

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

HELEN ARANTES CARLOS

INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE MOAGEM DO CARBETO DE SILÍCIO NA
TENACIFICAÇÃO DE MATERIAIS CERÂMICOS A BASE DE ARGILA

BELO HORIZONTE

2016

HELEN ARANTES CARLOS

INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE MOAGEM DO CARBETO DE SILÍCIO NA
TENACIFICAÇÃO DE MATERIAIS CERÂMICOS A BASE DE ARGILA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Paulo Renato Perdigão de Paiva

BELO HORIZONTE

2016

HELEN ARANTES CARLOS

INFLUÊNCIA DO PROCESSO DE MOAGEM DO CARBETO DE SILÍCIO NA
TENACIFICAÇÃO DE MATERIAIS CERÂMICOS A BASE DE ARGILA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador. Paulo Renato Perdigão de Paiva

Prof. Marcello Rosa Dumont

Prof^ª. Luciana Boaventura Palhares

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, aos meus pais por todo apoio e confiança, ao meu pai que é meu anjinho da guarda que sempre me protege, guia meus caminhos e intercede a Deus por mim; e a minha mãe que é uma guerreira e meu exemplo de vida. Sempre busco dar muito orgulho a vocês.

A minhas amigas que sempre me apoiaram nessa trajetória longe de casa, acreditando no melhor de mim, muitas vezes mais que eu mesma.

Agradeço ao Prof. Paulo, pela recepção de braços abertos, dedicação e pelo conhecimento disponibilizado.

Agradeço a todos os colaboradores da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos que foram fundamentais na disponibilização da matéria prima e auxílio nas análises e apoio incessante no dia-a-dia. Em especial a minha equipe: Daniel Moreira, Cláudio Gomes, Telmo Sumak e Daniel Vale pelos conselhos, conhecimento e paciência de sempre.

RESUMO

Este trabalho teve como finalidade investigar a influência do processo de moagem do carbetto de silício, utilizando moinho a ar comprimido e moinho de bolas, na tenacificação de materiais cerâmicos a base de argila. As amostras de carbetto de silício utilizadas são oriundas de dois processos de moagem diferentes: moinho a ar comprimido e moinho a bola. Foram utilizadas diferentes proporções de carbetto de silício para compor a estrutura dos corpos de prova cerâmicos e buscou-se analisar qual a porcentagem de carbetto de silício, dentre as utilizadas, maximiza as suas propriedades. Todas as amostras de SiC passaram por análise granulométrica, química, física e morfológica antes de serem misturadas a argila para composição e confecção dos corpos de prova. Os resultados mostraram que as amostras possuem granulometria semelhante, porém, apresentaram composição química e propriedades físicas bem diferentes. Os experimentos comprovam que a proporção de carbetto de silício que atinge um melhor desempenho é 25% de SiC, isso se aplica para as amostras advindas de ambos os processos de moagem utilizados. Entretanto, as melhores propriedades foram observadas nos corpos de prova com SiC oriundo do moinho a ar comprimido, provavelmente, devido ao menor teor de impureza gerada durante o processo e a morfologia com aspecto mais regular e arredondada das partículas.

Palavras-chave: Carbetto de Silício; Moagem; Cerâmicas.

ABSTRACT

The objective of this work was to investigate the influence of the silicon carbide milling process, using compressed air mill and ball mill, in the tenacification of ceramic materials based on clay. The silicon carbide samples used come from two different milling processes: compressed air mill and ball mill. Different proportions of silicon carbide were used to compose the structure of the ceramic test specimens and it was sought to analyze which percentage of silicon carbide maximizes its properties. All SiC samples were analyzed, before mixing the clay for composition and preparation of the specimens, by granulometric, chemical, physical and morphological. The results showed that the samples had similar granulometry, but showed very different chemical composition and physical properties. The experiments prove that the proportion of silicon carbide that achieves a better performance is 25% SiC, this applies to the samples coming from both milling processes used. However, the best properties were observed in the SiC test specimens from the compressed air mill, probably due to the lower impurity content generated during the process and the more regular / rounded morphology of the particles.

Keywords: Silicon carbide; Milling; Ceramics.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Empilhamento de cristais de SiC
- Figura 2 – Fluxograma geral de um processo de moagem
- Figura 3 – Moinho a ar comprimido
- Figura 4 – Moinho a bola cilíndrico
- Figura 5 – Interior do moinho a bola
- Figura 6 – Estágios da sinterização
- Figura 7 – Fluxograma geral da metodologia
- Figura 8 – Moinho a ar comprimido utilizado no projeto
- Figura 9 – Moinho a bola utilizado no projeto
- Figura 10 – ROTAP RX29
- Figura 11 – Equipamento de análise granulométrica a laser
- Figura 12 – Equipamentos usados para calcular densidade
- Figura 13 – Equipamento usado para calcular a presença de material ferromagnético
- Figura 14 – Máquina de recobrimento QuickCoater
- Figura 15 – Equipamento Shimadzu SSX-550
- Figura 16 – Equipamento de DRX
- Figura 17 – Micrografias obtidas no MEV da amostra de argila com diferentes ampliações
- Figura 18 – Micrografias obtidas no MEV das amostras do (a) MAC e (b) MAB
- Figura 19 – Figura - Micrografias obtidas no MEV das amostras de (a) MAC e (b) MAB
- Figura 20 – Resultado do difratômetro de raios X para a amostra de argila.

Figura 21 – Resultado do difratômetro de raios X para a amostra de SiC do moinho a ar comprimido

Figura 22 – Resultado do difratômetro de raios X para a amostra de SiC do moinho a bola

Figura 23 – Amostras de SiC após o teste de queima

Figura 24 – Placas após a raspagem do material, após o teste de queima

Figura 25 – Corpos de prova elaborados com SiC do MAC e MAB, e argila pura

Figura 26 – Retração dos corpos de prova

Figura 27 – Valores de resistência a flexão relacionados as diferentes porcentagens de SiC dos dois processos de moagem

LISTA DE TABELAS

Tabela 1– Politipos comuns do carbetto de silício

Tabela 2– Conjunto de peneiras usado para análise das amostras de SiC e argila

Tabela 3 – Métodos de análise química utilizados

Tabela 4 – Resultado da distribuição granulométrica utilizando a ROTAP

Tabela 5 – Resultado da distribuição granulométrica utilizando o Malvern

Tabela 6 – Resultado da análise química do SiC

Tabela 7 – Resultado da análise química da argila

Tabela 8 – Resultado da análise das propriedades físicas do SiC e da argila

Tabela 9 – Detalhamento da denominação feita para as amostras

Tabela 10 – Valores de resistência a flexão obtidos em MPa

Tabela 11 – Ensaio de absorção de água realizado nos corpos de prova

Sumário

1. INTRODUÇÃO.....	11
2. OBJETIVOS.....	112
2.1 Objetivo Geral	12
2.2 Objetivos Específicos	12
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	13
3.1 Materiais cerâmicos.....	13
3.2 Carbetos de Silício	13
3.3 Processo de moagem	18
3.3.1 Moinho a ar comprimido	20
3.3.2 Moinho a bola.....	21
3.4 Tenacificação com carbetos de silício	22
3.5 Sinterização	24
4. METODOLOGIA.....	266
4.1 Estruturação.....	26
4.2 Procedimentos	27
4.2.1 Moagem do carbetos de silício.....	28
4.2.2 Caracterização do carbetos de silício e da argila	29
4.2.3 Confecção e sinterização dos corpos de prova	34
4.2.4 Caracterização dos corpos de prova	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	38

5.1 Caracterização do carbetto de silicio	38
5.1.1 Análise granulometrica.....	38
5.1.2 Análise química	39
5.1.3 Propriedades físicas	40
5.2 Confeção e sinterização dos corpos de prova	45
5.3 Ensaio mecânicos	47
5.3.1 Retração da queima	47
5.3.2 Teste de flexão.....	47
5.3.3 Teste de absorção de água	49
6. CONCLUSÕES	51
7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	52
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53

1. INTRODUÇÃO

A engenharia de materiais busca o desenvolvimento de novas tecnologias e novos materiais para as mais diversas aplicações. Dentre os materiais podem-se destacar as cerâmicas que se adaptam a diferentes aplicações. (CALLISTER, 2006)

A busca por materiais cerâmicos que apresentem alta tenacidade à fratura aliada a alta dureza é objeto de muitos estudos. Novos materiais estão sendo avaliados, visando oferecer uma alternativa aos materiais já utilizados pelas indústrias e que além de apresentarem melhor conjunto de propriedades tenham menor custo e maior vida útil (SWAN, 1996).

Matrizes cerâmicas tenacificadas tem se mostrado como uma boa opção no que se refere ao aumento da resistência. Essas matrizes tenacificadas formam compósitos cerâmicos que se destacam pelas suas aplicações em indústrias (CLEGG et al., 1990). Essas aplicações, principalmente, cerâmicas contendo nitretos e carbetos, destaca-se a de ferramentas de corte, cujas propriedades singulares do material são dominadas pelo componente majoritário, mas sofrem alterações, por exemplo, na presença de fases secundárias nos contornos de grãos e devido a variações microestruturais (CLEGG et al., 1990).

O mercado de materiais cerâmicos é um dos maiores consumidores de carbetos de silício e atualmente sua aplicação está alinhada ao desenvolvimento das propriedades mecânicas desses materiais. Além disso, o carbetos de silício tem mostrado grandes vantagens para a utilização onde é necessária resistência mecânica, dureza e resistência à alta temperatura (ORLOVSKAYA et al., 2005).

Diferentes processos de moagem são amplamente difundidos em indústrias que beneficiam o carbetos de silício, isso se deve ao fato deles fornecerem propriedades distintas a esse grão. Quando alia-se essa informação ao mercado, cada tipo de mercado possui uma requisição diferente que melhor atende a sua aplicação, por esse motivo estudar como cada processo influencia na propriedade final dos materiais cerâmicos é de extrema importância na busca de atender a esse mercado tão diversificado.

Dentro deste contexto este trabalho teve como finalidade investigar a influência do processo de moagem do carbetos de silício na tenacificação de materiais cerâmicos a base de argila. Para isso buscou-se analisar amostras de carbetos de silício oriundas de dois processos de moagem diferentes, moinho a ar comprimido e moinho a bola.

2- OBJETIVOS

2.1- Objetivo Geral

Investigar a influência do processo de moagem do carbeto de silício, utilizando moinho a ar comprimido e moinho de bolas, na tenacificação de materiais cerâmicos a base de argila.

2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar as amostras de carbeto de silício provenientes dos diferentes processos de moagem;
- Avaliar como porcentagens distintas desse grão afetam as propriedades mecânicas de um corpo cerâmico;
- Verificar qual a porcentagem de carbeto de silício e qual processo de moagem maximiza as propriedades estruturais desses corpos cerâmicos a base de argila.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Materiais cerâmicos

Temos de forma simplificada um agrupamento para as categorias dos materiais existentes atualmente, que são nominadas por metais, cerâmicas e polímeros, onde também pode-se colocar mais dois grupos importantes que são os compósitos, definidos pela combinação de dois ou mais diferentes materiais, e os semicondutores que são utilizados devido as suas características elétricas não usuais (CALLISTER, 2006).

Cerâmicos são materiais inorgânicos e não-metálicos que consistem em compostos que são formados entre elementos metálicos e não-metálicos, para os quais as ligações interatômicas ou são totalmente iônicas ou são predominantemente iônicas com alguma natureza covalente (KINGERY, 1976).

O termo cerâmica vem da palavra grega “*keramos*”, que significa matéria prima queimada, indicando que as propriedades desejáveis desses materiais são normalmente atingidas através de um processo de tratamento térmico a alta temperatura conhecido por ignição. Um fator importante ao se estudar materiais cerâmicos é analisar seu processamento e desempenho, pois a estrutura de um material depende de como ele é processado, e outrora o desempenho depende das propriedades do material (BARSOUM,1997)

3.2 Carbetos de Silício

Segundo YAKADA 1991, o carbetos de silício (SiC) é uma cerâmica inorgânica formada a partir da ligação de um átomo de silício e um átomo de carbono (12% de caráter iônico). Possui coordenação tetraédrica (cada átomo de silício estará ligado a quatro átomos de carbono, assim como cada átomo de carbono estará ligado a quatro átomos de silício), e massa específica de $3,20 \text{ g/cm}^{-3}$.

O SiC é o terceiro material mais duro presente na natureza, ficando atrás somente do diamante e o carbetos de boro. Na escala Mohs possui um valor aproximado de 9,25 de dureza, numa escala que varia de 1 a 10, sendo 1 o valor associado ao talco e 10 o valor do diamante. É classificado como uma das cerâmicas com maior resistência mecânica a flexão (100-820 MPa), com baixo coeficiente de expansão térmica ($4,1-4,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) e elevado módulo elástico (207-483 GPa). Estas propriedades são decorrentes, principalmente, do reduzido tamanho dos átomos, da força de ligação entre eles e do alto empacotamento da célula

unitária. Dessa forma, sua estrutura cristalina apresenta alta densidade, e a energia necessária para romper as ligações atômicas são muito elevadas, ocasionando desgaste ou ruptura (PIERSON, 1996).

