Figura 12: Amostras Prontas para Prensagem Isostática (AMR / CTA).



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Figura 13: Prensa Isostática - Paul Weber, D7064 (AMR / CTA).



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.3.5 Realização de Vacâncias no Lote 1

Diferente dos demais lotes, neste foram utilizados materiais orgânicos para reduzir a massa total das amostras, como ilustrado nas Figuras 14 e 15.

Figura 14: Base do molde com as peças de Silicone.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Figura 15: Base do molde com as peças de confeito.

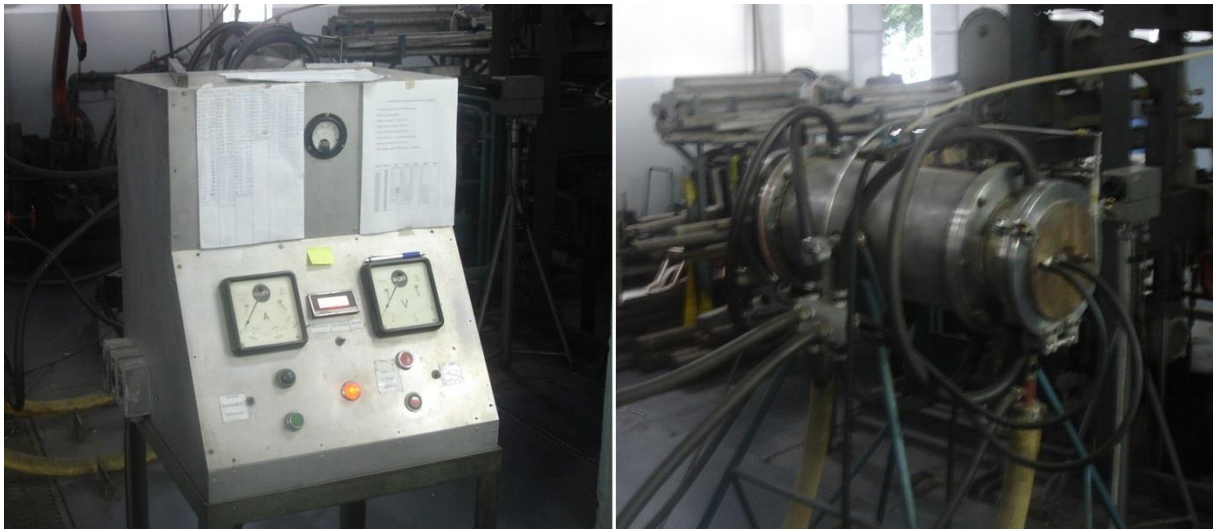


Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.3.6 Sinterização

Posteriormente às prensagens as amostras foram sinterizadas em um forno elétrico de resistência tubular de grafite (Figura 16) a uma temperatura de aproximadamente 1950°C com um tempo de permanência no patamar de 30 minutos. O forno possui atmosfera de argônio para evitar qualquer tipo de reação com os gases.

Figura 16: Painel e Forno de Resistência Tubular de Grafite (AMR / CTA).



Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

A Figura 17 mostra uma amostra após a sinterização, observa-se que o aspecto de sua superfície escurece e torna-se bastante rugoso, devido à aderência de partículas de SiC utilizadas para envolver e sustentar o peso das amostras durante o processo de sinterização.

Figura 17: Amostra de SiC após a sinterização a 1950°C por 30 minutos.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.4 PREPARAÇÃO E ANÁLISE DAS AMOSTRAS

3.4.1 Usinagem e Polimento

Estes lotes de amostras passaram inicialmente por um processo de usinagem e polimento. A Figura 18 mostra a serra copo diamantada utilizada para usinar as amostras.

Figura 18: Serra copo diamantada (esquerda) e amostra usinada (direita).



Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

Após a usinagem as amostras foram polidas. A Figura 19 mostra o feltro de polimento, uma amostra de SiC, e a pasta de diamante utilizada no processo de polimento do lote 3.

Figura 19: Disco giratório (Feltro), amostra de SiC e pasta de diamante utilizada para polimento.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.4.1.1 Aplicação da Camada de Barbotina de SiC na Superfície das Amostras

Como tentativa para reduzir a porosidade da superfície das amostras, no Lote 3, foi aplicado uma camada de barbotina de SiC e sinterizadas a LASER.

Após o processo de polimento as amostras foram submetidas ao processo de formação de uma nova camada de SiC na superfície a partir da utilização de uma barbotina de SiC que foi inicialmente depositada na superfície e posteriormente sinterizada a LASER. A Figura 20 mostra a aplicação da camada de barbotina com o auxílio de uma pistola de pintura, estas amostras foram posteriormente secas antes da aplicação do LASER de CO₂.

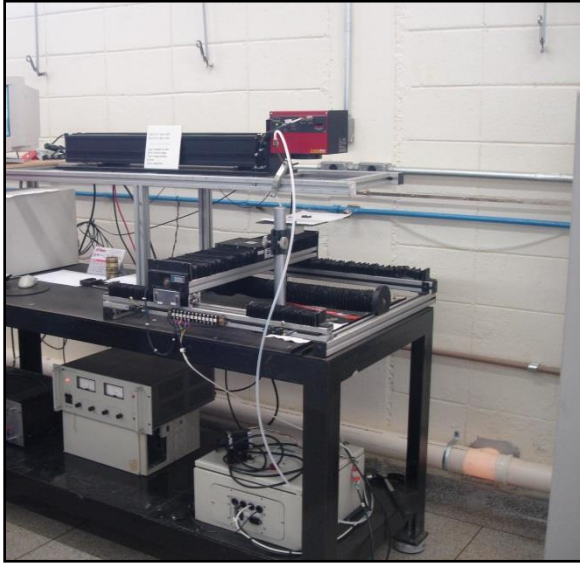
Figura 20: Aplicação da barbotina em duas amostras.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

A Figura 21 mostra o equipamento de LASER utilizado para sinterizar a camada.

Figura 21: Equipamento a LASER utilizado.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Os parâmetros do LASER, Tabelas 2 e 3, utilizados nestas amostras foram determinados em etapas anteriores deste trabalho, onde se variou a velocidade de varredura do LASER entre 50 e 600 mm/s e a resolução entre 250 e 900 dpi, a potência foi mantida em 50 W.

Tabela 2: Variação do parâmetro velocidade do LASER.

Posição	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Resolução [dpi]
1	50	600	250
2	50	400	250
3	50	200	250
4	50	100	250

Fonte: Produzida pelos autores

Tabela 3. Variação dos parâmetros velocidade e resolução do LASER.

