



**Dissertação de Mestrado**

**NAIRA RAQUEL DE SOUZA**

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE AUTO CURA DE CERÂMICAS PRODUZIDAS  
COM ALUMINA E CARBETO DE SILÍCIO**

**Belo Horizonte**

**2021**



NAIRA RAQUEL DE SOUZA

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE AUTO CURA DE CERÂMICAS PRODUZIDAS  
COM ALUMINA E CARBETO DE SILÍCIO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

Agência financiadora: CAPES.

Belo Horizonte

2021

Souza, Naira Raquel de.  
S729a Avaliação da capacidade de auto cura de cerâmicas produzidas  
com alumina e carbetto de silício / Naira Raquel de Souza. – 2021.  
81 f. : il.

Orientador: Paulo Renato Perdigão de Paiva

Dissertação (Mestrado) – Centro Federal de Educação  
Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2021.  
Bibliografia.

1. Materias de autocura. 2. Alumina. 3. Carbetto de silício. 4.  
Material Cerâmico. I. Paiva, Paulo Renato Perdigão de. II. Título.

CDD: 620.1123



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS - NS



ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 18/2021 - POSMAT (11.52.07)

Nº do Protocolo: 23062.033690/2021-97

Belo Horizonte-MG, 28 de julho de 2021.

*DISSERTAÇÃO DE MESTRADO*

*"AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE AUTO CURA DE CERÂMICAS PRODUZIDAS COM ALUMINA E CARBETO DE SILÍCIO"*

Autora: Naira Raquel de Souza

Orientador: Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva (ORIENTADOR)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Marcello Rosa Dumont (EXAMINADOR INTERNO)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.ª Dr.ª Aline Silva Magalhães (EXAMINADORA EXTERNA)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG

Prof.ª Dr.ª Camila Soares Fonseca (EXAMINADORA EXTERNA)  
Universidade Federal de Lavras - UFLA

*(Assinado digitalmente em 04/08/2021 12:10)*

ALINE SILVA MAGALHAES  
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO  
DEMAT (11.55.06)  
Matricula: 2234454

*(Assinado digitalmente em 05/08/2021 11:46)*

MARCELLO ROSA DUMONT  
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO  
DEMAT (11.55.06)  
Matricula: 2143739

*(Assinado digitalmente em 05/08/2021 13:16)*

PAULO RENATO PERDIGÃO DE PAIVA  
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO  
DEMAT (11.55.06)  
Matricula: 2112363

*(Assinado digitalmente em 04/08/2021 16:22)*

CAMILA SOARES FONSECA  
ASSINANTE EXTERNO  
CPF: 071.870.966-74

Para verificar a autenticidade deste documento entre em <https://sig.cefetmg.br/public/documentos/index.jsp> informando seu número: **18**, ano: **2021**, tipo: **ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**, data de emissão: **28/07/2021** e o código de verificação: **8f7dba49de**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus pelas oportunidades.

Agradeço ao meu orientador Dr. Paulo Renato pela instrução e amizade.

Ao CEFET-MG pelo apoio, em especial aos técnicos dos laboratórios e aos professores da instituição.

Agradeço aos meus amigos e familiares por me ajudarem sempre.

Agradeço a Capes pelo apoio financeiro para realização deste trabalho.

## RESUMO

Materiais de auto cura são uma classe nova de materiais inteligentes com a capacidade de recuperar parcialmente ou totalmente uma funcionalidade após o surgimento de um defeito. A auto cura aplicada a materiais cerâmicos pode aumentar sua vida útil e ser economicamente viável, uma vez que estes materiais apresentam fratura frágil e não seria necessária a sua substituição sempre que surgir um defeito. Esse trabalho avaliou a capacidade de auto cura de um material cerâmico produzido por prensagem uniaxial à frio e com granulometrias micrométricas, com alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), carbetos de silício (SiC) e óxido de magnésio (MgO). As matérias-primas foram caracterizadas por difração de raios X, fluorescência de raios X e granulometria por difração a laser. Os corpos de prova foram produzidos variando a proporção de SiC em 15 %, 20 % e 30 % na matriz de alumina e mantendo fixa a porcentagem de MgO (3 % em massa). Foi gerada uma descontinuidade na superfície dos corpos de prova para avaliar a auto cura variando o tempo no forno em 1 minuto, 30 minutos e 1 hora, na temperatura de 1000 °C. A partir dos resultados obtidos foi possível inferir que, para a mistura contendo 15 % de SiC, os corpos de prova curados por 60 minutos tiveram um aumento na resistência à flexão de 84,9 % quando comparados com os corpos de prova que foram apenas indentados. Para o tempo de cura de 30 minutos houve a redução do tamanho da descontinuidade nos corpos de prova em cerca de 19,1 % para a formulação contendo 15 % de SiC. Os resultados obtidos são indicadores de que os materiais produzidos por prensagem uniaxial à frio e com granulometria micrométrica são capazes de auto cicatrização.

**Palavras-chave:** auto cura, alumina, carbetos de silício, agente ativador.

# EVALUATION OF THE SELF-HEALING CAPACITY OF CERAMICS PRODUCED WITH ALUMINA AND SILICON CARBIDE

## ABSTRACT

Self-healing materials are a new class of smart materials with the ability to partially or fully recover functionality after a defect has arisen. Self-healing applied to ceramic materials can increase their useful life and be economically viable, since these materials present a fragile fracture and would not be necessary to replace them whenever a defect occurs. This work evaluated the self-healing capacity of a ceramic material produced by uniaxial cold pressing and with micrometric granulometry, with alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), silicon carbide (SiC) and magnesium oxide (MgO). The raw materials were characterized by X-ray diffraction, X-ray fluorescence and laser diffraction particle size. The specimens were produced by varying the proportion of SiC in 15 %, 20 % and 30 % in the alumina matrix and keeping the percentage of MgO fixed (3 % by mass). A discontinuity was generated on the surface of the specimens to assess self-healing, varying the time in the oven in 1 minute, 30 minutes and 1 hour, at a temperature of 1000 °C. From the results obtained, it was possible to infer that, for the mixture containing 15 % of SiC, the specimens healed for 60 minutes had an increase in flexural strength of 84,9 % when compared to the specimens that were only indented. For the 30-minute healing time there was a reduction in the size of the discontinuity in the specimens by about 19,1 % for the formulation containing 15 % of SiC. The results obtained are indicators that the materials produced by uniaxial cold pressing and with micrometric granulometry, they are capable of self-healing.