Ele existe na natureza como um mineral chamado moissanita, mineral transparente, porém o carbetto de silício deve ser fabricado industrialmente, pois basicamente não há reservas naturais desse minério. É um mineral extremamente raro, descoberto em 1905 por Henri Moissan em um meteoro no Arizona, EUA (KNIPPENBERG, 1963).

O carbetto de silício (SiC) é um material cerâmico amplamente utilizado nas indústrias de refratários, de fundição e de abrasivos, em diversas aplicações, devido às suas propriedades mecânicas, elétricas e químicas exclusivas, como resistência à corrosão, dureza e resistência química a muitos materiais. Devido ao caráter pouco iônico da sua ligação Si – C e da alta densidade de empacotamento da célula unitária, as vibrações mecânicas em seu retículo cristalino (decorrentes da temperatura) têm facilidade de se tornarem harmônicas, propagando calor facilmente através do retículo. Essa propriedade é ainda potencializada pela reduzida capacidade do SiC em formar soluções sólidas (átomos de impurezas no retículo atuam como espalhadores de calor). Assim, o SiC é caracterizado como um material de alta condutividade térmica (80-300 W/m-K) (STARKE, 2013).

O carbetto de silício por possuir elevada resistência mecânica a flexão, relativa tenacidade à fratura (dentre os principais materiais cerâmicos fica atrás apenas da zircônia e do diamante) apresenta elevada resistência ao desgaste em comparação com outras cerâmicas. Já em aplicações onde a resistência ao choque térmico é um requisito importante, a utilização de materiais baseados em SiC tem constante atuação. Esta propriedade demonstra a capacidade do material em suportar variações bruscas de temperatura sem alterações consideráveis em suas propriedades mecânicas (HARRIS, 1995).

Dependendo das características do material sujeito ao choque térmico, um gradiente de temperaturas entre a superfície e o interior do corpo poderá surgir, gerando expansões ou retrações diferenciadas e conseqüentemente tensões termomecânicas. Essas tensões poderão gerar microtrincamentos e falhas prematuras do material. Deste modo, uma forma de se prevenir o microtrincamento é evitar grandes diferenças de temperaturas entre a superfície e o centro do material. O carbetto de silício, por possuir alta condutividade térmica (σ) não permite a formação de gradientes de temperatura elevados em seu interior, pois o calor é transportado rapidamente da região quente para a fria, homogeneizando a temperatura no corpo. Além disso, como o SiC possui baixo coeficiente de expansão térmica (α), mudanças

bruscas de temperaturas implicarão em pequenas variações dimensionais e conseqüentemente reduzidas tensões mecânicas(HARRIS, 1995).

Outra propriedade importante do SiC é a sua estabilidade química. O SiC não se funde, dissocia-se em carbono e vapor de silício em uma faixa de temperatura entre 2300 °C a 2800 °C, dependente de variáveis como pressão, atmosfera e pureza das matérias primas utilizadas. Devido ao caráter covalente da ligação Si–C, que pode formar cadeias longas, aliada a estabilidade estrutural de sua célula unitária, a energia necessária para separar as moléculas de SiC, desorganizando a estrutura cristalina é mais alta, que a energia necessária para rompimento da ligação Si–C. Assim, o material degrada-se antes de fundir, e conseqüentemente não apresenta ponto de fusão, mas uma faixa de temperatura de degradação (HARRIS, 1995).

O SiC inicia seu processo de oxidação em temperaturas relativamente baixas, próximas a 850 °C, caso seja exposto à atmosfera altamente oxidantes e na presença de umidade. A maior taxa de oxidação ocorre entre 850 °C e 1100 °C. Segundo Galesi et al. os principais mecanismos de oxidação são conhecidos como oxidação passiva e oxidação ativa. Em atmosferas onde a pressão parcial de oxigênio é relativamente alta, um filme de SiO₂ será formado na superfície do SiC . Este mecanismo é denominado oxidação passiva e a taxa da reação é dependente da difusão do oxigênio através do filme de sílica formado (BANERJEE, 2004).

Em atmosferas pobres de oxigênio, a oxidação do SiC irá ocorrer com a formação de SiO gasoso sem a formação de uma camada protetora (como no caso anterior). Este mecanismo só ocorrerá em ocasiões muito especiais ou laboratoriais ou ainda em pressões de oxigênio extremamente baixas, pois o SiO(g) é um constituinte altamente instável. De uma forma geral, tem-se conhecimento de que produtos como SiO(g) e CO(g) irão resultar no aumento da porosidade do material, redução da resistência mecânica e à penetração de metal e escória, assim como à penetração de ar . Por outro lado, a formação de SiO₂ irá reduzir a refratariedade e a resistência ao ataque por metal líquido e escória de produtos que contenham SiC (SUMER, 1995; BANERJEE, 2004).

A produção mundial, estimada em 750 mil toneladas por ano, é realizada, principalmente, pelo processo de produção industrial *Acheson*, onde fontes de carbono e sílica são misturadas e levadas a altas temperaturas (próximas a 2600°C a 3000 °C) (EIPPCB, 2006).

A obtenção do SiC ocorre de acordo com a equação 1 mostrada abaixo:



Suas principais características vão além da elevada dureza, o carbetto de silício é reconhecido como um dos cerâmicos estrutural mais importante devido a combinação única de propriedades que este material apresenta, tais quais, excelente resistência à oxidação, mantém a resistência mecânica mesmo em altas temperaturas, resistência ao desgaste, condutividade térmica alta, boa resistência ao choque térmico e densidade relativamente baixa quando comparada aos metais. Sua coloração varia do verde e azul claro ao azul escuro e preto dependendo das impurezas do material (as mais comuns são o Al_2O_3 , Fe_2O_3 , e SiO_2 , carbono (C) e o enxofre (S), sendo os produtos mais claros produzidos a partir de matérias primas mais puras (INOMATA, 1991).

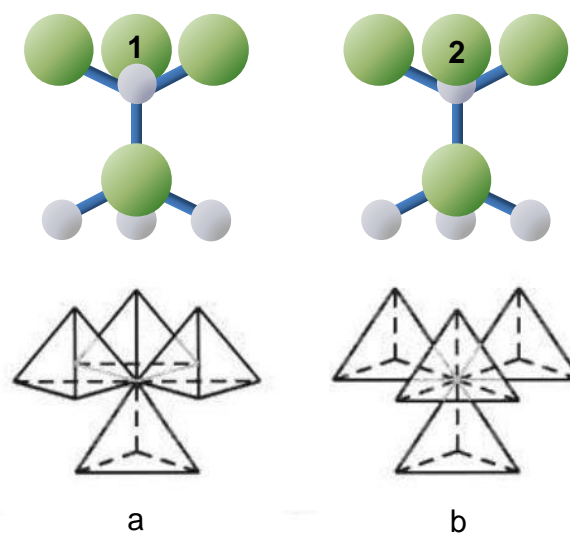
A ampla variedade de propriedades do carbetto de silício é atribuída ao alto caráter covalente da ligação existente entre os átomos de carbono e silício. A ligação covalente é formada como resultado da sobreposição de orbitais eletrônicos de átomos vizinhos e ocorre tipicamente entre átomos não inertes de eletronegatividade similar. Sólidos covalentes, em geral, apresentam baixa densidade, isto é ocasionado pelo pequeno empacotamento oriundo da direcionalidade da ligação covalente. No carbetto de silício os átomos de carbono e silício são covalentemente ligados e estão arranjados em tetraedros coordenados, seja na forma SiC_4 ou CSi_4 (INOMATA, 1991).

Carbetto de silício é um material cristalino que exibe várias formas polimórficas, sendo uma delas cúbica. As demais consistem de variedades hexagonais e romboédricas. A diferença entre as formas não cúbicas ocorre em suas origens devido a um deslocamento helicoidal durante a formação. A forma cúbica é denominada de carbetto de silício beta (β -SiC) e as formas não-cúbicas são denominadas de carbetto de silício alfa (α -SiC). O α -SiC é a forma estável do carbetto de silício apresentando célula unitária hexagonal ou romboédrica. Importante salientar que este material apresenta politipismo, fenômeno no qual fases termodinamicamente idênticas apresentam estruturas de empilhamento atômico diferentes. O β -SiC é uma forma cristalina transitória não estável a temperatura ambiente, podendo existir nessas condições de forma metaestável por meio de processos especiais em escala laboratorial. Sua formação ocorre em temperaturas inferiores a 2100°C e sua estrutura cristalina é a cúbica de face centrada (idêntica ao diamante). Esta forma de SiC é única, não apresentando politipos. De fato, a forma alfa é a mais estável, a conversão β para α ocorre quando a forma β é aquecida até temperaturas superiores a 2000°C (KNIPPENBERG, 1963; PIERSON, 1996; INOMATA, 1991).

Os elementos silício e carbono possuem ambos quatro elétrons no orbital de ligação. Esses quatro elétrons são distribuídos em quatro níveis de energia equivalentes, orbital sp^3 , originado da combinação de um orbital s e três orbitais p . No SiC os orbitais se distribuem espacialmente na forma de um tetraedro, e a ligação entre o silício e o carbono ocorre quando o orbital de um se sobrepõem ao orbital do outro. Devido à pequena diferença de eletronegatividade entre os elementos, a característica da ligação é predominantemente covalente (88%). A força e a direcionalidade intrínseca ao tipo de ligação são as responsáveis pelas propriedades de resistência em alta temperatura e dureza (INOMATA,1991).

A unidade básica de construção dos cristais de SiC é baseada em um arranjo tetraédrico, onde os átomos de Carbono estão no centro e os de Silício estão nos vértices (ou vice-versa), que se empilham de forma paralela ou antiparalela, conforme mostrado na Figura 1. Quando o arranjo é paralelo, o cristal formado é cúbico (β -SiC). E quando a sequência de empilhamento envolve a combinação de camadas paralelas com antiparalelas, o sistema cristalino é hexagonal ou romboédrico (α -SiC). É possível notar que cada átomo de carbono representa o ponto de junção de quatro tetraedros vizinhos, pertencendo, portanto, aos quatro tetraedros simultaneamente (STARKE, 2003).

Figura 1 – Empilhamento dos cristais de SiC (a) β -SiC, (b) α -SiC.



Fonte: STARKE, 2003.

A natureza da estrutura α -SiC permite uma variedade infinita de polítipos, sendo a forma mais comum a 6H. A designação dos polítipos é feita pela combinação de letras (H, R ou C para indicar se o tipo pertence à classe hexagonal, romboédrica ou cúbica,

respectivamente) e números, os quais indicam a quantidade de duplas camadas empilhadas (PIERSON,1996).

Produz-se a fase alfa do carbeto de silício (α -SiC) em temperaturas mais altas (2000°C a 2600 °C) ou a fase beta do carbeto de silício (β -SiC) em menores temperaturas (1500°C a 2000°C) (STARKE, 2003). A tabela 1 mostra os polítipos mais comuns de carbeto de silício.

Tabela 1 – Polítipos comuns do carbeto de silício.

Polítipos	Estrutura	Número de camadas	Sequência
2H (α -SiC)	Hexagonal	2	ABABAB
4H (α -SiC)	Hexagonal	4	ABACABAC
6H (α -SiC)	Hexagonal	6	ABCACBABCACBA
15H (α -SiC)	Romboédrica	15	ABDACBCABACABCBA

Fonte: PIERSON, 1996.

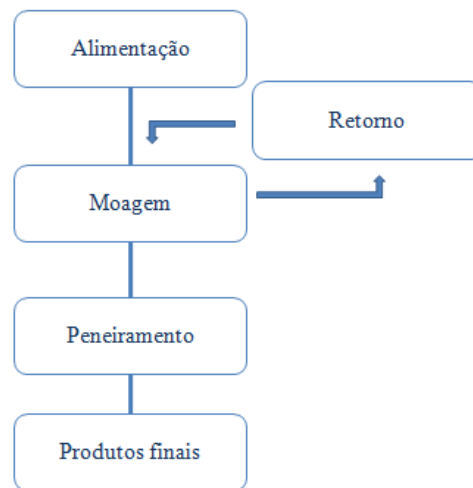
3.3 Processos de Moagem

A definição de moagem varia de autor para autor, mas de uma forma resumida tem-se que moagem é uma operação unitária de redução de tamanho, em que o tamanho médio dos sólidos é reduzido pela aplicação de forças de impacto, compressão e abrasão. O produto final desse processo varia muito, e entre eles têm-se as mais variadas granulometrias de acordo com tempo de moagem e alimentação do moinho (CARDOSO et al., 2012).

O processo de moagem, devido à sua complexidade, pode ser dividido em diversas etapas, e cada ramificação possui diferente importância onde o não comprometimento de uma dessas pode ocasionar na perda e/ou defeitos no resultado final. Uma das formas de divisão do processo de fabricação parte inicialmente de qual material servirá como alimentação para esse moinho e qual o tempo esse material permanecerá dentro do moinho. Variando esses dois fatores principais, levando em conta o tipo de moinho utilizado, pode se obter as mais variadas combinações de propriedades granulométricas, químicas e físicas. Outro fator que deve ser levado em conta é o conjunto de peneiras que ficará ao final dessa moagem, essa é a etapa onde irá se classificar, na granulometria desejada, o material obtido da moagem. Ao final do processo, o tempo gasto na moagem e os pesos dos produtos finais devem ser

aferidos para que rendimento em percentual e o rendimento em Kg/hora daquele procedimento possa ser calculado (CARDOSO et al., 2012). A figura 2 mostra um fluxograma geral de um processo de moagem.