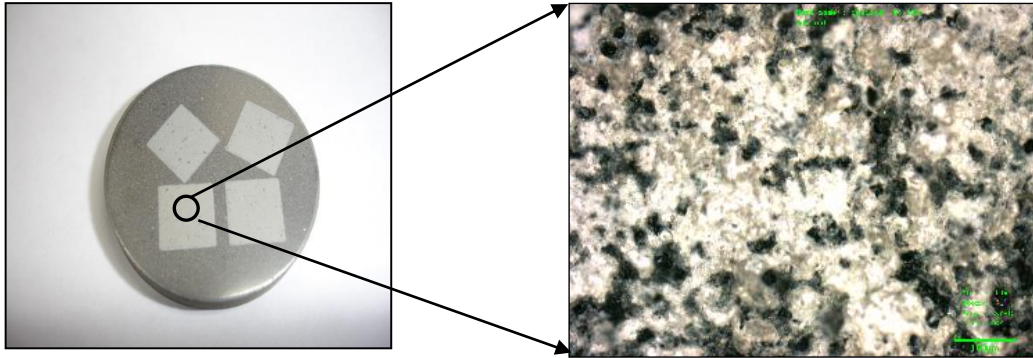
Posição	Potência [W]	Velocidade [mm/s]	Resolução [dpi]
1	50	100	600
2	50	100	900
3	50	50	600
4	50	50	900

Fonte: Produzida pelos autores

Os parâmetros escolhidos, a partir de marcas quadradas feitas nas amostras (Figura 22), foram: velocidade de 50 mm/s (forneceu maior energia para a sinterização), 600 dpi

(resolução onde a sobreposição dos pulsos de LASER cobria a superfície sem causar danos) e potência de 50 W.

Figura 22: Marcas de LASER de vários testes realizados com amostras do lote 3 e a superfície após a sinterização a LASER, observada por microscopia óptica.



Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

3.4.2 Lixamento e Polimento para o Lote 4

As amostras do lote 4 foram trabalhadas de forma um pouco diferente, todos os lotes anteriores, foram usinados em serra copo, com ferramentas diamantadas, para o lote 4, optou-se por experimentar o lixamento progressivo, para analisar se havia interferência do processo de usinagem na rugosidade final. Desta forma, o lixamento seguiu uma sequência de lixas de granulometria de 80 até 1200 mesh. Após este processo, as amostras foram polidas em uma politriz automática com pasta de diamante de $3\mu\text{m}$.

A Figura 23 mostra duas amostras do lote 4 em processo de lixamento.

Figura 23: Processo de lixamento das amostras.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

A Figura 24 mostra a politriz com a pasta de diamante utilizada no polimento.

Figura 24: Politriz e pasta de diamante.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.4.3 Medidas de Rugosidade

Para realizar as medidas de Rugosidade algumas amostras foram levadas ao Laboratório de Medição de Superfícies Ópticas – LMSO/EFO-O/IEAv/DCTA e coletados os valores a partir de um rugosímetro Taylor Hobson Precision, modelo Form Talysurf - PGI 1000 (Figura

25). Estas medidas foram também comparadas com as obtidas no Laboratório de metrologia do Departamento de Materiais da FEG/UNESP.

Figura 25: Rugosímetro do LMSO/EFO-O/IEAv/DCTA.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

As peças tiveram os valores coletados em algumas etapas do processo como após a sinterização e após polimento final, sendo assim possível observar a evolução da qualidade superficial obtida. A Figura 26 mostra a imagem de uma peça do lote 2, submetida à medição de rugosidade na FEG/UNESP.

Figura 26: Amostra submetida à medição de rugosidade antes do polimento.

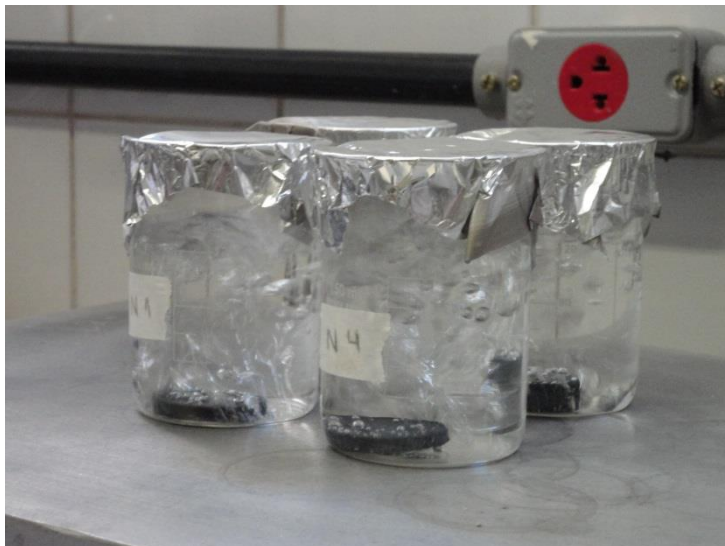


Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.4.4 Método de Arquimedes

Para realizar o Método de Arquimedes com a finalidade de verificar a porosidade e o volume de poros abertos a partir da absorção de água, foram utilizados dois béqueres e uma chapa de aquecimento. As amostras foram submersas em água destilada nos béqueres e este foi levado para uma chapa de aquecimento a 185°C. Após o início da fervura foram cronometradas 2 horas e, após este tempo, a chapa foi desligada e os béqueres deixados em repouso sobre a placa por 12 horas. A Figura 27 mostra uma imagem dos béqueres sobre a chapa de aquecimento.

Figura 27: Amostras sendo aquecidas para o teste de Arquimedes.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

O Método então foi aplicado baseado nas massas sólida, imersa e úmida que combinadas permitiram os cálculos de Densidade e Porosidade Aparente. As equações (1) e (2) foram utilizadas para os cálculos.

Densidade Aparente:

$$\frac{\rho_{cdp}}{\rho_{H2O}} = \frac{M_s}{M_u - M_i} \quad (1)$$

ρ_{cdp} : densidade do corpo de prova

ρ_{H_2O} : densidade da água ($\rho_{H_2O} = 1$)

Ms: massa seca

Mu: massa úmida

Mi: massa imersa

Porosidade Aparente

$$\frac{Pu - Ps}{Pu - Pi} = \frac{Mu - Ms}{Mu - Mi} \quad (2)$$

Ps: peso da amostra seca

Pu: peso da amostra úmida

Pi: peso da amostra imersa

Para o cálculo da massa específica e porosidade aparente, foram determinadas, inicialmente, as massas imersas (Mi), úmidas (Mu) e secas (Ms) das amostras, empregando-se a seguinte metodologia (SANTANA, 2005):

- Massa imersa (Mi): as amostras foram imersas em água destilada e após fervura durante 2 h e tempo de repouso por um período mínimo de 12 h, procedeu-se então, as medições;
- Massa úmida (Mu): obtida imediatamente após a retirada do excesso de água da amostra;
- Massa seca (Ms): após secagem em estufa (110°C) por um período de 2 h, efetuou-se a pesagem das amostras.