**Keywords:** self-healing, alumina, silicon carbide, activating agent.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Deformação dos grânulos durante a prensagem.....	19
Figura 2 - Mudanças microestruturais durante a sinterização.....	20
Figura 3 - Esquema básico de auto cura de um material.....	22
Figura 4 - Abordagem intrínseca de auto cura. ....	24
Figura 5 - Polímero com interações supramoleculares. ....	24
Figura 6 - Abordagem de microcápsulas como agente de cura. ....	25
Figura 7 - Abordagem de fibras ocas como agente de cura.....	26
Figura 8 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao processo de indentação. ....	29
Figura 9 - Indentação do material com o procedimento utilizado.....	30
Figura 10 - Auto cura em cerâmicas SiOC/MoSi <sub>2</sub> .....	31
Figura 11 - Gráfico de temperatura de transição vítrea por temperatura de fusão. ....	32
Figura 12 - Processo de auto cura: inflamação.....	33
Figura 13 - Processo de auto cura: reparação.....	33
Figura 14 - Processo de auto cura: remodelação.....	34
Figura 15 - Auto cura e recuperação de força do compósito com e sem um agente ativador. ....	35
Figura 16 - Seção transversal de um motor a jato CF6 convencional. ....	36
Figura 17 - Fluxograma das etapas de produção dos corpos de prova.....	38
Figura 18 - Fluxograma das etapas de análise de auto cicatrização. ....	41
Figura 19 - Curva granulométrica para a alumina. ....	46
Figura 20 - Curva granulométrica para o carbetto de silício. ....	46
Figura 21 - Curva granulométrica para o óxido de magnésio. ....	47
Figura 22 - Difratoograma obtido para a amostra de alumina.....	49
Figura 23 - Difratoograma obtido para a amostra de carbetto de silício. ....	50
Figura 24 - Difratoograma obtido para a amostra de óxido de magnésio. ....	51
Figura 25 - Corpos de prova sinterizados.....	52
Figura 26 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A1. ....	54
Figura 27 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A2. ....	55

Figura 28 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A3. ....	56
Figura 29 - Resultados de densidade dos corpos de prova para todas as formulações.....	57
Figura 30 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A1. ....	58
Figura 31 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A2. ....	59
Figura 32 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A3. ....	60
Figura 33 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A1. ....	62
Figura 34 - Curva de cura para as amostras de formulação A1. ....	63
Figura 35 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A2. ....	64
Figura 36 - Curva de cura para as amostras de formulação A2. ....	66
Figura 37 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A3. ....	66
Figura 38 - Curva de cura para as amostras de formulação A3. ....	68
Figura 39 - Superfície fraturada de um corpo de prova de cada formulação.....	68
Figura 40 - Amostra de formulação A1 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente. ....	71
Figura 41 - Amostra de formulação A2 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente. ....	72
Figura 42 - Amostra de formulação A3 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente. ....	73

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Formulação dos corpos de prova. ....	40
Tabela 2 - Divisão da quantidade de amostras para cada condição. ....	42
Tabela 3 - Análise granulométrica das matérias-primas. ....	45
Tabela 4 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de alumina. ....	47
Tabela 5 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de carbetto de silício. ....	48
Tabela 6 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de óxido de magnésio.....	48
Tabela 7 - Resultado de retração linear.....	53
Tabela 8 - Resultados de absorção de água para formulação A1.....	54
Tabela 9 - Resultados de absorção de água para formulação A2.....	55
Tabela 10 - Resultados de absorção de água para formulação A3.....	56
Tabela 11 - Resultados de porosidade aparente para formulação A1. ....	58
Tabela 12 - Resultados de porosidade aparente para formulação A2. ....	60
Tabela 13 - Resultados de porosidade aparente para formulação A3. ....	61
Tabela 14 - Resultados de resistência à flexão para formulação A1. ....	62
Tabela 15 - Resultados de resistência à flexão para formulação A2. ....	64
Tabela 16 - Resultados de resistência à flexão para formulação A3. ....	67
Tabela 17 - Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A1 após cura.....	71
Tabela 18 - Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A2 após cura.....	73
Tabela 19 - Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A3 após cura.....	74

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- °C = Graus Celsius
- $\mu\text{m}$  = Micrometro
- % = Percentual
- $\Theta$  = Ângulo de varredura
- $\sigma$  = Tensão
- $\rho$  = Densidade
- A1 = Formulação contendo 15 % em peso de silício
- A2 = Formulação contendo 20 % em peso de silício
- A3 = Formulação contendo 30 % em peso de silício
- ABNT = Associação Brasileira de Normas Técnicas
- Al = Alumínio
- $\text{Al}_2\text{O}_3$  = alumina
- ASTM = American Society for Testing and Materials
- ANOVA = Análise de variância de fator único.
- b = Largura do corpo de prova
- $\text{B}_2\text{O}_4$  = óxido de boro
- $\text{B}_4\text{C}$  = carbeto de boro
- CaO = Óxido de cálcio
- CMCs = Compósitos de matriz cerâmica
- $\text{Cr}_2\text{O}_3$  = Óxido de cromo
- DRX = Difração de raios X
- FRX = Fluorescência de raios X
- MEV = Microscopia eletrônica de varredura
- ECC = *Engineered Cementitious Composites*
- F = Carga aplicada
- Fe = Ferro
- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  = Óxido de ferro
- GPa = Giga Pascal
- h = Altura do corpo de prova
- $\text{HfO}_2$  = Óxido de háfnio
- HP = Alta pressão