Figura 2 – Fluxograma geral de um processo de moagem.



Fonte: Elaborado pelo autor

Variáveis como granulometria, física e química dos materiais esperados devem ser analisadas na escolha do tipo de moagem a ser utilizado, pois cada escolha fornecerá propriedades finais diferentes (HECK, 1996).

Os processos de moagem que geraram os grãos utilizados no presente trabalho reduzem a granulometria pelo choque entre os grãos, que são impulsionados uns contra os outros através do ar comprimido injetado no moinho, e também pelo atrito do grão com bolas de ferro (OLIVEIRA, 2000).

Um alto grau de moagem pode influenciar na reatividade entre os vários componentes durante a queima devido à maior área de contato superficial entre as partículas, e com isso contribuir na melhoria da resistência mecânica do material queimado (OLIVEIRA, 2000).

Na moagem das matérias-primas devem ser distinguidas diferentes etapas de redução, todas em função do seu tamanho médio de partículas e pode ser feito a partir de: britadores, cujo objetivo básico é a ruptura de material em tamanhos compreendidos entre 5 cm e 1 cm; os trituradores ou desagregadores, para tamanhos próximos ao milímetro, e os moinhos até a distribuição granulométrica desejada. A dureza das matérias-primas a moer passa a ser fator determinante na seleção do equipamento (HECK, 1996).

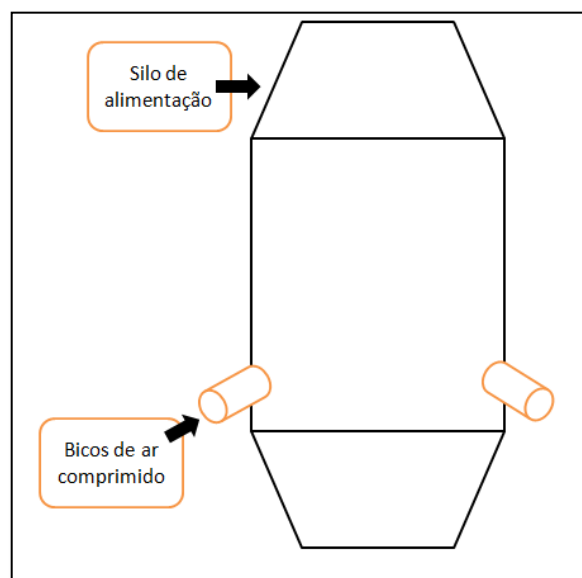
3.3.1 Moinho a ar comprimido

A moagem acontece devido ao choque entre as partículas do próprio produto, que recebendo a energia do ar comprimido ganha velocidades. Com o choque as partículas vão diminuindo de tamanho até atingir qualidade desejada (SERVICE, 2010).

Este processo permite excelentes ganhos em qualidade de produto, não havendo contaminação do produto, pois não existem outros tipos de materiais em contato com o produto do cliente, como por exemplo, metais, que estão presentes em moinhos de martelos, facas e bolas (SERVICE, 2010). A figura 3 mostra na parte superior o silo de alimentação, logo abaixo a parte interna do moinho onde o material sofre a redução de granulometria. Nota-se que nessa área de moagem há na parte superior um sistema de sucção de material fino e a parte de baixo os bicos injetores de ar comprimido (SAINT-GOBAIN, 2016).

Para atingir determinada granulometria podemos deixar um material mais ou menos tempo dentro do moinho, isso varia de acordo com a posição dos bicos e pressão regulada no equipamento. Quanto menor a pressão injetada maior será o tempo que o material ficará dentro do moinho para atingir granulometrias mais finas, com isso o grão tende a ficar mais arredondado e atingir uma maior densidade. Isso se deve ao fato que as partículas se chocaram por mais tempo e com isso quebrarão as extremidades irregulares. Logo após a saída do moinho encontra-se um conjunto de peneiras, que tem abertura escolhida de acordo com o produto final desejado (SAINT-GOBAIN, 2016).

Figura 3 – Desenho esquemático de um moinho a ar comprimido.



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3.2 Moinho a bola

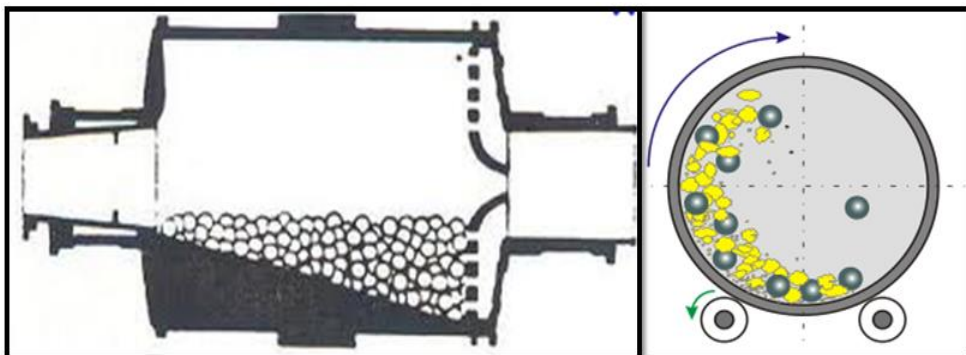
Os moinhos a bola consistem em recipientes cilíndricos com carcaça metálica e que contém alojados em seu interior bolas de material duro e de tamanhos variados. Os moinhos são dotados de movimento de rotação, fazendo com que as bolas desloquem-se, produzindo a moagem por choque e atrito com o material a ser moído. Porém este movimento precisa ser controlado pela velocidade de rotação e deve ser tal que o material não sofra moagem excessiva e nem deixe de moer (ABRANTES, 2001). São mostrados nas figuras 4 e 5 desenhos esquemáticos do funcionamento desses moinhos.

Figura 4 – Moinho a bola cilíndrico.



Fonte: Acervo Saint-Gobain Materiais Cerâmicos

Figura 5 – Interior do moinho a bola.



Fonte: Acervo Saint-Gobain Materiais Cerâmicos

O material e a distribuição destas bolas estão associados ao tipo de material que será moído. Uma boa condição é quando as esferas rolam umas sobre as outras atuando como

máxima ação de moagem e tendo um desgaste mínimo das esferas (ABRANTES, 2001). A quantidade do meio de moagem também influencia na eficiência e otimização desta etapa do processo e pode ser calculada pela equação 2.

$$Q = \frac{Vu \cdot d \cdot p \cdot 0,60}{100} \quad (2)$$

Onde:

Q: quantidade do meio de moagem (Kg);

Vu: Volume útil do moinho (L);

d: densidade do meio de moagem (g/cm^{-3});

p: percentual de ocupação aparente do meio de moagem;

0,60: fator que se considera para o volume ocupado por bolas, o restante são espaços vazios

Um tempo de moagem elevado não corresponde em regra, uma maior moagem, pois dependendo da dureza das matérias-primas, o excesso no tempo de moagem, com a tentativa de baixar o resíduo, pode somente elevar os custos de processo. Por outro lado, uma escassa moagem pode provocar a presença de partículas grossas na massa, e desencadear variações de tamanho no produto final (BRISTOT, 1996).

3.4 Tenacificação com Carbetto de Sílicio

Mecanismos de tenacificação é o nome dado aos componentes micro estruturais que dificultam a propagação das trincas, aumentando a energia de fratura das cerâmicas, fazendo com que a trinca dissipe mais energia para continuar propagando. Em materiais cerâmicos, os mecanismos mais comuns empregados são adição de partículas, fibras e whiskers. Os principais mecânicos de tenacificação são (RICHERSON, 2005):

- 1- Transferência de módulo: fibras de alto módulo de elasticidade em uma matriz de baixo módulo de elasticidade. Os fatores que controlam são a diferença de módulo de elasticidade, comprimento das fibras, adesão interfacial fibras matriz;
- 2- Pré tensionamento: introdução de uma tensão compressiva residual no material. Nesse caso utilizam-se os processos de têmpera, troca iônica, layering e também adição de fibras para induzir a tensão compressiva;

- 3- Desvio de trinca ou impedimento: introdução de obstáculos na ponta da trinca com a adição de uma segunda fase ou adição de fibras ou adição de whiskers;
- 4- Bridging de trincas: consiste no uso de um inibidor atrás da extremidade da trinca, evitando ou diminuindo a propagação desta. É o principal mecanismo de tenacificação para cerâmicas através do uso de fibras longas na matriz;
- 5- Shielding de trinca: ocorre quando uma tensão induz a uma alteração micro estrutural. Essa tensão pode ser induzida por um microtrincamento, criação de uma zona dúctil e por transformação de fase;
- 6- Pullout: consiste no desprendimento de uma fibra, partícula ou grão de sua matriz pela abertura de trinca. A energia seria usada para desprender a fibra, partícula ou grão contra a matriz evitando a propagação.

Os compósitos de matriz metálica reforçadas com partículas cerâmicas, principalmente, por carbeto de silício (SiC) tem sido elaborado pela metalurgia do pó, onde a matriz e o SiC são misturados antes da compactação. Entretanto este processo podem apresentar dificuldades de elaboração como alto custo de processo e baixa dispersão do SiC quando constituído com partículas muito finas (CLYNE et al, 1997).

Lewandowski et al. (1989) realizou um estudo com matriz de alumínio reforçada com 20% de SiC, neste estudo foram utilizadas partículas de diâmetro médio de 16 μm e 5 μm . Os autores concluíram que as partículas com 5 μm apresentaram uma distribuição irregular, comprovando assim a dificuldade de dispersão da partícula finas de SiC na matriz.

Tam et al. (1993) também realizou um estudo sobre a dispersão do SiC em matriz de alumínio. Nesse estudo os autores utilizou três granulometrias diferentes do SiC (0,8 μm , 13 μm e 32 μm). Eles observaram que as partículas com diâmetro médio de 0,8 μm tendem a se aglomerarem dificultando o processo de prensagem e resultando num material com baixa resistência mecânica.

De acordo com Khor et al. (2005) ao aumentar a quantidade de partículas no compósito observou-se uma diminuição na resistência, isso foi atribuído ao tamanho da partícula (4,5 μm) que foi utilizada na formulação do compósito.

Independente da rota do processo de obtenção do compósito reforçado com SiC um dos maiores problemas é a dificuldade do processo de dispersão uniforme das partículas na matriz, e conseqüentemente, garantir boa molhabilidade do compósito.

Desta forma este trabalho torna-se muito importante, pois irá estudar o efeito (granulometria e pureza) do SiC produzidos em moinhos com diferentes princípios de

moagem e com diferentes parâmetros de controle. Espera-se, através da caracterização, compreender de forma mais clara a influência do processo de moagem do SiC e avaliar a sua utilização com reforço em matriz cerâmica, afim de criar novos desenvolvimentos na indústria.

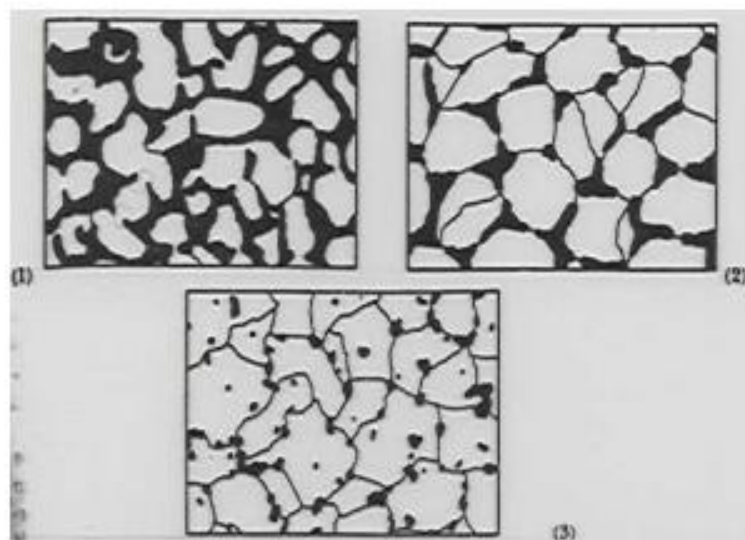
3.5 Sinterização

A queima dos materiais cerâmicos é uma etapa do processo onde frequentemente aparecem defeitos nas peças acabadas ocasionados em etapas anteriores, realizadas durante a fabricação, mas que até então não haviam sido detectados.

É na queima que ocorre a sinterização, que é definida como o processo de tratamento térmico a temperaturas elevadas, onde um sistema de partículas individuais ou um corpo poroso sofrem modificações em algumas de suas propriedades no sentido de chegar num estado de máxima densificação possível, reduzindo conseqüentemente, a porosidade do material (RICHERSON, 1982).

Devido à densificação que o material sofre há uma retração (que se pode chamar de retração de queima do material), influenciando na estabilidade dimensional e na resistência mecânica final do produto cerâmico (VAN VLACK, 1973). Mostra-se na figura 6 os 3 macro estágios da sinterização.

Figura 6 – Estágios da sinterização: (1) formação da área de contato; (2) diminuição do volume de poros; (3) formação da porosidade fechada.



Devido ao fato de muitos defeitos de fabricação estarem ligados diretamente a esta etapa, alguns fatores devem ser controlados, como: o intervalo de queima, operação gradual de aquecimento seguida de um tempo de permanência na temperatura máxima especificada e o resfriamento adequado para que variáveis como retração linear e absorção de água estejam sob controle (VAN VLACK, 1973).