A partir dos resultados obtidos e por meio do princípio de Arquimedes (ASTM C20, 2000), foram determinados os seguintes parâmetros: densidade ou massa específica aparente (ρ_A) e porosidade aparente (P_A), segundo as equações (1) e (2).

3.4.5 Análise Microestruturais

Foram realizadas análises microestruturais por microscopia óptica, confocal a laser e eletrônica de varredura. A seguir são descritos os equipamentos e a preparação das amostras para serem observadas.

3.4.5.1 Microscopia Óptica

Foi realizado no laboratório de análise de imagens da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – UNESP. A Figura 28 mostra o microscópio óptico Epiphot utilizado nas análises. As amostras foram observadas antes e após o processo de polimento, sem a utilização de ataques químicos.

Figura 28: Microscópio Óptico utilizado para a análise das amostras.

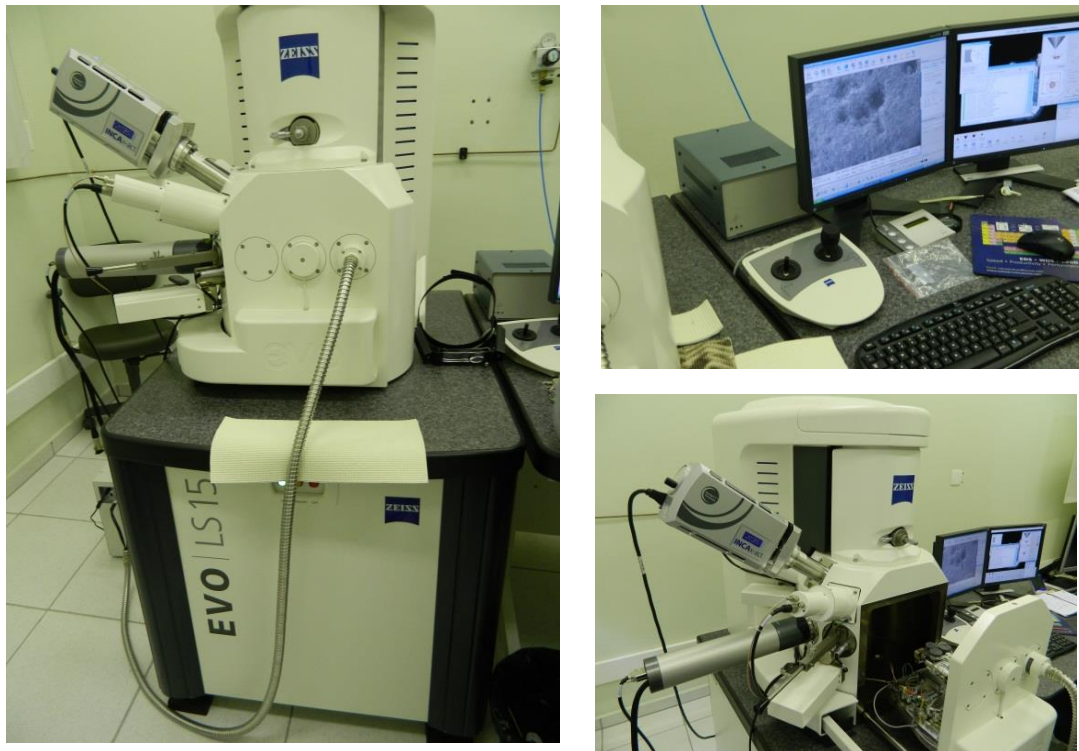


Fonte: Imagem obtida pelos autores.

3.4.5.2 Eletrônica de Varredura

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura também do laboratório de imagens da FEG/UNESP, modelo EVO/LS15 da Zeiss. A Figura 30 (a) mostra o microscópio utilizado e a Figura 30 (b) mostra amostras de SiC sendo introduzidas no equipamento para análise e Figura 29 (c) imagem de amostras sob análise. As imagens foram obtidas pela técnica de elétrons secundários (SE).

Figura 29: mostra: (a) o microscópio eletrônico de varredura utilizado, (b) amostras de SiC sendo introduzidas no equipamento, (c) imagem de uma amostra sob análise.



Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DA VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Foi analisado inicialmente a variação geométrica do lote 2, antes da sinterização, após passar pela compressão uniaxial e isostática, e após a sinterização. A Tabela 4 mostra a média das amostras deste lote, há dois tipos de amostras, chamadas normais, onde o pó com a mistura contendo SiC preencheu toda a espessura do molde e a nomeada como menor espessura, onde pouco mais que a metade do molde foi preenchido com a mistura.

O objetivo desta variação foi para poder avaliar se as amostras com diferentes espessuras apresentariam diferentes densificações com consequentes variações nas propriedades.

Tabela 4: Parâmetros Geométricos das Amostras antes e após Sinterização.

Amostras	Pós Prensagem Isostática		Pós Sinterização	
	Diâmetro (mm)	Espessura (mm)	Diâmetro (mm)	Espessura (mm)
Normais	$38,1 \pm 0,2$	$9,1 \pm 0,1$	$31,7 \pm 0,1$	$7,6 \pm 0,1$
Menor espessura	$37,9 \pm 0,2$	$5,2 \pm 0,1$	$31,5 \pm 0,1$	$4,2 \pm 0,1$

Fonte: Produzida da pelos autores.

Comparando-se estes resultados notamos que a redução no diâmetro e na espessura das amostras é muito próxima, tanto para as amostras apenas prensadas como para as já submetidas à sinterização. O ganho na redução não foi significativo.

4.2 APLICAÇÃO DO TESTE DE ARQUIMEDES

A Tabela 5 mostra os valores médios registrados para as massas imersa, úmida e seca utilizadas no teste de Arquimedes. Para a realização destas medidas foram utilizadas seis amostras com espessura normal e seis amostras com espessura reduzida.

Tabela 5: Massas Imersa, Úmida e Seca medidas para o Método de Arquimedes.

Amostras	M.I. - Massa Imersa (gramas)	M.U. - Massa Úmida (gramas)	M.S. - Massa Seca (gramas)
Pequena espessura	$(5,59 \pm 0,05)$	$(8,48 \pm 0,11)$	$(8,38 \pm 0,08)$
Normais	$(11,20 \pm 0,18)$	$(17,14 \pm 0,14)$	$(16,91 \pm 0,68)$

Fonte: Produzida pelos autores.