- ICDD = *International Centre for Diffraction Data*
- $K_2O$  = Óxido de potássio
- Kgf = Quilograma força
- KV = Quilovolt
- kN = Quilo Newtons
- L = Distância entre os dois apoios do corpo de prova
- LP = Baixa pressão
- $L_q$  = Comprimento do corpo de prova após a sinterização
- $L_s$  = Comprimento do corpo de prova antes da sinterização
- mA = Miliampére
- $MgO$  = Óxido de magnésio
- mm = Milímetros
- min = Minutos
- Mn = Manganês
- $MnO$  = Óxido de manganês
- $MoSi_2$  = Dissiliceto de molibdênio
- MPa = Mega Pascal
- $M_xO_y$  = Óxido em que M é um metal, x e y são os índices estequiométricos e O é o oxigênio
- N = Newton
- $Na_2O$  = Óxido de sódio
- $Nb_2O_5$  = Óxido de nióbio
- NBR = Norma Brasileira
- NiO = Óxido de níquel
- PDF = Powder Diffraction File
- $P_i$  = Peso da peça submersa (em gramas).
- $P_u$  = Peso da peça úmida, com água absorvida (em gramas).
- $P_s$  = Peso da peça seca (em gramas).
- PVA = Poliacetato de vinila
- Rpm = Rotação por minuto
- $R_q$  = Retração linear em porcentagem após a sinterização do corpo de prova
- $SO_3$  = Óxido sulfúrico

- Si = Silício
- SiC = Carbeto de silício
- SiO<sub>2</sub> = Óxido de silício
- SiOC = Matriz de silício-oxigênio-carbono
- Te = Ponto eutético
- Tg = Temperatura de transição vítrea
- TiO<sub>2</sub> = Óxido de titânio
- V = Vanádio
- Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = Óxido de ítrio
- ZnO = Óxido de zinco
- ZrO<sub>2</sub> = Óxido de zircônio

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>15</b>
<b>2.1 Objetivo Geral.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2 Objetivos Específicos .....</b>	<b>15</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>16</b>
<b>3.1 Materiais Cerâmicos Avançados .....</b>	<b>16</b>
<b>3.2 Produção de Cerâmicas Avançadas.....</b>	<b>19</b>
<b>3.3 Auto cura ou Auto cicatrização .....</b>	<b>21</b>
<b>3.4 Materiais Cerâmicos com Capacidade de Auto cura.....</b>	<b>26</b>
<b>3.5 Aplicações para Materiais de Auto cura .....</b>	<b>35</b>
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>38</b>
<b>4.1 Materiais para a Confeção dos Corpos de Prova.....</b>	<b>38</b>
<b>4.2 Formulação e Conformação dos Corpos De Prova .....</b>	<b>40</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>45</b>
<b>5.1 Caracterização da Matéria-Prima.....</b>	<b>45</b>
<b>5.2 Análise Visual dos Corpos de Prova Produzidos .....</b>	<b>52</b>
<b>5.3 Resultados do Processo de Cura .....</b>	<b>52</b>
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>75</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>76</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>77</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos de auto cicatrização, auto recuperação ou auto cura são uma nova classe de materiais inteligentes que podem recuperar parcialmente ou totalmente suas propriedades mecânicas após o surgimento de um defeito, principalmente trincas, devido à sua utilização. Esses materiais possuem capacidade de recuperação da funcionalidade de forma autônoma ou externa e a restauração de suas propriedades dependem principalmente da escolha dos agentes de cura (BEKAS *et al.*, 2016). Podem ser obtidos a partir de diferentes classes de materiais com propriedades intrínsecas diferenciadas, pois em todas as classes, a auto cura utiliza os mesmos conceitos subjacentes e é baseada no mesmo princípio geral.

A provável recuperação das propriedades mecânicas é devida à formação de uma fase móvel, uma vez que essa fase reage com a superfície do defeito e essa reação permite a reconexão dos planos de átomos por interações físicas e/ou ligações químicas. Após a cura, a descontinuidade é imobilizada, resultando na restauração de boa parte das propriedades mecânicas (HAGER *et al.*, 2010). A propriedade de auto cura permite, ainda, que esses materiais possam ser usados como revestimento ou para proteger ou reduzir a oxidação ou corrosão (LAMOUROUX *et al.* 1999).

O processo de auto cura é um grande avanço na utilização dos materiais cerâmicos, pois sabe-se que as propriedades mecânicas desses materiais limitam sua utilização em algumas aplicações, uma vez que estão sujeitos a fraturas catastróficas de uma maneira frágil. Sendo assim, estudos têm sido feitos para criar um material cerâmico com a capacidade de auto cura, proporcionando dessa forma uma maior vida útil e, conseqüentemente, um aumento na aplicabilidade das cerâmicas avançadas (OSADA *et al.*, 2017). Entre as matrizes cerâmicas que estão sendo avaliadas como auto cicatrizantes pode-se citar as matrizes produzidas com alumina (utilizando como agente de cura o carbetto de silício) e as matrizes de carbono (utilizando como agente cicatrizante o carboneto de silício ou fibras de alumínio) (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAH, 2016).

Essa tecnologia pode também se tornar economicamente viável, uma vez que a auto cura diminuiria a reposição e troca das peças com algum defeito superficial, que poderia influenciar em sua funcionalidade. Outro fator relevante é que a auto cura pode ser feita *in situ*, diminuindo dessa forma o tempo de parada para troca ou reparo de peças danificadas (OSADA *et al.*, 2017).

A auto cura dos materiais cerâmicos pode ser realizada por meio de encapsulamento do agente de cura, de expansão de fases presentes no material, de canal de transporte (fase móvel), por processos biológicos ou por processos eletroquímicos (HAGER *et al.*, 2010).