As variáveis, tempo e temperatura, passam a ser regras básicas no controle da queima dos materiais cerâmicos. Isso se explica pelo fato de uma velocidade de aquecimento limitada e um elevado gradiente térmico poderem resultar em trincas, logo deve ser evitado (VAN VLACK, 1973).

Os processos que ocorrem durante a sinterização via fase líquida do SiC são semelhantes aos que ocorrem durante a sinterização do Si₃N₄. Os aditivos de sinterização reagem com a SiO₂, presente nas partículas de SiC, e formam uma fase líquida que promove a densificação (H-XU et al., 2001).

A sinterização do α -SiC via fase líquida resulta em uma microestrutura mais fina. Já no caso de sinterização via fase líquida, onde carbeto de silício encontra-se, principalmente, na fase β -SiC, ocorrem a transformação β - α -SiC e o crescimento dos grãos (H-XU et al., 2001).

Durante a sinterização de um compósito contendo Si₃N₄-SiC, foi observado que as partículas de SiC dificultam o rearranjo das partículas de α -Si₃N₄ e o transporte de massa pelo contorno de grão, inibem a transformação α - β -Si₃N₄ e retardam o início da densificação. A densidade final do compósito, a porosidade residual e a microestrutura estão relacionadas com a quantidade e o tamanho das partículas de SiC utilizada na matriz (J-F. YANG et al., 1998).

4. METODOLOGIA

4.1 Estruturação

Foram utilizados o carbetto de silício, proveniente de dois processos de moagem diferentes (moinho a bola e moinho a ar comprimido) e argila comercial denominada de Terracota.

Os nomes comerciais utilizados na Saint-Gobain Materiais do SiC usado no presente trabalho são: 200F REF IV e PDC REF II, respectivamente do moinho a bola e ar comprimido.

Para uma divisão mais coesa e melhor compreensão durante o trabalho, dividiu-se a metodologia em cinco etapas:

1ª Etapa - preparação das matérias primas (carbetto e silício e argila): foi realizada a moagem do carbetto de silício (SiC) no moinho a bola e no moinho a ar comprimido. A argila utilizada foi a argila comercial Terracota.

2ª Etapa - caracterização da matéria prima: foi analisada a distribuição granulométrica, porcentagem de elementos químicos, densidade, teste de queima, identificação das fases por difração de raios X (DRX) e morfologia das partículas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3ª Etapa - confecção e queima de corpos de prova utilizando as seguintes proporções de SiC:

- 50% de carbetto de silício;
- 25% de carbetto de silício;
- 15% de carbetto de silício;
- 5% de carbetto de silício;
- 0% de carbetto de silício.

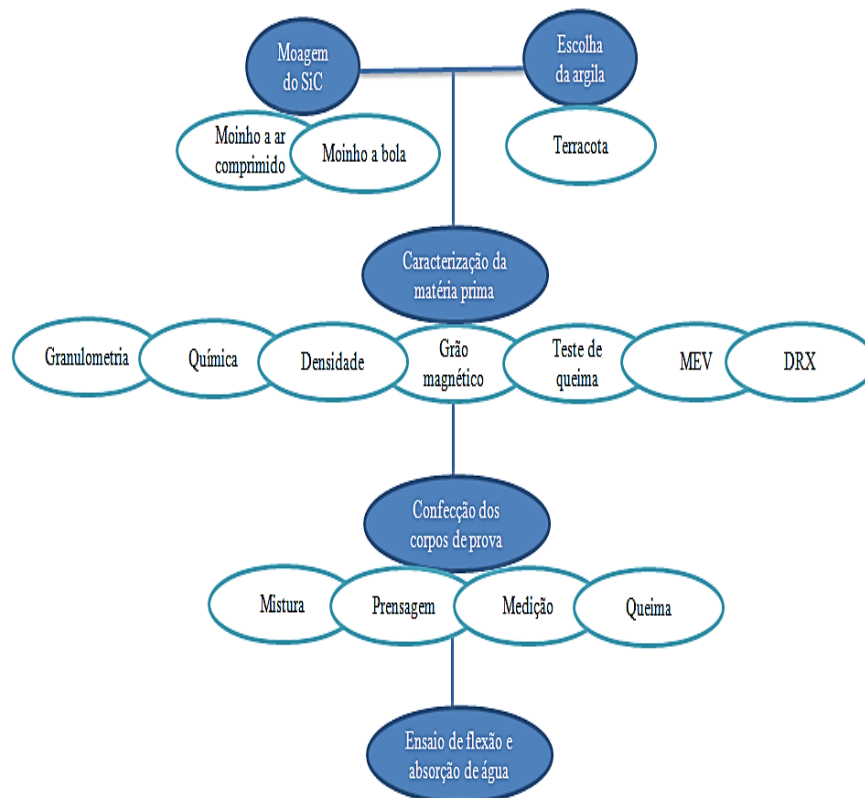
Os corpos de prova foram queimados em uma temperatura de 1100 °C, esse valor foi estabelecido devido a temperatura máxima de trabalho da argila ser de 1200 °C (dado obtido do fornecedor).

4ª Etapa – *propriedades mecânica e física dos corpos de prova*: foi realizado ensaio de flexão e ensaio de absorção de água.

5ª Etapa - *etapa final do experimento*: os corpos de prova foram comparados entre si e buscou-se confrontar os resultados obtidos com os resultados esperados.

O fluxograma apresentado na figura 7 visa representar de forma objetiva e sequencial as etapas da metodologia.

Figura 7 – Fluxograma da metodologia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 Procedimentos

Os procedimentos foram divididos pelos setores em que o trabalho foi desenvolvido, passando por caracterização do carbetto de silício e da argila; elaboração e queima de corpos de prova; e por fim a análise das propriedades do material fabricado.

4.2.1 Moagem do carbetto de silício

As moagens do carbetto de silício foram realizadas em escala industrial, utilizando-se moinho a ar comprimido e moinho a bolas. Com intuito de analisar como os diferentes processos de moagem influenciam nas propriedades do carbetto de silício, padronizou-se a alimentação, não purificada, nos moinhos e coletou-se as informações técnicas de cada processo.

No moinho a ar comprimido foi utilizado 6 bar de pressão nos bicos de ar comprimido. Já no moinho a bola, cuja dimensão interna é de 1700mm x 1700mm, foi utilizado um volume de bolas de aço de 50% (aproximadamente 6000 Kg), volume de produto de 25% (aproximadamente 1000 Kg) e a área livre é de 25%. Os diâmetros das bolas de aço utilizadas foram de aproximadamente 30 mm.

São mostrados nas figuras 8 e 9 os moinhos, tanto moinho a ar comprimido quanto moinho a bola, da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos, que gentilmente nos cedeu espaço para utilizarmos os seus equipamentos.

Figura 8– Moinho a ar comprimido utilizado no projeto



Fonte: Acervo Saint-Gobain Materiais Cerâmicos.

Figura 9 – Moinho a bola utilizado no projeto



Fonte: Acervo Saint-Gobain Materiais Cerâmicos

4.2.2 Caracterização do carbetto de silício e da argila

Análise Granulometria

As amostras de SiC, de ambos os moinhos, e da argila foram analisadas no mesmo conjunto de peneiras e no equipamento de análise a laser para se conhecer a distribuição granulométrica das suas partículas. O conjunto escolhido para análise é mostrado na Tabela 2.

Tabela 2 – Conjunto de peneiras usado para análise das amostras de SiC e da argila

Mesh	Abertura
18 #	1.000 mm
35 #	0.500 mm
60 #	0.250 mm
120 #	0.125 mm
200 #	0.075 mm
400 #	0.038 mm
F-PAN ...	F-PAN ...

Fonte: Elaborado pelo autor.

O método de análise escolhido foi análise via úmida, visto os três materiais possuem uma presença elevada de finos, o que impossibilita uma análise via seca devido ao entupimento das peneiras. O equipamento utilizado foi o equipamento ROTAP RX 29. Como mostrado na figura 10 abaixo:

Figura 10 – Imagem do ROTAP RX29.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras de SiC e argila também foram analisadas em um equipamento de análise granulométrica a laser modelo Mastersize 2000 marca Malvern, equipamento mostrado na figura 11, que fornece qual a porcentagem de matéria possui distribuição granulométrica abaixo de um determinado valor fornecido. Os percentuais padrões utilizados no equipamento são de: 10%, 50% e 90% de material, fornecendo respectivamente: d10, d50 e d90.

Figura 11 – Imagem do equipamento de análise granulométrica a laser



Fonte: Acervo Saint-Gobain Materiais Cerâmicos.

Análise Química

Os métodos utilizados para realizar as análises químicas do carbetto de silício e da argila estão mostrados na tabela 3. As análises foram realizadas com intuito de identificar carbono livre, Si livre, SiO₂ livre e óxidos metálicos. Ressaltando que, o teor de carbetto de silício é calculado pela subtração das impurezas encontradas na amostra.

Tabela 3 – Métodos de análise química utilizados

Elemento químico	Método de análise
Carbono livre	Perda por ignição a 800° por um período de 30 minutos.
Si livre	Calculado estequiometricamente pelo volume de H gerado frente a reação do metal com a base forte NaOH 25%.
SiO ₂	Perda ao ataque ácido, a amostra é submetida a um banho de ácido fluorídrico o qual ataca seletivamente a sílica livre do material.
Óxidos metálicos	Via fluorescência de raio X Panalytical PW2424 em curva quantitativa composta por padrões de carbetto de silício.

Fonte: Elaborado pelo autor.

Todos os ensaios foram realizados conforme norma ISO 21068 e ISO 12677.

Propriedades Físicas

Foram determinadas as seguintes propriedades físicas: densidade solta; presença de material ferro magnético; morfologia das partículas das matérias primas no MEV e; identificação das fases no DRX.

A densidade solta foi realizada utilizando os equipamentos mostrados na figura 12 abaixo, utilizando as normas FEPA e ANSI. O método consiste em encher o cilindro de volume padrão com o material a ser ensaiado, pesar a massa obtida ao se preencher todo o volume do cilindro e dividir o resultado dessa massa pelo volume do cilindro. Conforme fórmula geral de densidade conhecida, densidade de um material é igual ao volume dividido pela massa.

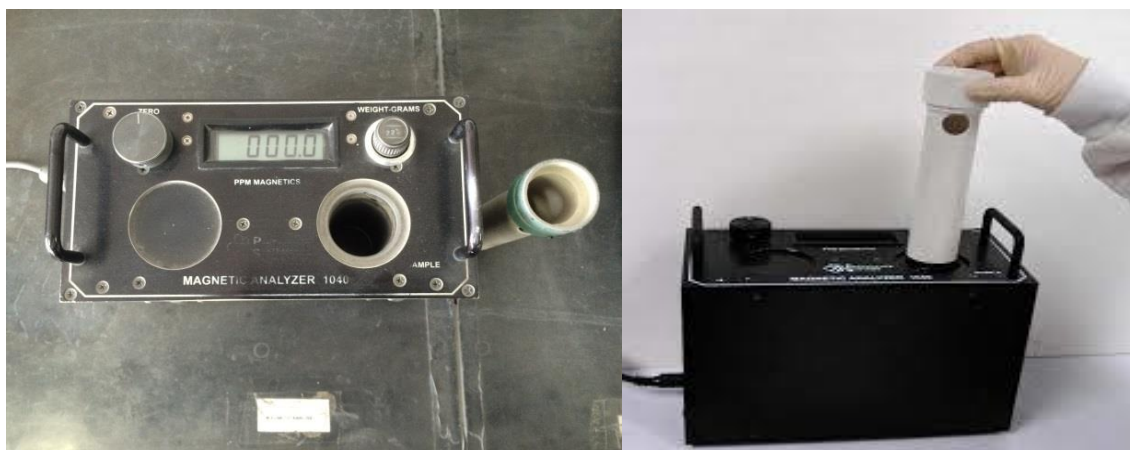
Figura 12 – Equipamentos usados para calcular densidade



Fonte: Elaborado pelo autor

Foi medido também a presença de material ferro magnético, onde foi pesado uma quantidade do material a ser analisado, ajustou-se a máquina informando qual a massa a ser analisada e o equipamento retorna o valor em PPM. O equipamento utilizado, Magnetic Analyser, é mostrado na figura 13.

Figura 13 – Equipamento usado para calcular a presença de material ferromagnético.



Fonte: Elaborado pelo autor

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na análise no MEV buscou-se mostrar a morfologia das amostras, buscando inicialmente comprovar a morfologia mais arredondada dos grãos do moinho a ar comprimido em comparação aos do moinho a bola. Inicialmente, recobriu-se as amostras na máquina

QuickCoater, apresentada na figura 14. O recobrimento foi feito por uma fina camada de um material condutor (ouro), para evitar a formação de campo estático na amostra durante o ensaio, melhorando a qualidade da imagem.

Figura 14 – Máquina de recobrimento QuickCoater.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Para iniciar o ensaio as amostras foram fixadas por uma fita dupla face de carbono no equipamento Shimadzu SSX-550, apresentado na figura 15. A fita, além de segurar a amostra, auxilia na condução de elétrons.