Na Tabela 6 são mostrados os valores calculados a partir dos valores das massas observados na tabela 5. Os valores da porosidade são semelhantes ao observado em lotes de amostras analisadas em trabalhos anteriores (TREVISAN, T. A). Nota-se também que há uma aparente redução na porosidade superficial e um pequeno ganho na densidade, quando a espessura da amostra é menor, indicando que a compressão e a densificação pós-sinterização parecem ser, nestas amostras mais eficiente.

Tabela 6: Valores da Densidade e Porosidade Aparentes Calculadas pelo Método de Arquimedes (densidade do pó = 3,21 g/cm³)

Amostras	Porosidade Aparente (%)	Densidade Aparente (%)
Pequena espessura	3,5 ± 0,2	96,5 ± 0,12
Normais	3,9 ± 0,3	96,1 ± 0,14

Fonte: Produzida pelos autores.

4.3 MEDIDAS DE RUGOSIDADE

A Tabela 7 mostra os valores de rugosidade para as amostras do lote 2 (espessura normal e reduzida) de do lote 3, na qual foi aplicada a camada de barbotina sinterizada a LASER. Nota-se que as amostras do lote 2 apenas sinterizados, antes do lixamento e polimento, apresentam uma rugosidade elevada. As amostras do lote 3 mesmo antes do lixamento e polimento apresentam no início uma rugosidade menor, pois estas, antes de receberem a sinterização superficial a LASER foram usinadas e polidas.

Tabela 7: Valores Médios da Rugosidade Ra para Amostras dos Lotes 2 e 3.

Rugosidade Ra (μm)		
Amostras	Antes do Polimento	Após o Polimento
*L2 – pequena espessura	9,21 ± 1,73	1,41 ± 0,89
*L2 – espessura normal	13,22 ± 4,51	1,71 ± 0,75
**L3 – Sinterizada a Laser	2,08 ± 0,41	0,57 ± 0,22

*L2 = Lote 2 **L3 = Lote 3

Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Observando a Tabela 7, nota-se que não há um ganho na redução da rugosidade quando se diminui a espessura da amostra (lote 2), porém ao aplicar a barbotina de SiC com posterior sinterização a LASER, ocorre a formação de uma nova camada na superfície e parte

dos poros abertos para a superfície externa são preenchidos, reduzindo desta forma a porosidade e, por conseguinte, a rugosidade após o polimento.

4.4 REDUÇÃO MÁSSICA

Foram feitas tentativas para se reduzir a massa das amostras do lote 1 prensando-as no mesmo molde com a formação de vazios a partir da acomodação de peças na base do molde antes da prensagem. A seguir observam-se imagens dos testes feitos com diferentes produtos seguidos das conclusões, sendo que no início foi usada uma massa orgânica, mistura de farinha, cola branca e aditivos.

A utilização de massa orgânica mostrou-se pouco eficiente sendo que após a sinterização as amostras não mantiveram a estrutura inicial, laminando e trincando tanto na forma circular como no formato de losango. Após o insucesso da massa orgânica foram utilizadas peças de silicone no formato circular e da mesma forma que nos outros testes foram alocados na base do molde, seguido de preenchimento do mesmo e prensagem. Após a Sinterização as amostras mantiveram de maneira aceitável a estrutura (Figura 30), com apenas alguns pontos lascados pela má distribuição das peças silicone, porém superficialmente a amostra se mostrou de baixa qualidade, como é visível na Figura 31.

Figura 30: Resultado dos testes de redução mássica utilizando Silicone.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Figura 31: Visível qualidade superficial reduzida usando Silicone.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Ainda em busca de algo que preenchesse a base das amostras e fosse eliminado na sinterização, realizaram-se testes utilizando um confeito de forma elíptica, que possui uma estrutura rígida e com curvas que reduzem a adição de tensões na estrutura. Os confeitos foram dispostos de duas maneiras distintas, sendo a primeira raspada em uma de suas extremidades do eixo de sua geometria de revolução, e o outro raspado na face lateral mais extensa. Esse procedimento garantiu uma base plana para apoiar o confeito no molde. Assim sendo o pó foi depositado e os corpos de prova prensados. A seguir, na Figura 32 vemos o resultado obtido.

Figura 32: Resultado dos testes de redução mássica utilizando confeito.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

É possível visualizar que além da melhor distribuição as extremidades dos vazios permaneceram praticamente sem trincas ou lascamentos. Um fato interessante muito importante de citar é que após a prensagem as amostras foram guardadas em plásticos para posterior envio à prensagem isostática. Após algumas horas a serem abertos novamente as amostras deram sinal de completa sublimação dos confeitos, portanto os vazios estavam intactos e sem a presença do material orgânico.

Em relação à superfície tem-se uma qualidade superficial muito além da obtida com o uso do silicone. Os vazios também são muito mais significativos em tamanho quando comparados aos demais, o que leva a elegê-lo como a melhor opção. Além de redução direta de massa uma das vantagens desse método é evitar a usinagem da peça a esse nível de profundidade o que levaria a desgastes excessivos de ferramentas. No futuro devem ser realizados testes de modificação da geometria dos vazios ampliando a redução mássica e permitindo uma usinagem apenas de acabamento na parte inferior das peças.

Foi realizado também testes de conformação de amostras pelo método de consolidação que consiste no preparo de uma suspensão e posterior depósito da mesma em um recipiente para solidificação em temperatura ambiente. Os resultados não foram satisfatórios uma vez que formaram bolhas nas laterais das amostras, assim como trincas nas laterais e parte superior.

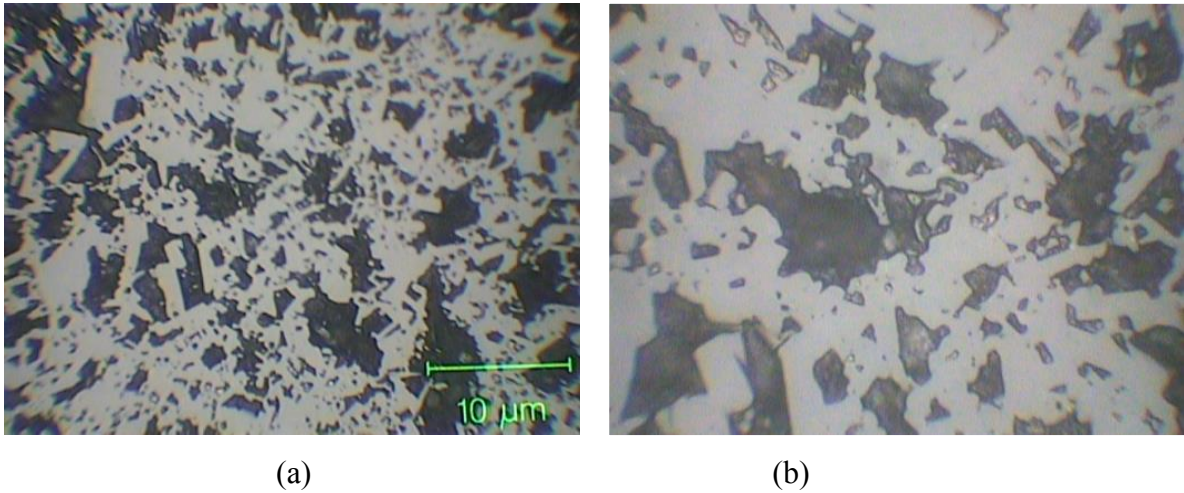
4.5 ANÁLISES MICROSCÓPICAS

Neste tópico algumas imagens podem contribuir para a compreensão das microestruturas formadas e dos fenômenos de superfície observados.