Neste trabalho foi produzida uma matriz cerâmica à base de alumina e carbetto de silício (como agente de cura) e óxido de magnésio (como agente ativador de cura), utilizando a prensagem uniaxial à frio para conformação e granulometria micrométricas. Esse processo de produção pode permitir a confecção de uma cerâmica mais economicamente viável, com a capacidade de auto cura, alcançando resultados eficientes mesmo com granulometrias maiores e a partir de um método de conformação mais simples e barato.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho é avaliar a capacidade de auto cura de uma matriz cerâmica à base de alumina, utilizando o carbetto de silício como agente de cura e o óxido de magnésio como agente ativador de cura, produzida por prensagem uniaxial à frio e com granulometrias micrométricas.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- a) Caracterizar as matérias-primas utilizando os métodos de difração de raios X (DRX) e fluorescência de raios X (FRX);
- b) Adequar a granulometria das matérias-primas utilizadas na confecção dos corpos de prova utilizando um moinho planetário de alta intensidade;
- c) Avaliar a capacidade de auto cura do corpo cerâmico produzido variando o tempo de cura no forno por 1, 30 e 60 minutos à 1000 °C;
- d) Analisar a capacidade de auto cura comparando os resultados das propriedades físicas e mecânica do material antes e após a realização da cura;
- e) Avaliar a auto cura do material cerâmico produzido através da medida da descontinuidade antes e após a cicatrização.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Materiais Cerâmicos Avançados

Os materiais cerâmicos são materiais inorgânicos e consistem em compostos formados por elementos metálicos e não-metálicos. Nesses compostos as ligações interatômicas podem ser predominantemente iônicas com alguma natureza covalente ou totalmente iônicas ou covalentes. Geralmente são isolantes térmicos e elétricos, resistentes à altas temperaturas devido ao elevado ponto de fusão, resistentes à ambientes severos, apresentam elevada dureza, possuem baixa densidade e são frágeis (CALLISTER, 2017; REED, 1998).

As cerâmicas avançadas ou de engenharia possuem um alto valor agregado e são obtidas a partir de matérias-primas sintéticas como alumina, carbetos de silício, nitretos e óxido de titânio. As matérias-primas para aplicação em cerâmicas avançadas devem ter pureza acima de 97 % e, geralmente, são produzidas por um tratamento térmico (CALLISTER, 2017; REED, 1998). Dentre estes materiais, os mais utilizados para produção de cerâmicas de auto cicatrização são as matrizes produzidas a partir de alumina com adição de carbetos de silício (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAIAH, 2016).

As propriedades mecânicas desses materiais limitam sua utilização em determinadas aplicações, pois estão sujeitos a fraturas catastróficas de uma maneira frágil, devido à sua baixa capacidade de se deformar plasticamente, mesmo quando submetidos a elevação da temperatura próximo ao ponto de fusão (RODRIGUES *et al.*, 2016).

Apesar de serem frágeis, os materiais cerâmicos avançados apresentam um elevado limite de ruptura e são muito utilizados em aplicações tecnológicas, tendo propriedades magnéticas, mecânicas, ópticas e elétricas muito particulares. Estão presentes em sistemas de comunicação por fibras ópticas, biomateriais, resistores, supercondutores, sistemas micro eletromecânicos e na indústria automotiva e aeroespacial (RODRIGUES *et al.*, 2016; OSADA *et al.*, 2017).

##### 3.1.1 Alumina

Um dos maiores representantes do grupo de materiais cerâmicos avançados é a Alumina ( $Al_2O_3$ ). Tal destaque se dá devido às suas propriedades como alta

estabilidade térmica, alta dureza, alto ponto de fusão (2050 °C), baixa condutividade térmica (20 W/mK a 30 W/mK), elevada resistividade elétrica ( $1 \times 10^{14} \Omega\text{cm}$  a  $1 \times 10^{15} \Omega\text{cm}$  mesmo em altas temperaturas), alta resistência à compressão (2000 MPa a 4000 MPa), resistência à abrasão e refratariedade, além de ser um material de baixo custo de produção quando comparado às outras matérias-primas avançadas (ABYZOV, 2019). A principal matéria-prima para a obtenção da alumina é a bauxita e para sua produção utiliza-se o processo Bayer (FILHO, ALVES, DA MOTTA, 2007).

Como a alumina apresenta uma excelente relação custo benefício, isso a torna uma das cerâmicas avançadas mais utilizadas pela indústria. A alumina possui diversas aplicações industriais, tais como revestimentos para evitar o desgaste abrasivo, substratos para a indústria microeletrônica, componentes de isolamento térmico para altas temperaturas, selos mecânicos, pastilha de revestimento de máquinas e equipamentos para mineradoras, olarias, indústrias petroquímicas e até mesmo blindagem balística. A alumina ainda é utilizada como biomaterial em implantes odontológicos e ortopédicos, além das aplicações industriais na fabricação de cadiños de alta pureza e produtos de uso laboratorial (ABYZOV, 2019; HUET; SAKONA; KURTZ, 2011; RAHMATI; MOZAFARI, 2018).

Na produção de cerâmicas de alta tecnologia a alumina é a mais utilizada devido à suas propriedades, sua versatilidade e baixo custo de obtenção quando comparada às outras matérias-primas. Cerâmicas fabricadas à base de carbetto ou nitreto de silício também apresentam um aumento em sua produção, uma vez que permitem o desenvolvimento de novos materiais com elevada resistência (MIKIJELJ *et al.*, 2015; SHE *et al.*, 2017).

Os materiais cerâmicos à base de alumina têm sido amplamente utilizados como materiais tecnológicos. Sabe-se que com o intuito de melhorar a resistência ao desgaste e as propriedades mecânicas da alumina, um grupo de materiais está sendo desenvolvido e estudado. Dentre esses materiais se destacam os produzidos à base de alumina com titânio, alumina com óxido de zircônia e alumina com carbetto de silício (ABYZOV, 2019; BISPO, 2016; BRANT, 1999; SHI *et al.*, 2019).

A cerâmica formada por alumina e carbetto de silício é muito utilizada, pois se sabe que o carbetto de silício adicionado à matriz de alumina resulta na melhora das propriedades mecânicas do composto (BRANT, 1999).

Desde a década de 90 houve um esforço na tentativa de obtenção de cerâmicas com propriedades avançadas. Depois do trabalho pioneiro de Niihara em 1991, a

adição como uma segunda fase de whiskers ou nanopartículas é considerada um dos métodos mais vantajosos para melhorar as propriedades mecânicas de cerâmicas à base de alumina.