Figura 15 - Equipamento Shimadzu SSX-550.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Difração de raios X (DRX)

As análises no DRX, pelo método do pó, foram realizadas no Laboratório de Caracterização do DEMAT (CEFET-MG) utilizando o difratômetro Shimadzu XRD – 7000

(figura 16) nas seguintes condições de operação: radiação $\text{CuK}\alpha$ (35 KV/ 40 mA), velocidade do goniômetro $0,02^\circ$ em 2θ por passo, com tempo de contagem de 0,6 segundos por passo e coletados de 5° a 80° em 2θ . As interpretações dos espectros foram efetuadas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

Figura 16 - Equipamento de DRX



Fonte: Elaborado pelo autor.

Teste de queima

Nesse teste 30g de SiC foi espalhado em uma placa de alumina e colocado no forno até atingir a temperatura de 1400°C e logo em seguida sofre resfriamento lento dentro do mesmo, objetivando favorecer a interação do material com a placa.

Depois foi retirado o material e observado a presença ou não de manchas nas placas de alumina.

4.2.3 Confecção e sinterização dos corpos de prova

Para realizar a confecção dos corpos de prova utilizou-se de 30g de amostra, sendo que os cálculos da massa das matérias primas foram baseados nesse valor. O valor de água foi fixado em 8%, ou seja, 2,4 gramas de água.

- 50% de carbetto de silício: 15g de SiC, 15g de argila e 2,4 g de água;
- 25% de carbetto de silício: 7,5 g de SiC, 22,5g de argila e 2,4 g de água;
- 15% de carbetto de silício: 4,5 g de SiC, 25,5g de argila e 2,4 g de água;
- 5% de carbetto de silício: 1,5 g de SiC, 28,5g de argila e 2,4 g de água;
- 0% de carbetto de silício:30g de Argila e 2,4 g de água.

Os valores de SiC foram escolhidos devido a um teste inicial com 92% de carbetto de silício, onde foi notado que não houve uma boa compactação do corpo de prova.

Após o SiC e a argila pesados nas devidas proporções, e homogeneizados com água, foi iniciado a confecção dos corpos de prova. O processo de conformação por prensagem dos corpos refratários em estudo foi realizado em uma prensa hidráulica com aquecimento SL-12. Os corpos de prova foram prensados nas dimensões médias de 58,80mm x 19,90 mm. A pressão específica de compactação sobre a peça foi entre 8 toneladas a 10 Toneladas.

O número de amostras produzidas foram de 20 cada processo de moagem, totalizando 40 amostras, sendo 5 de cada proporção estabelecida de SiC. Também foram confeccionados 5 corpos de prova da mistura usando somente argila.

Depois de prensadas, os corpos de prova foram secados em estufa por 24 horas a uma temperatura de 100 °C e sinterizados a uma temperatura de 1100°C e mantido por de 2 horas nessa temperatura. Logo após esse período houve um resfriamento dentro do forno até as amostras atingirem temperatura ambiente.

4.2.4 Caracterização dos corpos de prova

Teste de flexão

O ensaio de flexão foi realizado pelo método de 3 pontos no Laboratório de Polímeros do DEMAT (CEFET-MG) utilizando-se a máquina universal para ensaios AG-X, da Shimadzu. A tensão de flexão final foi a média da tensão de flexão de 3 corpos de prova de cada formulação. A tensão de flexão foi calculada utilizando a equação 3.

$$\sigma_{flexão} = \frac{M_f \times C}{ICG} \quad (3)$$

Onde:

C = metade do valor da espessura, em milímetros;

Mf = momento fletor;

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

O momentor fletor foi calculado utilizando a equação 4:

$$Mf = \frac{F \times L}{4} \quad (4)$$

Onde:

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

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

Para calcular o momento de inércia com relação ao centro de gravidade, utiliza-se a equação 5.

$$I_{CG} = \frac{b \times h^3}{12} \quad (5)$$

Onde:

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

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

Absorção de água

Este ensaio foi executado de acordo com a norma ASTM C373-72. Os corpos de prova foram pesados, submersos em água fervendo por 2 horas e resfriados em temperatura ambiente por 4 horas. Posteriormente retirou-se a água superficial de cada peça com o auxílio de papel toalha e as massas foram novamente registradas. O índice de absorção de água foi calculado de acordo com a equação 6.

$$AA (\%) = \frac{P_u - P_s}{P_s} \times 100 \quad (6)$$

Sendo:

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

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

P_s = Peso da peça seca (g).

Retração linear (Rq)

Para a determinação da retração os corpos de prova tiveram suas dimensões medidas antes e após a queima. Para o cálculo da retração foi utilizada a equação 7.

$$Rq = \frac{Ls - Lq}{Lq} \times 100 \quad (7)$$

Sendo:

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

Ls = Comprimento do corpo de prova seco, em milímetros;

Lq = Comprimento do corpo de prova após a queima, em milímetros.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização do Carbetto de Silício e da Argila

5.1.1 Análise granulometria

Buscou-se granulometrias parecidas para as amostras de SiC de ambos os moinhos, priorizou-se um material com elevada concentração de finos com objetivo de uma melhor compactação dos corpos de prova.

Os resultados da análise granulométrica das matérias primas são mostrados na Tabela 4 . Pode-se observar que as granulometria obtidas nos dois processos de moagem diferem, aproximadamente, de 6 μm (retido na peneira de 38 μm e no fundo (F-PAN)).

A distribuição granulométrica em peneiras da argila mostrou que a última peneira utilizada (38 μm) reteve uma quantidade significativa de material, mais precisamente 39.7% somados.

Tabela 4 – Resultado da distribuição granulométrica utilizando a ROTAP.

Granulometria analisada na Rotap					
Mesh	Peneira	Retido/ Passante	Resultado(%)		
			Moinho a ar comprimido	Moinho a bolas	Argila
18 #	1.00 mm	Retido	0	0	0,3
35 #	500 μm	Retido	0	0	0,7
60 #	250 μm	Retido	0	0	4,2
120 #	125 μm	Retido	0,4	0	11,8
200 #	75 μm	Retido	5,4	5,0	12,1
400 #	38 μm	Retido	31,8	26,2	10,6
F-PAN	F-PAN	Retido	62,4	68,8	60,3

Fonte: Elaborado pelo autor

O resultado da análise a laser (tabela 5) também mostrou uma variação na casa de 6 μm para ambos os processos de moagem como pode ser verificando pelo d10, d50 e d90 do material. Esse resultado corrobora os obtidos na análise por peneiras. A argila terracota não pode ser analisada no Malvern devido a presença de material de aparência grossa que

possivelmente ocasionaria danos na lente do equipamento. Esse resultado não era esperado pelo fato de que as argilas apresentarem granulometria fina (SANTOS, 1989).

A garantia de que mais de 90% do material esta abaixo da peneira de 75 μ m é um resultado positivo para o trabalho, visto que uma matéria prima fina tende, na maioria das vezes, a gerar um melhor empacotamento nos corpos cerâmicos. (ESCHNER, 2004)

Tabela 5 – Resultado da distribuição granulométrica utilizando o Malvern.

Granulometria			
	Resultado		Unidade
	Moinho a ar comprimido	Moinho a bolas	
d10	12.3	5.3	%
d50	36.8	30.6	%
d90	79.9	85.6	%

Fonte: Elaborado pelo autor

5.1.2 Análise química

Os resultados da análise química realizada são mostrados na tabela 6 e 7. Como esperado e citado na literatura (CARDOSO et al., 2012), o teor de SiC do moinho a ar comprimido (97,18%) é maior devido ao fato de esse tipo de moagem não conter nenhum tipo de material exógeno dentro do moinho, sendo a redução da matéria prima realizada pelo choque entre elas. O teor de ferro do moinho a bola é mais elevado que do moinho a ar comprimido devido a presença das esferas metálicas.

Tabela 6 - Resultado da análise química do SiC.

Química			
Elemento	Resultado		Unidade
	Moinho a ar comprimido	Moinho a bolas	
SiC	97,18	93,81	%
Carbono livre	1,39	1,46	%
Si livre	0,40	0,38	%
SiO ₂	0,64	2,83	%
Fe ₂ O ₃	0,09	1,03	%
Al ₂ O ₃	0,22	0,36	%

Fonte: Elaborado pelo autor

Observa-se que a argila possui como óxidos predominantes o SiO_2 (49,8%) e Al_2O_3 (28,3%). Na maioria das vezes, esses estão associados à estrutura da caulinita e do quartzo. Estes resultados juntamente com os resultados de granulometria (Tabela 6) são interessantes, de acordo com Santos (2013), materiais com granulometria fina e que contêm argilosos, apresentam bom potencial para serem utilizados em massas cerâmicas. Além disso, vale ressaltar que o teor de ferro (Fe_2O_3) é responsável pela coloração avermelhada após a queima das massas cerâmicas, quanto maior o teor de ferro mais avermelhado será o produto final (SANTOS, 2012).

Tabela 7 - Resultado da análise química da argila.

Componente	Argila (Terracota)
SiO_2	49,8%
Al_2O_3	28,3%
TiO_2	2,3%
Fe_2O_3	14,6%
K_2O	4,1%
MnO	0,1%
MgO	0,4%
Outros	0,4%

Fonte: Elaborado pelo autor

5.1.3 Propriedades Físicas

Densidade e grão magnético

São mostrados na tabela 8 os resultados da análise de densidade e grão magnético realizada. Nota-se que a densidade, tanto pela norma FEPA quanto pela norma ANSI, é maior no moinho a ar comprimido, isso é esperado, provavelmente, pois o carbeto de silício oriundo desse processo tende a ter morfologia mais arredondada devido ao choque entre elas e consequente quebra das extremidades. Entretanto, a quantidade de grão magnético foi bem mais expressiva no moinho a bola, o que é justificado mais uma vez pela presença de esferas metálicas dentro do moinho que agregam ferro a amostra de SiC.

Tabela 8 - Resultado da análise das propriedades físicas do SiC e da argila

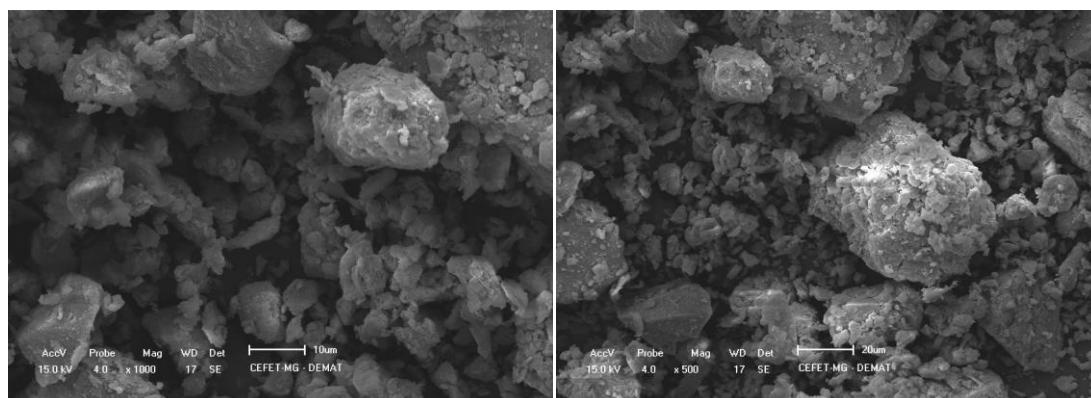
Física				
Propriedade	Resultado			Unidade
	Moinho a ar comprimido	Moinho a bolas	Argila	
Densidade FEPA	1.44	1.16	0.85	g/cm^{-3}
Densidade ANSI	1.54	1.21	0.84	g/cm^{-3}
Grão Magnético	0.028	0.250	0.040	PPM

Fonte: Elaborado pelo autor.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na análise morfológica realizada no MEV (figura 18) os resultados obtidos sugerem que a argila analisada possui uma distribuição granulométrica larga. Pode-se observar que as microestruturas das partículas são bastante semelhantes com morfologia irregular, provavelmente, devido aos argilominerais presentes nas amostras, pois de acordo com Pipal, *et al.*, (2011) essa morfologia irregular pode estar associada a presença do Al e do Si.

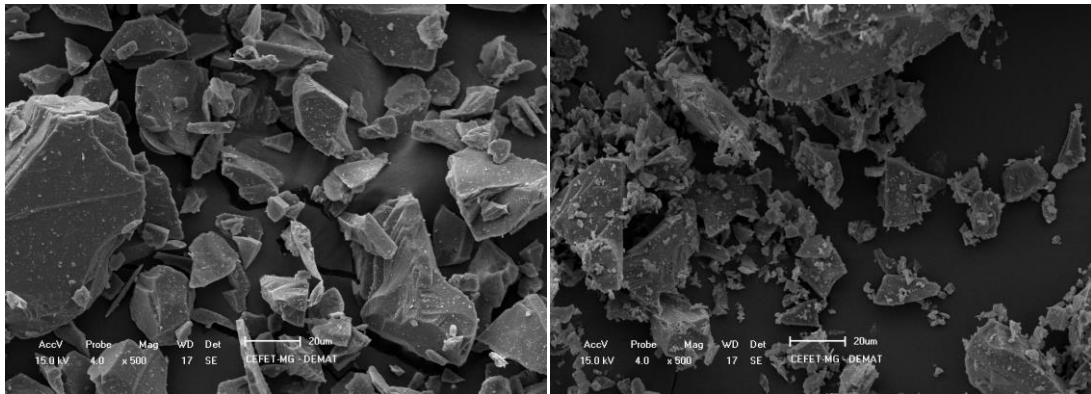
Figura 18 - Micrografias obtidas no MEV da amostra de argila com diferentes ampliações



Fonte: Elaborado pelo autor.