4.5.1 Microscopia Óptica

A análise das imagens por microscopia óptica tem dificuldade de foco quando as amostras não se encontram planas e polidas, portanto as amostras apenas sinterizadas não apresentam boa resolução. A Figura 33 (a) e (b) mostram a superfície de amostras de SiC após o polimento, esta característica é semelhante para todos os lotes, após o polimento, há a presença de porosidades notórias na superfície das amostras.

Figura 33: Microscopia Óptica: mostrando a presença de poros na superfície das amostras.

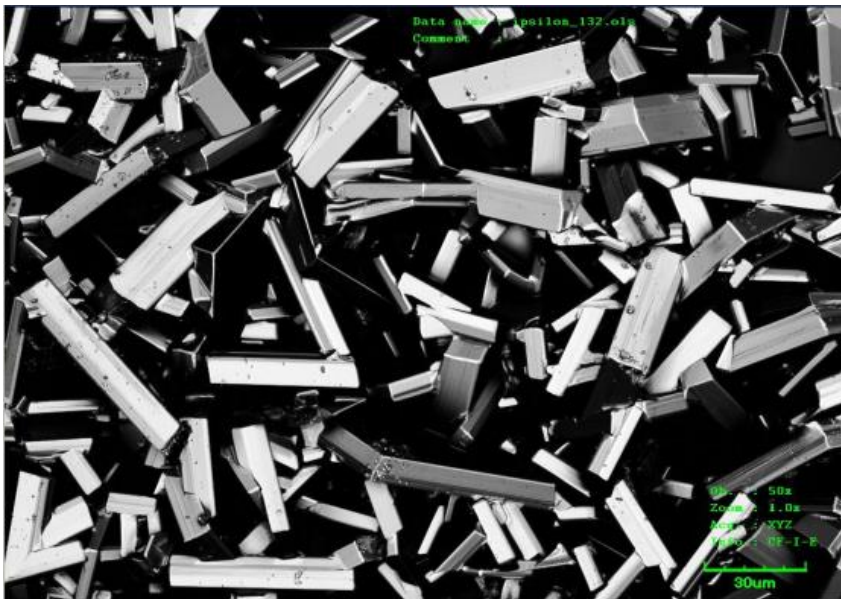


Fonte: Imagem obtida pelos autores.

4.5.2 Microscopia Confocal a LASER

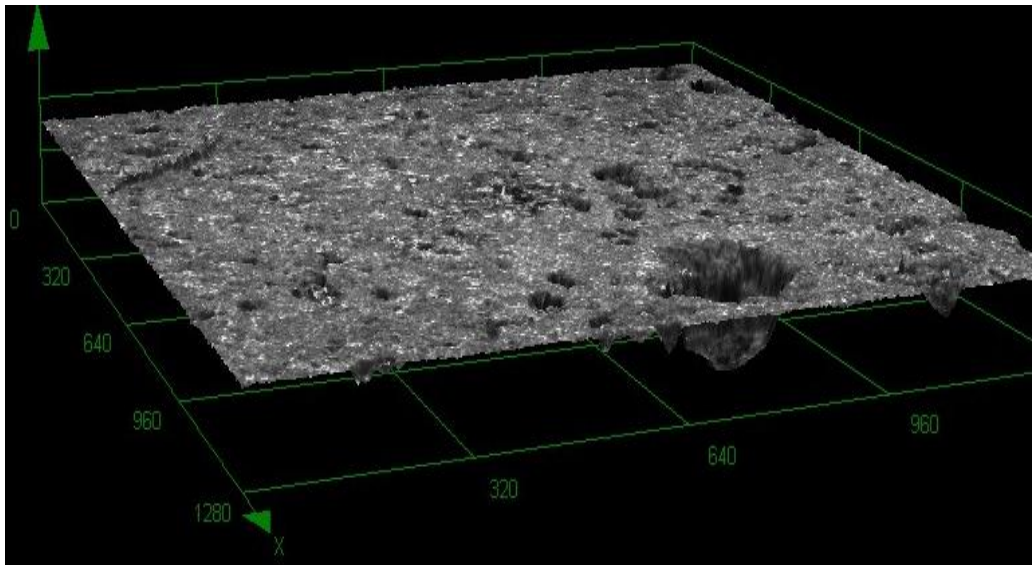
Por meio da microscopia confocal a LASER, feita no IEAv, pode-se analisar melhor a superfície apenas sinterizada e detalhes dos poros. A Figura 34 mostra detalhes de partículas de SiC sobre a superfície apenas sinterizada e na Figura 35 observa-se detalhes de um poro em uma superfície polida.

Figura 34: Microscopia Confocal mostrando a superfície da amostra logo após a sinterização.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

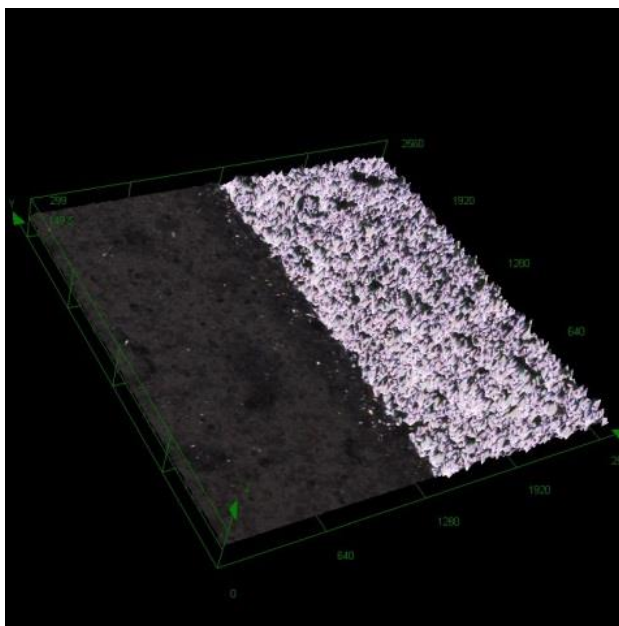
Figura 35: Microscopia Confocal detalhando um poro com visão tridimensional na amostra polida.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

Por este tipo de microscopia pode-se também examinar a camada de barbotina sinterizada a LASER na camada da amostra (lote 3), conforme mostrado na Figura 36, nota-se uma nítida separação entre a região que não recebeu a camada e a tratada a LASER.