### 3.1.2 Carbetto de silício

O carbetto de silício (SiC) é um dos materiais cerâmicos estruturais mais importantes e foi relatado pela primeira vez nos estudos feitos por J.J. Berzelius em meteoritos que datam de 1810. A síntese do carbetto de silício foi feita pela primeira vez em 1893 por E. G. Acheson em forno elétrico e por meio da reação da sílica e carbono. Acheson percebeu cristais de carbono de alta dureza fundidos em alumina (corundum) e por isso nomeou o produto como “carborundum” (YAMADA; MOHRI, 1991).

Esse material tem grande importância, pois apresenta uma combinação única de características como resistência ao desgaste, boa resistência mecânica mesmo em altas temperaturas, alta condutividade térmica e elétrica, excelente resistência à oxidação e ao choque térmico, alta dureza e densidade relativamente baixa (comparada aos metais). Suas propriedades são, em sua maioria, determinadas pelo alto caráter covalente das ligações que ocorrem entre os átomos de carbono e silício (EOM; KIM; RAJU, 2013).

As propriedades características do carbetto de silício proporcionam várias aplicações como a utilização como materiais abrasivos (lixas, pastas de polimento e rebolos), materiais metalúrgicos (agentes desoxidantes para fornos de fundição), suporte catalítico na indústria petroquímica, materiais refratários (tijolos, cadinhos, filtros e outros), ferramentas de corte (facas de carbetto de silício e alumina/zircônia), eletrônicos (leds, sensores, termistores, semicondutores), combustível nuclear (revestimento em barras de reatores para elevar a resistência em altas temperaturas), bicos de solda, hidroclones, moldes de lentes, molde e matriz para extrusão, entre várias outras (EOM; KIM; RAJU, 2013; FLORIAN *et al.*, 2005).

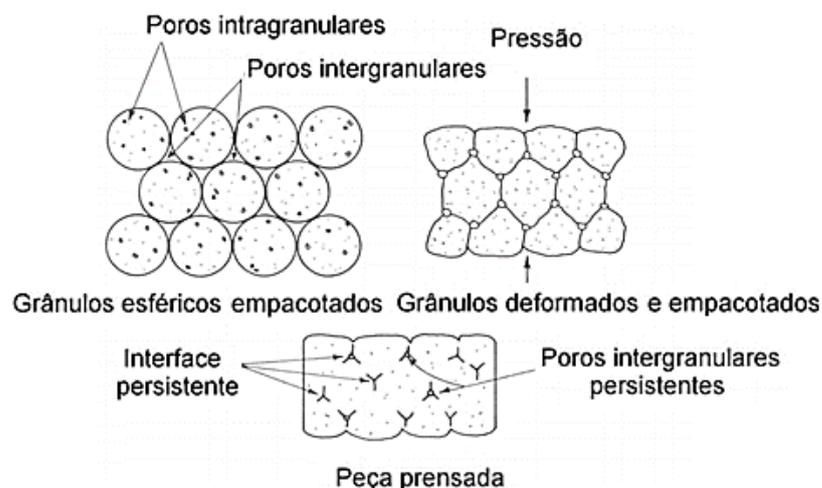
### 3.2 Produção de Cerâmicas Avançadas

Geralmente a produção de peças cerâmicas de alta tecnologia é realizada por prensagem uniaxial. Ressaltando que a sinterização desse tipo de cerâmica é realizada em temperaturas elevadas (REED, 1998).

A conformação de peças cerâmicas por prensagem uniaxial proporciona alta produtividade e peças com geometria e tamanho variados, sendo por esse motivo amplamente utilizada. Na operação de prensagem são usadas massas granuladas com baixo teor de umidade (variando de 5 % a 15 %) e o grau de compactação é maximizado quando a fração de espaços vazios diminui com a utilização de uma larga distribuição granulométrica, tendo partículas maiores e menores misturadas em proporções adequadas (REED, 1998).

Durante o processo de compactação dos grânulos ocorre o empacotamento e rearranjo das partículas, reduzindo o volume de poros intergranulares, como mostrado na Figura 1. Em seguida as partículas são deformadas plasticamente e/ou fraturadas, ocorrendo a redução contínua do volume e tamanho dos poros intergranulares. Após essa etapa ocorre um aumento pequeno na densidade da peça, reduzindo a porosidade intergranular (REED, 1998).

**Figura 1 - Deformação dos grânulos durante a prensagem.**



Fonte: REED, 1998.

A prensagem pode ser afetada pela distribuição de tamanho de partículas, densidade e empacotamento das mesmas, resistência à fratura, resistência à deformação, pela adição ou não de aditivos e pela utilização de molde lubrificado ou

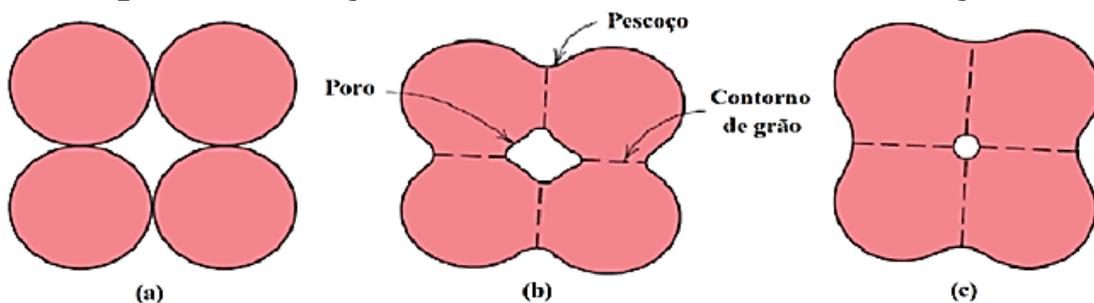
não. Os aditivos e a lubrificação do molde podem influenciar diretamente no empacotamento das partículas e, conseqüentemente, na homogeneização do compactado. Vale ressaltar também que, a pressão de compactação também influencia nas características do compactado. Uma compactação com pressão insuficiente pode levar ao aprisionamento de gases adsorvidos e afetar as propriedades mecânicas e de superfície do material (REED, 1998).

Além do processo de prensagem a sinterização é um outro fator determinante no desenvolvimento das propriedades finais dos produtos cerâmicos. Uma vez que, ela influencia na densificação do material por meio da difusão das partículas com conseqüente crescimento de grão e redução da porosidade (REED, 1998).