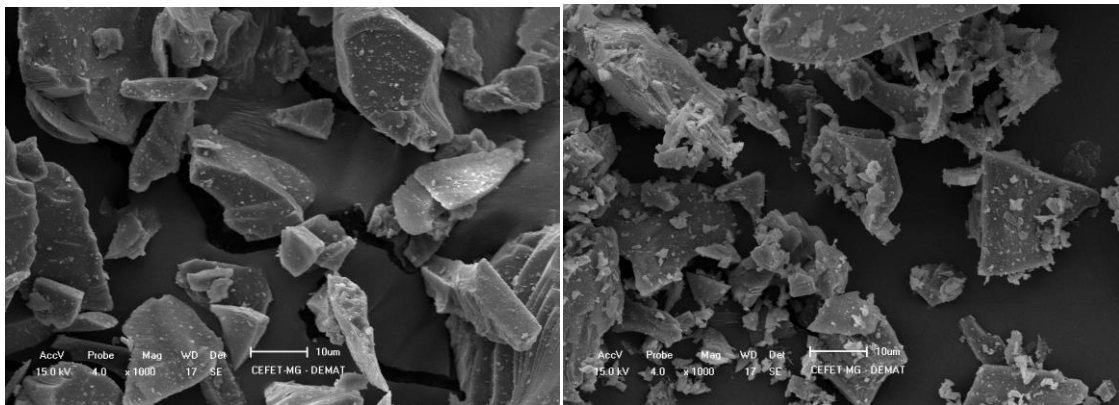
Analisando as morfologias exibidas pelas amostras de carbetto de silício (figuras 19 e 20) nota-se aspecto mais regular/arredondada para amostra oriunda do moinho a ar comprimido (MAC), típico de materiais vindos desse processo de moagem. Para as amostras do moinho a bola (MAB) nota-se aspecto mais irregular, provavelmente, oriundas do desgaste das esferas de ferro presentes nesse moinho como mostram o estudo realizado por Abrantes *et al.* (2001).

Figura 19 - Micrografias obtidas no MEV das amostras de (a) MAC e (b) MAB



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 20 - Micrografias obtidas no MEV das amostras de (a) MAC e (b) MAB



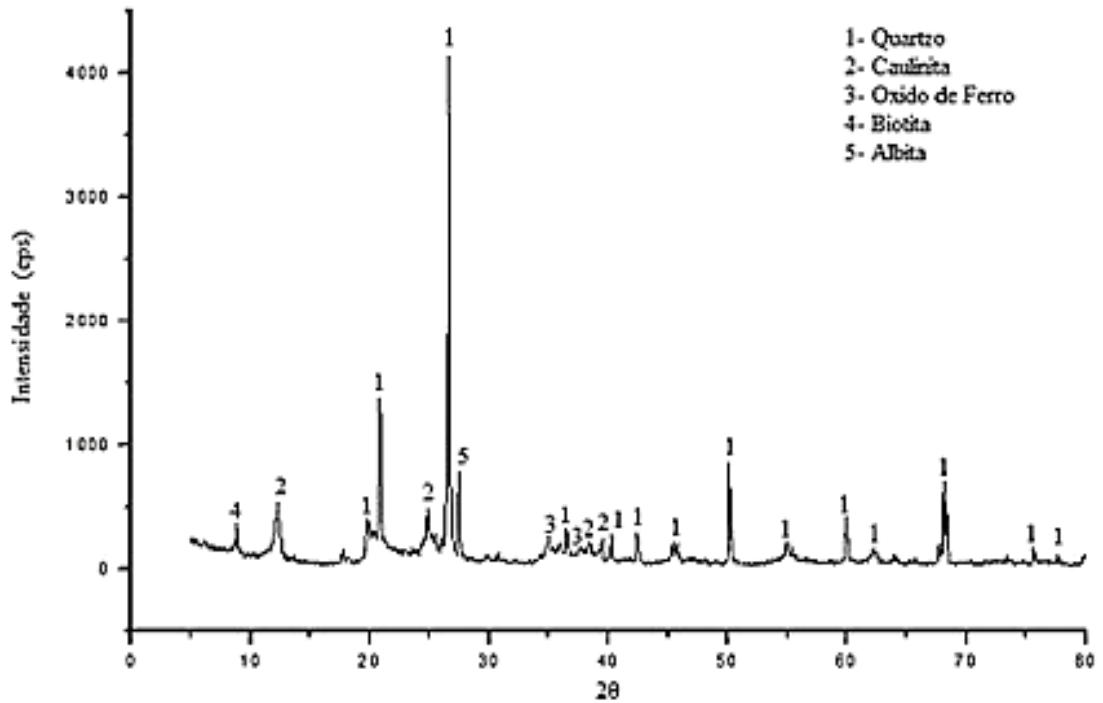
Fonte: Elaborado pelo autor.

Difração de raios X

As figuras 20, 21 e 23 mostram os resultados obtidos por DRX para a argila e para o carbetto de silício obtido pelos dois processos de moagem. De acordo com a Figura 21 pode-se observar que as argilas são compostas basicamente por quartzo, caulinita, albita, biotita, muscovita e óxido de ferro. Este resultado está de acordo com os estudos realizados por Vieira, *et al*, (2004) e por Abel (2009).

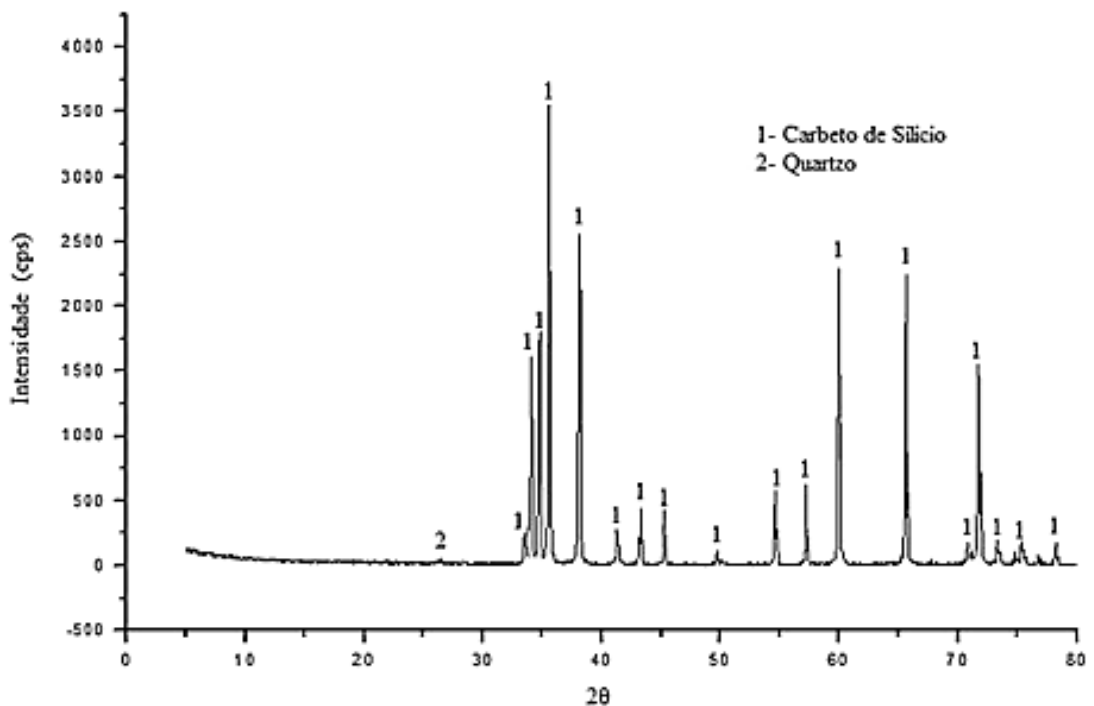
Para na amostra de SiC proveniente do moinho a ar comprimido (figura 22) nota-se somente picos referentes ao SiC e quartzo, provavelmente, areia não reagida na produção do SiC, visto que coque e areia são matérias primas do carbetto de silício. Na amostra oriunda do moinho a bola (figura 23) nota-se também de SiC e quartzo, entretanto, nesse caso ocorre a presença de pico de óxido de ferro. Resultado este que comprova como as esferas metálicas utilizadas como corpo moedor no processo de moagem contamina o produto final.

Figura 20 – Resultado de DRX para a amostra de argila.



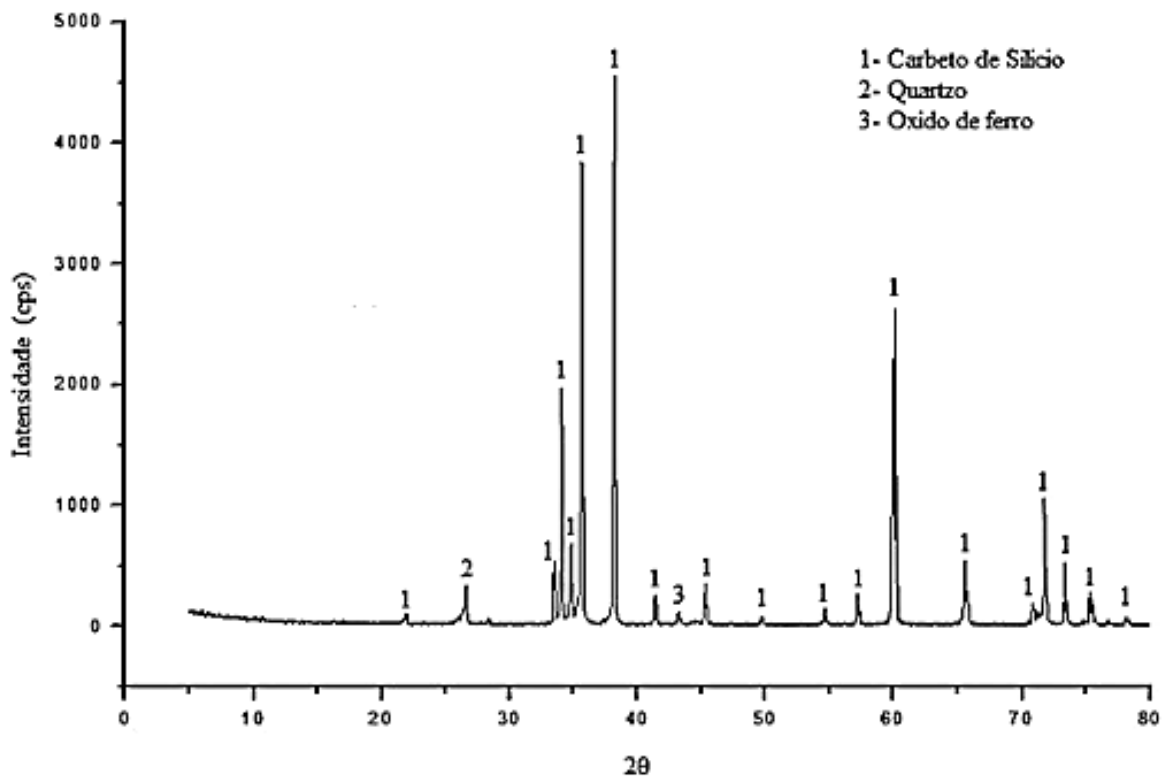
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 21 - Resultado de DRX para a amostra de SiC do MAC.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 22 - Resultado de raios X para a amostra de SiC do MAB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Teste de queima

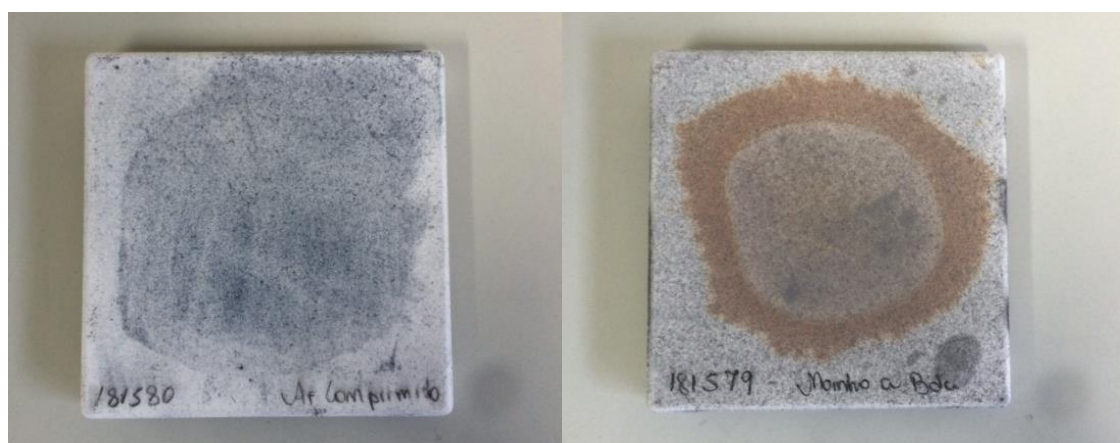
As imagens das amostras depois da queima e da placa após a raspagem desse material são apresentadas nas figuras 23 e 24. Analisando essas imagens nota-se que o material do moinho a bola (MAB) manchou mais a placa do que o moinho a ar comprimido (MAC) (onde as manchas foram irrelevantes). Isso já era esperado por causa das esferas de ferro presentes na moagem do moinho a bola. Ao verificar as informações obtidas nos demais ensaios, todos confirmam esse resultado, por exemplo, a análise química já apontava maior quantidade de ferro no material do MAB do que para o MAC (1,03% do MAB contra 0,09 % do MAC) e também a análise de material ferromagnético que apontou 0,250 PPM para o material do MAB e somente 0,028 para o material do MAC.