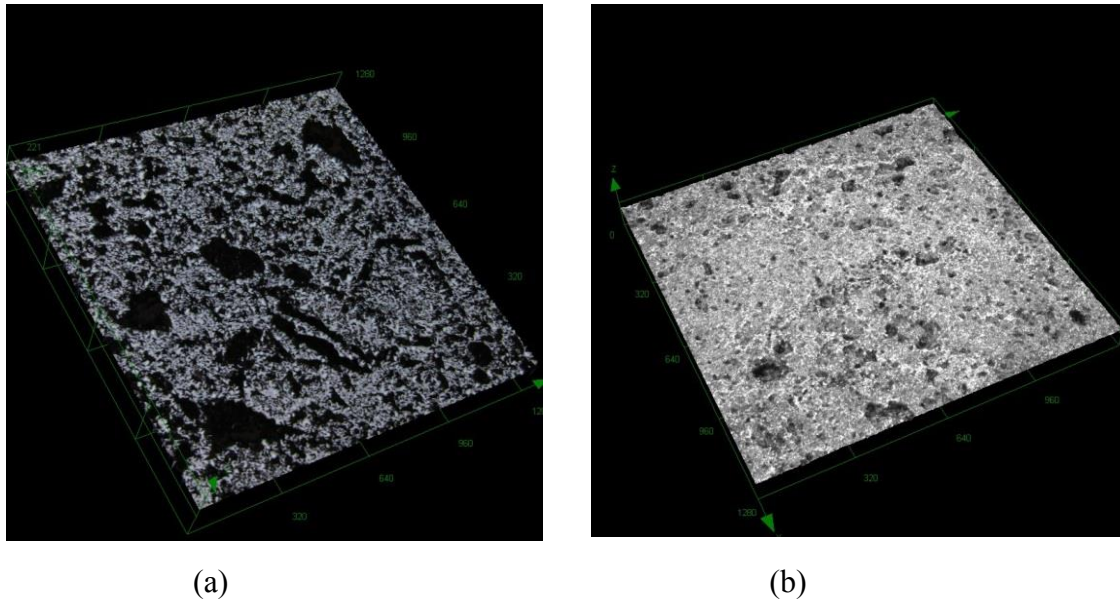
Figura 36: Microscopia Confocal mostrando a separação entre uma região que recebeu a aplicação de barbotina e sinterização a LASER (clara) e o substrato sem a camada.



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

As imagens da Figura 37 (a) mostram uma superfície que não recebeu a aplicação de barbotina e LASER e em (b) uma superfície que recebeu esta aplicação. Observa-se que partes dos poros são preenchidas pela camada sinterizada.

Figura 37: Confocal a LASER, mostrando (a) superfície da amostra de SiC antes da aplicação da camada de barbotina + LASER e, (b) após a aplicação de barbotina + LASER (aumento de 100X).

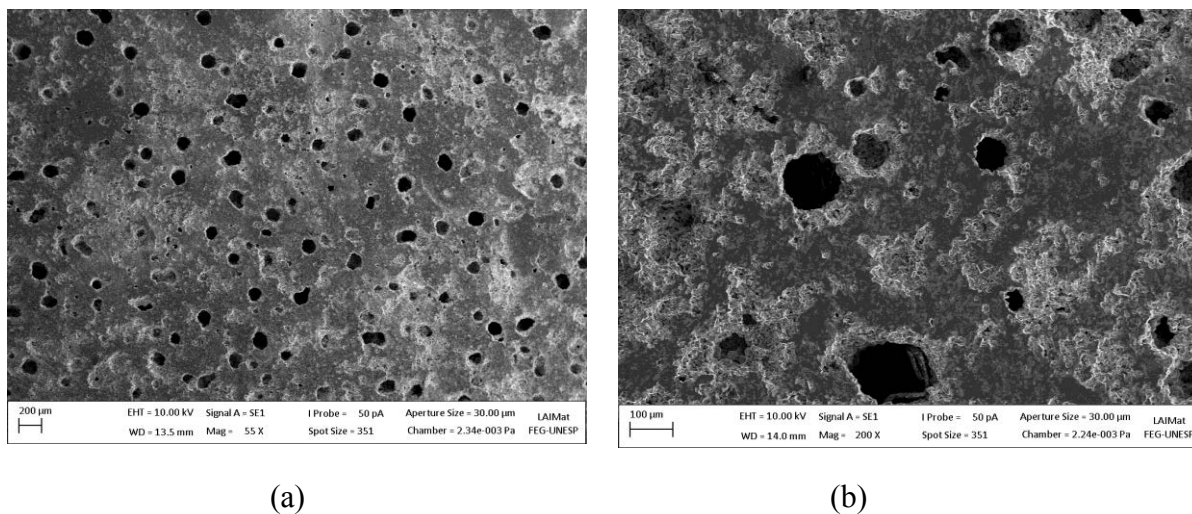


Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

4.5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura permite a visualização com clareza da presença de poros na superfície das amostras e de outros detalhes microestruturais. As imagens da Figura 38 (a) e (b) permitem visualizar a característica geral da superfície das amostras do lote 4, nota-se a presença de grande número de poros de diferentes tamanhos, que chegam a medir cerca de $100\mu\text{m}$. As imagens são obtidas por elétrons secundários (SE).

Figura 38: MEV, (a) aspecto geral da superfície das amostras do lote 4 e em (b) detalhes ampliados da superfície.



Fonte: Imagens obtidas pelos autores.