Existem dois tipos de sinterização: a sinterização no estado sólido e a sinterização na presença de fase líquida (vitrificação). A vantagem da sinterização no estado sólido é que se obtém uma densificação com quantidade de poros controlada e a vantagem da sinterização na presença de fase líquida é que ocorre um fechamento mais eficiente da porosidade (REED, 1998).

Na sinterização em estado sólido o transporte de material ocorre por difusão através do movimento de átomos, de vacâncias ao longo de um contorno de grão ou uma superfície ou através do próprio volume do material. Esse processo pode ser dividido em três estágios como mostrado na Figura 2: no estágio inicial (Figura 2.a) ocorre o rearranjo das partículas próximas criando pontos de contato onde será formado um pescoço entre elas, no estágio intermediário (Figura 2.b) ocorre o crescimento do pescoço (é nesse estágio que ocorre uma maior taxa de densificação e retração, diminuindo os poros) e no estágio final (Figura 2.c) ocorre o crescimento do grão, podendo ter poros isolados (CALLISTER, 2017).

**Figura 2 - Mudanças microestruturais durante a sinterização.**



Fonte: adaptado de CALLISTER, 2017.

A sinterização na presença de fase líquida ocorre pela fusão de um dos componentes do sistema ou resultando de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema, formando um líquido. Esse líquido preenche os espaços entre as partículas, densificando o material (CALLISTER, 2017).

Estudos realizados na produção de cerâmicas à base de alumina e carbetos de silício mostraram que a granulometria da alumina pode variar entre 0,4  $\mu\text{m}$  e 0,6  $\mu\text{m}$  e a granulometria do carbetos de silício entre 0,2  $\mu\text{m}$  e 0,3  $\mu\text{m}$ . Para a conformação, a carga de prensagem também pode variar entre 35 MPa e 40 MPa e a temperatura de sinterização varia entre 1400 °C e 1700 °C (CHLUP *et al.*, 2008; ANDO *et al.*, 2004; OSADA *et al.*, 2017; JOHNSON; ROKEBRAND; SIGALAS, 2014).

### 3.3 Auto cura ou Auto cicatrização

Um material de auto cura tem a capacidade de se auto reparar sob um estímulo quando ocorre uma fratura ou defeito durante uma operação em serviço, acidentalmente ou devido ao envelhecimento. O conceito de "auto cura ou auto cicatrização" é inspirado em seres vivos ou sistemas biológicos e tem sido amplamente desenvolvido durante a década de 90 (WHITE *et al.*, 2001).

Materiais de auto cura ou auto cicatrização são uma nova classe de materiais inteligentes capazes de recuperar parcialmente ou totalmente uma funcionalidade que é mediada por utilização operacional. Essa perda de funcionalidade local está relacionada com a situação em que uma parte de um material apresenta um desempenho inferior em relação ao restante desse mesmo material. Já a perda de funcionalidade global está relacionada com a situação em que o material tem um desempenho inferior em relação às suas propriedades iniciais, ou seja, em relação às propriedades antes de qualquer exposição a cargas operacionais (BEKAS *et al.*, 2016).

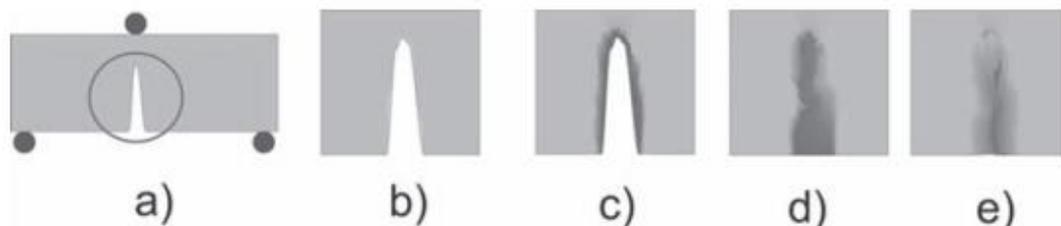
A classificação mais geral dos materiais de auto cura envolve a cura extrínseca ou intrínseca (GARCIA e FISCHER, 2014). Outras classificações estão relacionadas com a cura autônoma e a cura não-autônoma. Um material de auto cura autônomo não necessita de nenhum gatilho externo para iniciar o processo de auto reparação, enquanto os materiais não autônomos necessitam de um gatilho externo, como calor ou pressão, para ocorrer a reparação (BLAISZIK *et al.*, 2010; HAGER *et al.*, 2010).

A capacidade de recuperação de forma autônoma ou externa e suas propriedades iniciais são dependentes principalmente da seleção dos agentes de cura. As principais abordagens usadas para transmitir funcionalidade de auto cura aos materiais são métodos extrínsecos e baseados em cápsulas e vasculares. Agentes de auto cura variáveis têm sido estudados para atender aos requisitos das novas aplicações altamente exigentes de materiais inteligentes (BEKAS *et al.*, 2016).

Diferentes abordagens e estratégias de auto cura incluem o uso de agentes de cura contidos em microcápsulas (WHITE *et al.*, 2001), em redes mesoporosas (HAMILTON; SOTTOS; WHITE, 2012), em fibras ocas (PANG e BOND, 2005) ou em termoplásticos dissolvidos (HAYES *et al.*, 2007). As estratégias utilizadas para se obter materiais de auto cura foram investigadas nas classes de metais, cerâmicas e polímeros. Apesar desses materiais terem propriedades intrínsecas diferentes, para todos eles a auto cura baseia-se no mesmo princípio geral e usa os mesmos conceitos subjacentes (HAGER *et al.*, 2010).

O pré-requisito para ocorrer a auto cura de um dano mecânico é a formação de uma fase móvel que fecha essa rachadura, ressaltando que a auto cura ocorre do nível microscópico ao macroscópico (HAGER *et al.*, 2010). Na Figura 3 é mostrado um esquema básico de auto cura de um material.

**Figura 3 - Esquema básico de auto cura de um material.**



Legenda: a) uma carga mecânica produz uma fissura; b) fissura ampliada; c) uma fase móvel é formada; d) fechamento da fissura pela fase móvel; e) imobilização da fissura após a cura.