Figura 23 – Amostras de SiC após o teste de queima



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 24 – Placas após a raspagem do material, após o teste de queima



Fonte: Elaborado pelo autor

5.2 Confeção e Sinterização dos Corpos de Prova

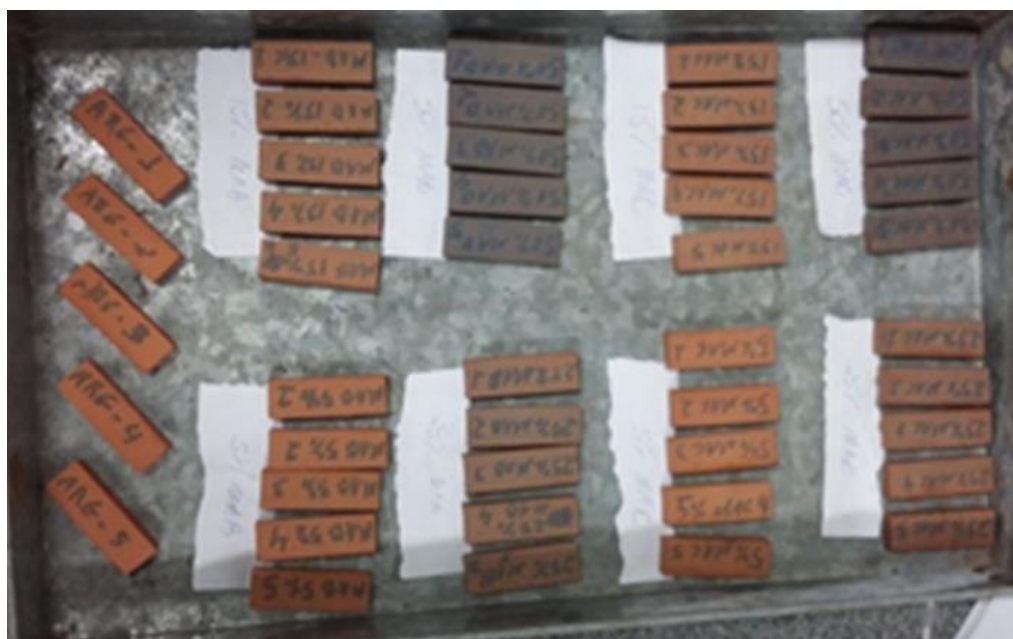
Os corpos de prova foram identificados para um melhor entendimento e facilitação na hora da realização dos outros testes, sendo: amostras moinho a ar comprimido = MAC e moinho a bola = MAB. Quanto a proporção de material usada, o número 50%, 25%, 15% e 5% que descrevem a porcentagem de SiC usada em cada. O corpo de prova sem nenhuma porcentagem de SiC, ou seja, somente argila, foi identificado com ARG. Na tabela 9, tem-se a representação dessas denominações, lembrando que cada proporção foram confeccionadas 5 amostras, numeradas de 1 a 5 entre as mesmas.

Tabela 9 – Detalhamento da denominação feita para as amostras

Identificação	Proporção de SiC
50% MAC	50% SiC do MAC
25% MAC	25% SiC do MAC
15% MAC	15% SiC do MAC
5% MAC	5% SiC do MAC
50% MAB	50% SiC do MAB
25% MAB	25% SiC do MAB
15% MAB	15% SiC do MAB
5% MAB	5% SiC do MAB
ARG	100% argila terracota

Fonte: Elaborado pelo autor

A figura 25 mostra os corpos de prova produzidos sinterizados e devidamente identificados de acordo com a tabela 9. Realizando uma análise visual (figura 26) pode-se verificar que eles apresentam um aspecto homogêneo, arestas regulares, com poucas rebarbas e livre de defeitos visíveis. A coloração avermelhada é devida, provavelmente, a presença de minerais de ferro nessa argila.

Figura 25 – Corpos de prova elaborados com SiC do MAC e MAB, e argila pura

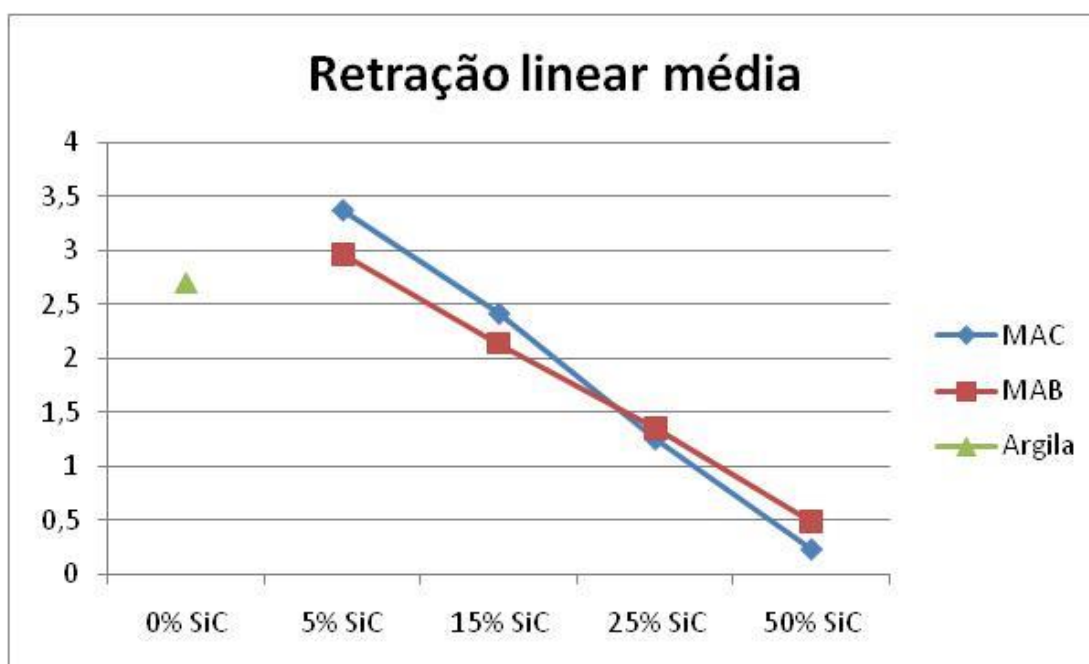
Fonte: Elaborado pelo autor

5.3 Ensaios Mecânicos

5.3.1 Retração de queima (retração linear)

Considerando os resultados obtidos, houve uma diminuição da retração linear pós queima com o aumento da incorporação de SiC, como pode ser observado na figura 26. Esta diminuição da retração está relacionada à composição dessa massa cerâmica, pois à medida que se aumenta a porcentagem do SiC, aumenta-se a concentração de materiais não plásticos. Esses materiais não plásticos não sofrem as mesmas reações físico-químicas e transformações de fase durante a sinterização, e isso leva a uma diminuição da retração dos materiais fabricados a base de argila (SOUZA & HOLANDA, 2003).

Figura 26 – Retração dos corpos de prova



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3.2 Teste de flexão

A Tabela 10 e a figura 27 apresentam os valores obtidos no teste de resistência à flexão. Observa-se que as formulações com 50% de incorporação de SiC obtiveram os menores valores de resistência, 2,2 MPa para os corpos de prova produzidos com as amostras provenientes do moinho a ar comprimido e 1,02 MPa para os corpos de prova produzidos com as amostras provenientes do moinho a bola. Esse resultado pode ser explicado pelo fato de que à medida que aumenta a porcentagem do SiC, aumenta-se a concentração de materiais

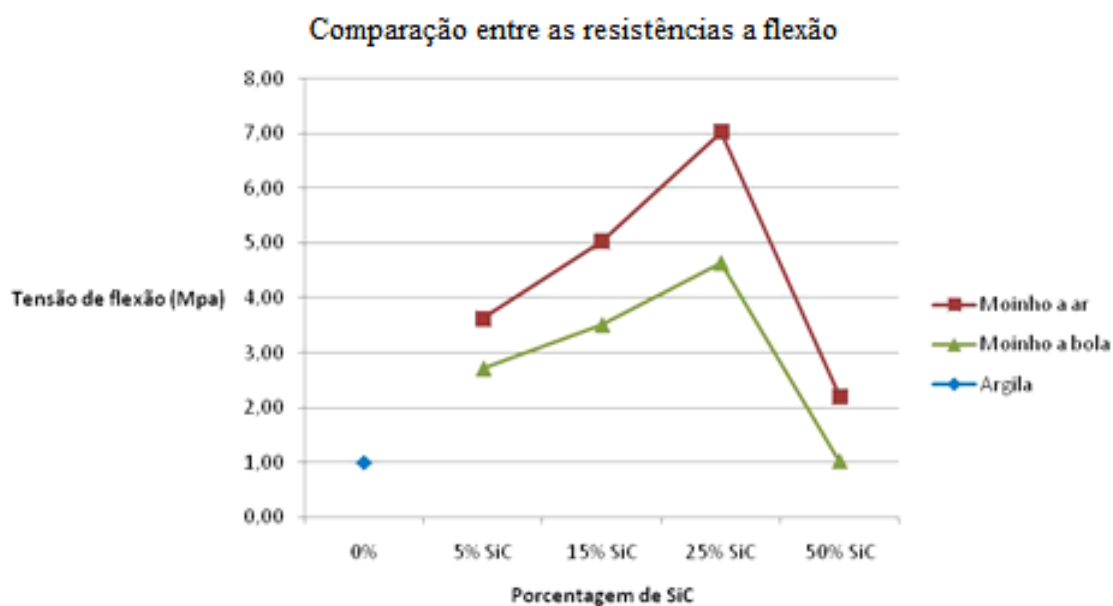
não plásticos e conseqüentemente a diminuição da interação entres as partículas (CANDIDO, 2012).

Tabela 10 – Valores de resistência a flexão obtidos em MPa

Média resistência a flexão (MPa)		
	MAC	MAB
5% SiC	3.62	2.71
15% SiC	5.03	3.50
25% SiC	7.02	4.63
50% SiC	2.20	1.02
0%	1.75	

Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 27 – Valores de resistência a flexão relacionados as diferentes porcentagens de SiC dos dois processos de moagem



Fonte: Elaborado pelo autor

Entretanto, nota-se que para as composição contendo 5%, 15% e 25% de SiC proporcionam um aumento na resistência dos corpos de prova quando comparados com os corpos de prova somente com argila. Sendo que o melhor resultado foi alcançado para a composição com 25% de carbeto de silício (7,02 MPa para os corpos de prova produzidos com as amostras provenientes do moinho a ar comprimido e 4,63 MPa para os corpos de

prova produzidos com as amostras provenientes do moinho a bola. Esse resultado já era esperado, pois o carbeto silício quando utilizado na proporção adequado provoca a tenacificação de materiais cerâmicos (SEMEGHIN, 2010).

Outro fato importante que pode se observado é que o processo de moagem interfere diretamente no desempenho mecânico desse material, isto ocorre devido ao fato de que o processo de moagem a ar comprimido produz um SiC de silício menos contaminado e partículas mais regular/arredondada, proporcionando dessa forma um melhor empacotamento das partículas.

5.3.3 Teste de absorção de água

Os valores de absorção de água dos corpos de prova utilizadas no trabalho são mostradas na tabela 11.

Tabela11 – Ensaio de absorção de água realizado dos corpos de prova

Ensaio de absorção de agua				
MAC				
	50% carbeto	25% carbeto	15% carbeto	5% carbeto
Ps	25.1549	20.1085	22.9975	23.9552
Pu	28.3218	22.3381	25.5486	26.7014
Diferença	3.1669	2.2296	2.5511	2.7462
%	13%	11%	11%	11%
MAB				
	50% carbeto	25% carbeto	15% carbeto	5% carbeto
Ps	25.4711	24.6342	23.8276	23.8030
Pu	28.9711	27.5244	26.5791	26.6901
Diferença	3.5000	2.8902	2.7515	2.8871
%	14%	12%	12%	12%
Argila				
0% SiC				
Ps	23.6050			
Pu	26.2739			
Diferença	2.6689			
%	11,31%			

Fonte: Elaborado pelo autor

Ao analisar os resultados vemos que os valores dos copos de prova com 100% argila, 5% de SiC, 15% de SiC e 25% de SiC se mantem praticamente constante em quantidade

percentual de água absorvida, já a proporção de 50% de SiC há um aumento em ambos os processos de moagem.

O aumento de absorção de água é uma possível justificativa ao fato dessa porcentagem de SiC fragilizar o material, como mostrado nos resultados do resultado de flexão. Isso se deve ao fato que quanto mais água o material absorve mais espaços vazios (poros) ele possui dentro dele para que essa água seja absorvida, e com maior quantidade de espaços maior pontos de fragilidade, como mostram o estudo realizado por Menezes et al. (2007). Isso fica evidente na composição 50% de SiC, cuja a resistência a flexão foi tão baixa (1,02 MPa para os corpos de prova produzidos com as amostras provenientes do moinho a bola) que ficou menor do a resistência a flexão dos copos de prova confeccionado com argila pura (1,75MPa).