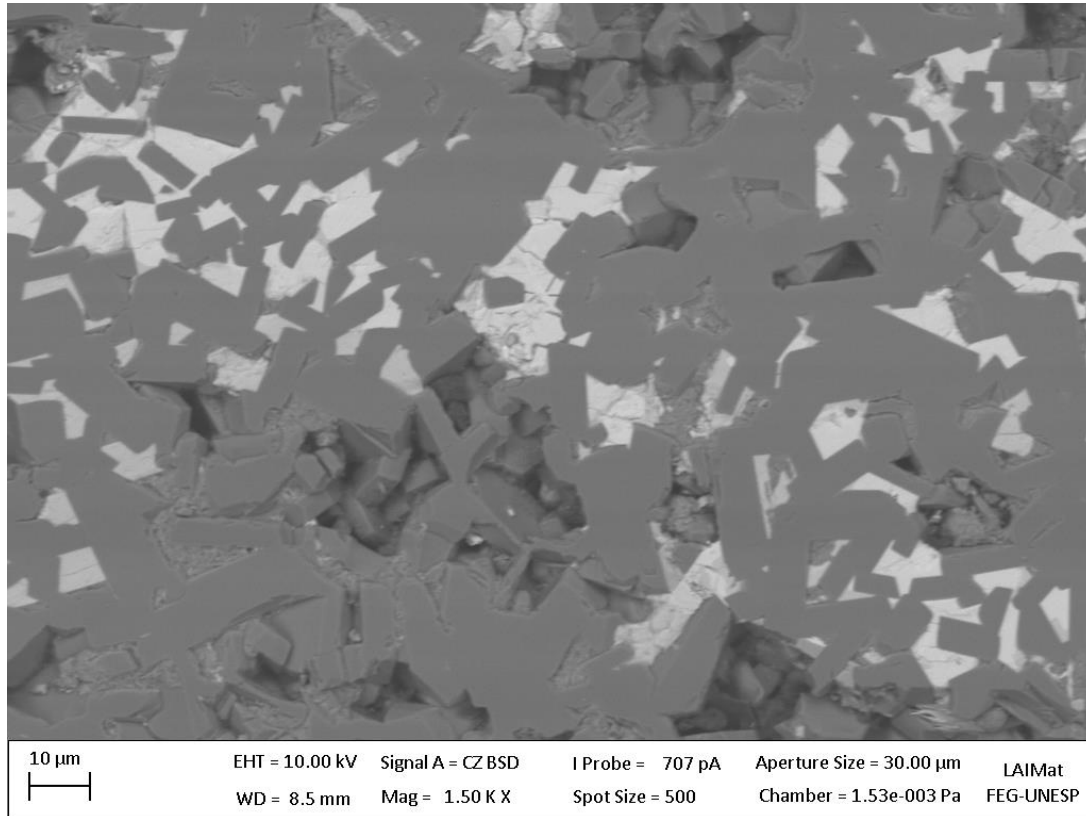
A Figura 39, com ampliação maior, mostra que há regiões de grande densificação e ocorre o aparecimento de outra fase (branca), mais rica em alumínio (0,2%) e com a presença de ítrio (0,21%), conforme identificado pelo EDS.

O EDS (energy dispersive x-ray detector, EDX ou EDS) é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. Quando o feixe de elétrons incide sobre um mineral, os elétrons mais externos dos átomos e os íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para sua posição inicial, liberam a energia adquirida a qual é emitida em comprimento de onda no espectro de raios-x. Um detector instalado na câmara de vácuo do MEV mede a energia associada a esse elétron. Como os elétrons de um determinado átomo possuem energias distintas, é possível, no ponto de incidência do feixe, determinar quais os elementos químicos estão presentes naquele local.

Conclui-se que nestas regiões ocorreu a formação de fase líquida (devido ao YAG) reduzindo a presença de poros.

Um dos problemas observados nas amostras foi a dificuldade de eliminar os poros devido ao processo de fabricação, a utilização da barbotina e sinterização a LASER podem contribuir para minimizar o problema e melhorar a rugosidade.

Figura 39: MEV, formação de uma segunda fase (clara), formando boa ligação entre os grãos de SiC



Fonte: Imagem obtida pelos autores.

5 CONCLUSÕES

Foi realizada com sucesso a produção de quatro diferentes lotes de Carbetto de Silício a partir do pó deste material.

Não são observadas alterações substanciais nas amostras produzidas por mistura em moinho de bolas tradicional (Lote 2) ou nas amostras produzidas por moinho de bolas de alta energia (Lotes 1, 3 e 4).

A variação na espessura das amostras também mostrou pouca diferença na densificação ou redução de porosidade entre as amostras mais ou menos espessas (Lote 2).

A redução mássica proposta para o Lote 1, foi alcançado com sucesso ao se utilizar, no molde, materiais orgânicos como confeitos e silicone. A amostra manteve as suas características estruturais e de resistência.

A aplicação da camada de barbotina de SiC sobre a superfície do Lote 3, com posterior sinterização a LASER mostrou-se eficiente para reduzir a porosidade. Estas amostras, após o polimento alcançaram os menores valores de rugosidade deste trabalho, o valor de Ra obtido foi em torno de 0,57 μm .

REFERÊNCIAS

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

ALVES, L. J. F. *Matérias de Construção Mecânica – 4. Processamento de Materiais Cerâmicos* – Universidade do Porto

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

BARSOUM, M. W. Thermal properties. In: _____. **Fundamentals of ceramics**. London: IoP Publishing, 2003a. p. 442–464 (Serie in materials science and engineering).

BONDIOLI, M. J.; SANTOS, C.; STRECKER, K. Estudo da oxidação de cerâmicas à base de carbetto de silício sinterizado via fase líquida utilizando nitreto de alumínio e óxido de ítrio como aditivos. *Cerâmica*, v.54, n.330, p.198-202,2008.

CALLISTER, W. D. Estruturas e propriedades das cerâmicas. In: _____. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. São Paulo: LTC, 2002a, p. 265-287.

CARBORUNDUM.COM

Dados acessados em: 03 de outubro de 2011.

CHEMICAL HERITAGE FOUNDATION, 2005. **Chemical archievers. The human face of the chemical sciences – Acheson**.

Disponível

em:

<<http://www.chemheritage.org/classroom/chemach/electrochem/acheson.html>>.

Acesso em: 13 agosto 2013.

DUTRA, R. S.; PONTES, L. R. de A. Obtenção de cerâmicas porosas com a incorporação de produtos orgânicos. **Cerâmica**, São Paulo, v. 48, n. 308, p. 223-230, out./nov./ dez. 2002.

FERREIRA, O. P. et al. Ecomateriais: Desenvolvimento e aplicação de materiais porosos funcionais para proteção ambiental. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 2, p. 464-467, mar./abr. 2007.

GODOY, A. L. E.; BRESSIANI, J.C.; BRESSIANI, A. H. A. Cerâmicas à base de SiC: Al₂O₃: Y₂O₃ com adição de polímeros precursores. **Cerâmica**, São Paulo, v. 54, n. 329, p. 110-119, Jan./Mar. 2008.

<http://dinamicaglobal.wordpress.com/2013/03/25/estados-unidos-apostam-em-armas-laser/>
Acesso em 26 setembro 2013.

<http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22&top=141>.
Acesso em 03 setembro 2013.

<http://maharashtra.all.biz/spray-dryer-g42510>
Acesso em 05 outubro 2013.

http://pt.m.wikipedia.org/wiki/Ficheiro:Logo_IEAv.png
Acesso em 16 agosto 2013.