Fonte: HAGER *et al.*, 2010.

Primeiramente para um material ser submetido ao processo de auto cura é necessário que ele tenha sofrido algum dano mecânico (por exemplo, formação de uma trinca), como mostra a Figura 3.a-b. Como o princípio geral da auto cura baseia-se na geração de uma “fase móvel” (Figura 3.c), que ocorre devido à estímulos externos, a cura ocorre pelo transporte de massa da fase móvel para o local do dano

e pela reação subsequente (Figura 3.d). Essa reação permite a reconexão dos planos em que está localizado o defeito por interações físicas e/ou ligações químicas. Após a cura do dano o material móvel é imobilizado, resultando em propriedades mecânicas totalmente restauradas (no caso ideal) (Figura 3.e) (HAGER *et al.*, 2010).

De acordo com Hager *et al.* (2010) este princípio geral não é limitado à uma única classe de material, porém a temperatura necessária para gerar a auto cura pode variar dependendo dos materiais. Como exemplo, pode-se citar que a auto cura em concreto ocorre na temperatura ambiente, em materiais poliméricos e seus compósitos ocorre em baixas temperaturas (menor do que 120°C) e em materiais metálicos e cerâmicos ocorre em altas temperaturas, acima de 600 °C e de 800 °C, respectivamente.

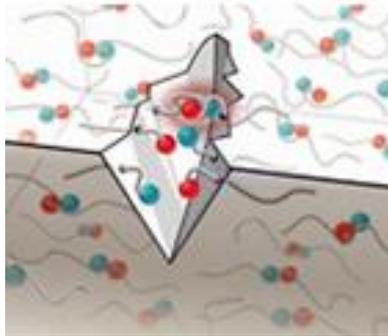
### 3.3.1 Cura intrínseca

A cura intrínseca é baseada em propriedades específicas de certos materiais tais como ligações químicas ou físicas e estruturas moleculares. Em geral a auto cura intrínseca requer estímulos externos (por exemplo, altas temperaturas) porém, existem poucos materiais intrínsecos de auto cura que não precisam de nenhum estímulo externo para começar o processo de cura. Como exemplos pode-se citar sistemas epóxi auto reparáveis e um elastômero termoplástico oligomérico constituído por ácidos graxos e dietilenodiamina funcionalizada com ureia (HAGER *et al.*, 2010).

Três diferentes modos de auto cura intrínseca foram propostos por Zhang e Rong (2012): a auto cura obtida por meio de ligações covalentes reversíveis, por meio de interações físicas termorreversíveis e por meio de interações supramoleculares reversíveis.

A auto cura obtida por meio de ligações covalentes reversíveis ocorre quando essas ligações dissociam e reassociam sob os danos, incluindo principalmente o equilíbrio da cadeia de anéis. A maior parte dos compósitos auto regenerativos que atuam por reações químicas reversíveis precisam de uma fonte externa de calor ou forte irradiação de luz para iniciar o processo de cura (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAH, 2016). Na Figura 4 é mostrado o mecanismo de auto cura em que as interações reversíveis são representadas nas cores azul e vermelha. Quando o dano ocorre, uma rachadura é formada e a auto cura é então obtida pela recuperação das interações anteriores, com ou sem um gatilho externo (BLAISZIK *et al.*, 2010).

**Figura 4 - Abordagem intrínseca de auto cura.**

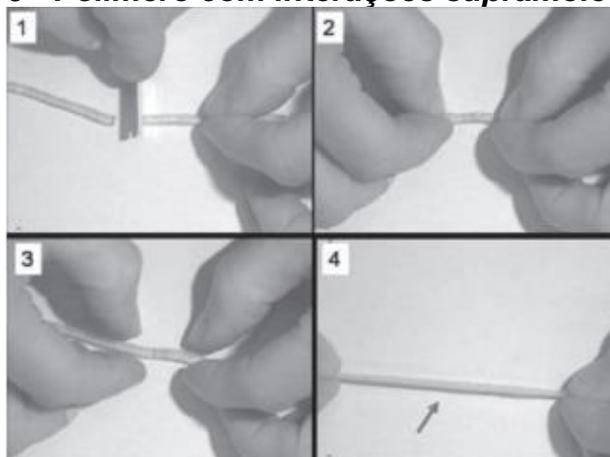


Fonte: BLAISZIK *et al.*, 2010.

A auto cura obtida por meio de interações físicas termorreversíveis foca principalmente em ionômeros que são polímeros contendo espécies iônicas, como sais metálicos, podendo agregar e formar aglomerados. Devido às formações de aglomerados reversíveis e alterações na mobilidade da rede polimérica, eles podem ser utilizados em aplicações de auto cura. (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAH, 2016).

A auto cura obtida por meio de interações supramoleculares reversíveis ocorre pelas interações entre as moléculas que apresentam ligações covalentes ou interações físicas, tais como interações eletrostáticas. As possíveis vias de obtenção dessas interações são ligação de hidrogênio ou coordenação de metal e precisam de um gatilho externo para iniciar, como pressão, luz ou altas temperaturas (GARCIA e FISCHER, 2014). Na Figura 5 é mostrado um polímero de auto cura com interações supramoleculares. Quando um dano ocorre as ligações são rompidas (principalmente as ligações de hidrogênio) e, por serem reversíveis, essas ligações são capazes de se reconstruir após um estímulo, como a pressão exercida nas superfícies do corte.

**Figura 5 - Polímero com interações supramoleculares.**



Fonte: HAGER *et al.*, 2010.