6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos através da caracterização do carbetto de silício indicaram granulometria similares para ambos os processos de moagem, o que pode indicar o resultado na tenacificação não terá influência dessa propriedade. No entanto, deve-se considerar que a análise química e física foi bem distinta para o moinho a ar comprimido e moinho a bola, mostrando que os processos de moagem influem muito nessas características, podendo assim nos proporcionar escolher a matéria prima com maior ou menor teor de impureza de acordo com o seu processamento nesses moinhos. Essas propriedades podem provocar diferença no comportamento mecânico dos corpos de prova com diferentes quantidades de resíduo.

A prensagem dos corpos de prova utilizando a carga de 8Ton apresentou-se adequada devido a boa compactação dos corpos de prova, após a sinterização observou-se retração volumétrica máxima de 3,4 %, sendo que esta foi maior quanto menor a porcentagem de SiC presente na formulação, o que pode indicar que a densificação é dificultada com a adição deste material.

Os resultados de absorção de água indicaram que até 25% de SiC a absorção se mantém praticamente constante e ao elevar o teor de SiC para 50% há um aumento de 2% dessa absorção.

O ensaio de flexão também indicou um aumento de resistência à flexão e elevação da carga na ruptura, com o aumento da proporção de SiC até a porcentagem de 25%, ao aumentar o teor para 50% de SiC nota-se uma fragilização do material de forma abrupta. Sendo que no caso do moinho a bola, a porcentagem de 50% atingiu um valor menor que o do corpo de argila puro, isso provavelmente se deve a baixíssima área superficial do carbetto de silício utilizado, que promove uma saturação de ligações no corpo cerâmico e se torna um ponto físico de fragilidade. Nenhuma das formulações atingiu valores previstos em norma para esse tipo de produto, provavelmente devido à ausência de um ligante que conferisse maior resistência mecânica às amostras.

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que o carbetto de silício promove uma tenacificação considerável do corpo cerâmicos quando utilizado ate determinada proporção. Entretanto, existe a necessidade de realizar novos estudos utilizando matéria prima oriunda de outros processos de moagem, variando a temperatura de sinterização e adição de ligantes para conferir-lhes melhores propriedades a esses corpos, tais como resistência mecânica e absorção de água.

7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Com os resultados obtidos na realização deste trabalho, assim como as diversas variáveis que podem ser alteradas, pode-se sugerir os seguintes trabalhos a serem desenvolvidos:

- Avaliar amostras de carbetos de silício oriundas de outros processos de moagem;
- Avaliar a utilização de outro material para compor o corpo de prova junto ao carbetos de silício;
- Influência da temperatura de sinterização dos corpos de prova contendo SiC;
- Aumento da temperatura de sinterização para 1200 °C para haver a fusão da argila

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEL, A. **Caracterização de argilas para uso em saúde e estética**. Trabalho de conclusão de curso. 2009. 46f. Universidade do Extremo Sul Catarinense, Criciúma.

ABRANTES, J. **Moagem em Moinho de Bolas: Estudo de algumas Variáveis e Otimização Energética do Processo**. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/259582949_Moagem_em_Moinho_de_Bolas_Estudo_de_algunas_Variaveis_e_Otimizacao_Energetica_do_Processo>. Acessado em outubro de 2016

Albers, P. F; Melchiades, F. G.. **A simple method for the characterization of clay minerals by X-ray diffraction**. São Carlos. Mar. 2002. 1-37.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA. **Informações Técnicas**. Disponível em: <<http://www.abeceram.org.br>> Acesso em: 28 Ago. 2016-11-01..

BANERJEE, S. **Properties of Refractories**. In: SCHACHT, C. A. Refractories Handbook. Estados Unidos, Marcel Dekker, 2004. 1-10.

BARSOON, M. W. **Fundamentals of ceramics**. McGraw-Hill, Singapore, 1997. 670 p.

BIFFI, G. **Defeitos de fabricação das placas cerâmicas**. Tradução: Jaime Pedrassani. São Paulo: Faenza Editrice do Brasil, 2000.

BRISTOT, V. M. **Máquinas e equipamentos para cerâmica**. Criciúma: Luana, 1996.

CALLISTER, W. D. JR. **Estrutura e propriedades das cerâmicas**. Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução. Rio de Janeiro, LTC, 2002. 265-290.

CARDOSO, H. A. I.; Motisuke, M.; Zavaglia, C. A. C. **Análise da influência de dois processos distintos de moagem nas propriedades do pó precursor e do cimento de beta-TCP**. Disponível em: <https://www.researchgate.net/profile/G_Neves/publication/262735621_Use_of_kaolin_p

rocessing_waste_for_the_production_of_ceramic_brick_and_roof_tiles/links/53ff03ae0cf21e
dafd1552a0.pdf>. Acessado em outubro de 2016

CLEGG, W. J. et al. **A simply way to make tough ceramics**, Nature, London, v.347, p.455-457, Oct/1990.

Clyne, T. W.; Whithers, P.J – An Introduction to Metal Matrix Composites, Cambridge University Press, Cambridge 1997.

CINTRA, G. B. **Caracterização termomecânica de concretos espinelizados no sistema Al_2O_3 -MgO**. 2008. 200 p. Dissertação em Engenharia de Materiais – Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2008.

Difração a laser. Disponível em: < <http://www.malvern.com/br/products/technology/laser-diffraction/>>. Acessado em outubro de 2016.

D.W. RICHERSON, **Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing, and Use in Design**, 3rd Edition (Materials Engineering), 707 p. 2005.)

ESCHNER, A. R.; PAPP G.; ROUTSCHKA G. **Materials in refractory engineering**. Refractory engineering, Essen: Vulkan-Verlag GmbH, 2004, 3-66.

HARRIS, G. L. **Basic Physical Properties**. Properties of Silicon Carbide. Londres: Institution of Electrical Engineers, 1995. 3-13.

HECK, C. **Gres porcelanato**. Revista Cerâmica Industrial, v. 1, n. 4/5, ago/dez,1996.

HSU, S. M.; SHEN, M. **Wear prediction of ceramics**. Wear.no. 256, 867-878. 2004

H-Xu, T. Bhatia, S.A.Deshpande. N.Padture, A.L.Ortiz, F.L. Cumbreira, "Microstructural Evolution in Liquid-Phase-Sintered SiC: Part I, Effect of Starting Powder", J.Am.Ceram.Soc, 84, 1578-1584, 2001.

INOMATA, Y. **Crystal chemistry of silicon carbide**. SŌMIYA, S.; INOMATA, Y. Silicon carbide ceramics: fundamental e solid reaction. Inglaterra: Elsevier Applied Science, 1991. 1-11.

INTERNATIONAL STANDARD FOR ORGANIZATION. ISO 10545 – Parte 3.

J-F. Yang, Y-H. Choa, J.P. Singh, K. Niihara, " Fabrication and mechanical properties of Si₃N₄/SiC nanocomposite with pressureless sintering and sinter-post-HIPing", J. Ceram. Soc. Japan, 106, 951-957, 1998.

Khor, K.A; Yuan, Z.H; Boye, F. Processing of submicron SiC renifoces Al-Li Composites by Mechanical Milling “, Processing anda Frabication of Advanced Material – VI Edited by T.S Srivatsam and JJ Moore – The Minerals Metals e Materials, 2005.

Kingery, W. D., Bowen H. K. “**Introduction to Ceramics**”, 2nd Ed., John Wiley & Sons (1976).

KNIPPENBERG, W. F. **Growth phenomena in silicon carbide**. 1963. 113 p. Tese – Universidade de Leiden, Holanda, 1963.

LEE, W. E.; MOORE, R. E. **Evolution of in situ refractories in the 20th century**. J. Am. Ceram. Soc., 81, 1998, 1385-1410.

Lewandowski, J. J.; Lui, C. **Microstructural effects on the Fracture Micromechanics in 7XXX Al P/M-SiC Particulate Metal Matrix Composites**. In: International Symposium on Advanced Structural Materials, Montreal, 1988, ed. by D. S. Wilkinson. Proceedings, Pergamon Press, p. 23-31, 1989.

MANSUR, H.S. **Capítulo 7: técnicas de caracterização de materiais**. Disponível em: <<http://www.biomaterial.com.br/capitulo7part01.pdf>>2011.

MENEZES, R. R.; ALMEIDA, R. R. de Almeida. **Utilização do Resíduo do Beneficiamento do Caulim na Produção de Blocos e Telhas Cerâmicos**. Disponível

em:<https://www.researchgate.net/profile/G_Neves/publication/262735621_Use_of_kaolin_processing_waste_for_the_production_of_ceramic_brick_and_roof_tiles/links/53ff03ae0cf21edafd1552a0.pdf>. Acessado em outubro de 2016

METZGER, M. R.; WITMER, M. L. **Understanding Silicon Carbide Types Having the Right Tool for the Job**. Disponível em: <<http://www.scpobond.com/WorldCoal.pdf>>. Acesso em: novembro de 2016.

Michel Barsoum, **“Fundamentals of Ceramics”**, McGraw-Hill International Editions, Materials Science Series, International Editions (1997).

NAVARRO, J. E.; ALBARO, J. L. A.; FUSTER, M. M. **Tecnologia cerâmica**. Valencia: Instituto de Química Técnica Universidad de Valencia, [s.n.], 2002

NORTON, F. H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. Tradução Jefferson Vieira de Souza, São Paulo, Editora da Universidade de São Paulo, 1973.

OLIVEIRA, A. P. N. **Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos**. Revista Cerâmica Industrial, v. 5, n, 6, p. 37-47, nov/dez, 2000.

ORLOVSKAYA, N. et al. **Design of Si₃N₄-based ceramic laminates by the residual stresses**. Journal of Materials Science, Berlin, v.40, n.20, p.5443-5450, Oct/2005a.

O'DRISCOLL M., Into the fire. **Industrials Minerals**. Out. 2009. 28-33.

PARREIRA, P.S. **Metodologia de EDXRF e aplicações com um sistema portátil**. Universidade Estadual de Londrina, CCE, Departamento de Física. Londrina, 2006

GILFRICH, J.V. Modern X-ray fluorescence analysis. Prog. Analyt. Spectrosc., [v.]12, p. 1-20, 1989.

PIPAL, A. S., KULSHRESTHA A., TANEJA, A. Characterization and morphological analysis of airborne PM_{2.5} and PM₁₀. Agra located in north central India. **Atmospheric Environment**, v. 45, p. 3621-3630, 2011.

PIERSON, H. O. **Covalent Carbides: Structure and Composition**. Handbook of refractory carbides e nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Applications. Estados Unidos, Noyes Publications, 1996.118-136.

RICHERSON, D.W. Modern ceramic engineering. Marcel Dekker, inc. New York, 1982.

SANTOS, D. A., et al. **Técnicas para a disposição de rejeitos de minério de ferro**. Universidade Federal de Ouro Preto, 2012.

Santos P. S. **Ciência e Tecnologia das Argilas**, vol 1. Edgard Blücher: São Paulo.1989.

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

Saint-Gobain. Disponível em: <[http:// www.saint-gobain.com](http://www.saint-gobain.com)>. Acessado em outubro de 2016.

SEMEGHIN, F. **A influência da morfologia do carbetto de sílico nas propriedades termomecânicas de concretos refratários**. 46p. São Carlos, 2010.

SILVA, A. G. P.; ALVES, C. J. **A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização**. Revista Cerâmica, v.44, n.290,p. 225-232, nov/dez, 1998.

SOUZA, G. P.; HOLANDA, J. N. F. Comportamento de sinterização de massas argilosas contendo resíduo proveniente do setor petrolífero. **Cerâmica**, v.49, p.128-132, 2003.

SUMER, G. et al. **Proper selection of kiln furniture**.American Ceramic Society Bulletin. Vol. 74, no. 7, pp. 54-65. 1995.

Tam, N.J; Koh, H.H; Kohr, K.A; Boye, FYC – “Discontinuous Reinforcements in Extruded Aluminum – Lithium Materiz Composites”, Journal of Materials Pocessing Technology, vol 37, p. 391-403-1993

TANAKA, H. **Sintering of silicon carbide**. In: SÕMIYA, S.; INOMATA, Y. Silicon carbide ceramics: fundamental e solid reaction Inglaterra: Elsevier Applied Science, 1991. 213-238.

VAN VLACK, L. H. **Princípios de ciência dos materiais**. Tradução: Luiz Paulo. Camargo Ferrão. São Paulo: Edgard Blucher, 1970

VAN VLACK, L. H. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. Tradução: Cid Silveira e Shiroyuki Oniki. São Paulo: Edgard Blucher, 1973.

VIEIRA, C. M. F.; MONTEIRO, S. N. **Effect of the particle size of the grog on the properties of bricks**. In: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), p.249–254, 2009.

YAMADA, K.; MOHRI, M. **Properties and applications of silicon carbide ceramics**. In: SÕMIYA, S.; INOMATA, Y. Silicon carbide ceramics: fundamental e solid reaction. Londres: Elsevier Applied Science, 1991. 13-44.

ZAIDEN, A. Ensaios mecânicos. Disponível em:<<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAAvTwAE/ensaios-mecanicos>>. Acessado em outubro de 2016.