HWANG, M. K. **Desenvolvimento, caracterização microestrutural e mecânica de cerâmicas de SiC aditivadas com alumina e óxidos de terras raras** 2006. Cap. 2, f38. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) INPE, São José dos Campos.

ISHIZAKI, K.; KOMARNENI, S.; NANKO, M. Introduction. In: _____. **Porous materials: process technology and applications**. Great Britain: Kluwer Academic Publishers, 1998a. cap. 1, p. 1-5.

IZHEVSKYI, V. A.; GENOVA, L. A.; BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI A. H. A. Review article: Silicon carbide. Structure, properties and processing. **Cerâmica**, v. 46, n. 297, p. 1-29, 2000.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Grain growth, sintering and vitrification. In: _____. **Introduction to Ceramics**. 2nd. ed. New York: John Wiley & Sons, 1976a. p. 448-507.

LYCKFELDT, O.; FERREIRA, J. M. Processing of porous ceramics by “Starch Consolidation”. **Journal of European Ceramic Society**. v. 18, p. 131-140, 1998.

MARINS, E. M. **Otimização e caracterização microestrutural de cerâmicas de carvão de silício obtidas com material nacional para o uso de blindagem balística**. 2008. 102f. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2008.

MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K. Princípios de metalurgia mecânica. São Paulo: Edgard Blücher, 1982. cap.14, p. 406-420.

MOREIRA, S. P. **Estudo da sinterização de cerâmica à base de carbetto de silício comercial**. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, 2004.

MULLA, M. A.; KRISTIC, V. D. Pressureless sintering of SiC with Al₂O₃ additions. **Journal of Materials Science**. v.29, p. 934-938, 1994.

ORTEGA, F. S. et al. Alternative gelling agents for the gelcasting of ceramic foams. **Journal of the European Ceramic Society**. v. 23, 2003a, p. 75-80.

PADILHA, A. F. Os metais de engenharia. In: _____. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997a. p. 16.

PEREZ, E. A. C., 2004, **Influência da Microestrutura no Comportamento em Fluência da Liga Ti-6Al-4V**, Dissertação de Mestrado, FAENQUIL-DEMAR, pp. 14,59.

PROCHAZKA, S. Pore-free silicon carbide ceramics. In: Wachtman, J.B. **Ceramic Innovations in the 20th century**. Westerville, OH: The American Ceramic Society, 1999. p. 66-67.

RAHAMAN, M. N. Liquid-phase sintering. In: _____. **Ceramic processing and sintering**. 2nd. USA: CRC Press, 2003a. cap. 10, p. 620-687.

RIBEIRO, S.; KELLY, C. A.; STRECKER, K. Sinterização de carbetto de silício via fase líquida: efeito da temperatura na microestrutura. In: 45º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA. v. 1, 2001, Florianópolis. **Anais...** Florianópolis: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA, ABCeram, 2001, 801-812.

RICHERSON, D. W. Shape-forming processes. In: _____. **Modern ceramic engineering: properties, processing and use in design**. 3 rd. New York: Taylor & Francis, 2006a. p. 371-476.

RILEY, W. C.; RICHARDSON, J. H. The relationship of physical properties, microstructure and fabrication. In: _____. **Modern ceramics: some principles and concepts**. California: John Wiley & Sons, 1965. cap. 7, p. 177-186.

SANTANA, J. G. A. et al. Featuring of TiO₂ ceramic formed by commercial protein in different gelling conditions In: ENCONTRO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE PESQUISA DE MATERIAIS, 3. BRAZILIAN MRS MEETING, 2004, Foz do Iguaçu. **Anais...** Foz do Iguaçu: SBPMat, 2004. p. 360-360.

SHAFFER, P. T. B. Engineering properties of carbides. In: ____: **Engineered materials handbook, ceramics and glasses**. ASM International – The materials information society. USA: Samuel J. Schneider, 1991. v.4, p. 804-808.

SILVA, C. E. R. da.. **Processamento de carbetos de silício ligado por reação**. 2008. 121f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ, Rio de Janeiro, 2008a.

SILVA, A. G. P. da. **Apostilha sobre sinterização**, 30p, 2008b.
Disponível em: <<http://e-agps.info/angelus/doindice/sinterizacao/sinterizacao.pdf>>.
Acesso em: 10 outubro 2013.

STUDART, A. R. et al. Processing routes to macropores ceramics: a review. **Journal of American Ceramic Society**. v. 89, p. 1771-1789, Jun. 2006.

TREIBACHER SCHLEIFMITTEL BRASIL. **Carbetos de silício**. 2004.
Disponível em: <http://www.abceram.org.br/asp/abc_54f.htm>.
Acesso em: 6 setembro 2013.

TREVISAN, T. A 62 GODOY, A.L. E. **Estudos da influência da adição de polímeros precursores cerâmicos na sinterização de SiC e Al₂O₃**. São Paulo (SP). 138p. Tese (Doutorado em Ciências) – IPEN/USP, 2005.

TREVISAN, T. A 63 GODOY, A.L. E. **Estudos da influência da adição de polímeros precursores cerâmicos na sinterização de SiC e Al₂O₃**. São Paulo (SP). 138p. Tese (Doutorado em Ciências) – IPEN/USP, 2005.

TREVISAN, T. A 64 GODOY, A.L. E. **Estudos da influência da adição de polímeros precursores cerâmicos na sinterização de SiC e Al₂O₃**. São Paulo (SP). 138p. Tese (Doutorado em Ciências) – IPEN/USP, 2005.

TREVISAN, T. A 65 GODOY, A.L. E. **Estudos da influência da adição de polímeros precursores cerâmicos na sinterização de SiC e Al₂O₃**. São Paulo (SP). 138p. Tese (Doutorado em Ciências) – IPEN/USP, 2005.

VAN VLACK, L. H. Produtos cerâmicos: conformação. In: _____. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. São Paulo: Edgard Blucher, 1973a. p. 211-241.

VOLZ, E.; ROOSEN, A.; HARTUNG, W. e WINNACKER, A. electrical and termal conductivity of liquid phase sintered SiC. **Journal of the European Ceramic Society**. v. 21, n. 10, p. 2089-2093, 2001.

YAMADA, K; MOHRI, M. **Properties and applications of Silicon Carbide ceramic**. In: SÔMIA, S.; INOMATA, Y. (ED) *Silicon Carbide Ceramic*: Fundamental and Solid Reaction. London: Elsiever Science Publishers, 1991. p. 13-44.

ZANOTTO, D. E. & MIGLIORE, Jr. R. A. Propriedades Mecânicas de materiais cerâmicos: Uma Introdução - Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Federal de São Carlos.