### 3.3.2 Cura extrínseca

O processo de cura extrínseca é baseado no uso de um agente de cura presente na matriz como uma fase separada (WHITE *et al.*, 2001). Em geral o agente de cura é utilizado com um catalisador, que também pode ser dissolvido ou encapsulado na matriz. Quando o dano ocorre, a secção é quebrada e o agente de cura e o catalisador são liberados, resultando na cicatrização e evitando o crescimento de trincas e falhas de fratura na estrutura. Os principais métodos de cura extrínseca são:

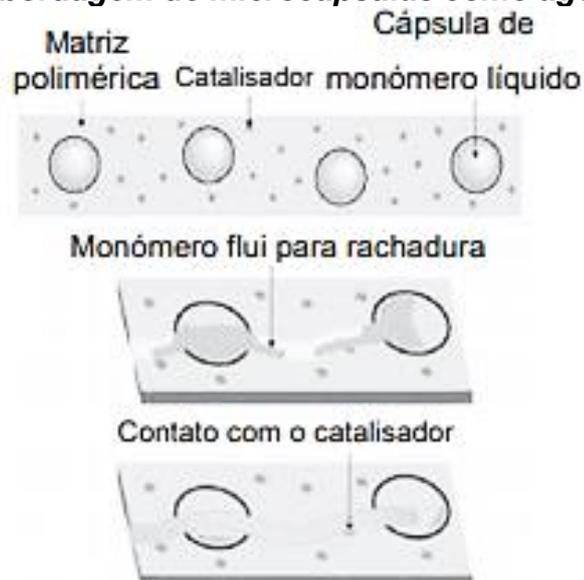
1. Os agentes de cura estão contidos na forma de microcápsulas e os catalisadores estão dispersos na matriz. O agente de cura também pode reagir, não havendo necessidade do catalisador para iniciar o processo (WHITE *et al.*, 2001).

2. O agente de cura está contido na forma de fibras ocas, que funcionam como um reservatório, e é liberado quando o dano ocorre (KESSLER, 2008; PANG e BOND, 2005).

3. O agente de cura está contido em uma rede mesoporosa, que também funciona como um reservatório externo e é liberado em caso de danos (HAMILTON; SOTTOS; WHITE, 2012).

Na Figura 6 é mostrado um compósito polimérico com um agente de cicatrização encapsulado e um catalisador disperso. Quando o material é danificado, o agente de cura flui para a rachadura e repara a rachadura com o auxílio do catalisador.

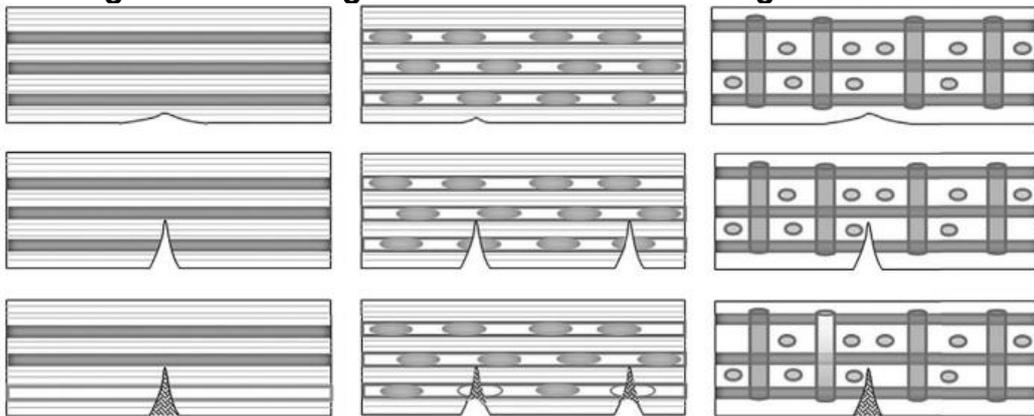
**Figura 6 - Abordagem de microcápsulas como agente de cura.**



Fonte: KESSLER, 2008.

Uma das principais vantagens das fibras sobre as microcápsulas é que as fibras podem ser interconectadas para formar uma rede, permitindo a entrega eficiente do agente de cura (Figura 7). Além disso, as fibras podem ser interligadas de maneira que uma grande área possa ser curada. Entretanto, como desvantagem, as fibras ocas têm maior influência nas propriedades mecânicas dos compósitos do que as microcápsulas (GARCIA e FISCHER, 2014).

**Figura 7 - Abordagem de fibras ocas como agente de cura.**



Fonte: GARCIA e FISCHER, 2014.

Na Figura 7 estão representadas três diferentes abordagens possíveis de materiais auto reparáveis de fibra oca (da esquerda para a direita): fibras ocas individuais, fibras compartimentadas e fibras interconectadas formando uma rede vascular. Várias técnicas podem ser usadas para fabricar materiais vasculares de auto cura, com a abordagem mais comum sendo o uso de fibras de vidro ocas preenchidas com um agente de cura apropriado (GARCIA e FISCHER, 2014).

Segundo Das, Melchior e Karumbaiah (2016) os materiais que necessitam de métodos extrínsecos para a auto cura são vulneráveis a danos repetidos no mesmo local, pois não é possível que a cura ocorra novamente uma vez que os agentes de cura sejam utilizados ou os recipientes se esvaziem.

### **3.4 Materiais Cerâmicos com Capacidade de Auto cura**

Nos últimos anos o estudo de auto cicatrização de cerâmicas utilizando carbeto de silício como agente de cura em matriz de alumina tem se tornado uma tecnologia avançada e promissora no desenvolvimento de peças cerâmicas que possuem essa

capacidade, melhorando desta forma sua vida útil (CHLUP *et al.*, 2008; ANDO *et al.*, 2004; OSADA *et al.*, 2017).

A preparação envolve a mistura dos pós de alumina e carbetto de silício em um meio aquoso ou não aquoso adequado, seguido de secagem, consolidação de corpo verde e a densificação em altas temperaturas. Entretanto, este método apresenta desvantagens, principalmente com matéria-prima de granulação muito fina (ou submicrométrica), pois dificilmente é possível evitar a aglomeração das nanopartículas de carbetto de silício e garantir uma mistura homogênea entre a matriz e o reforço. Outra causa do fenômeno de aglomeração envolve a etapa de secagem de suspensões compostas, que resulta em uma sinterização irregular e na formação de poros e rachaduras durante a densificação em temperaturas elevadas. Esse tipo de aglomeração pode ser amenizado por técnicas de secagem mais avançadas, como secagem ou granulação por congelamento ou até mesmo técnicas de modelagem úmida (KLEMENT *et al.*, 2018).

Durante as últimas décadas houve uma forte tendência de pesquisa que levou ao desenvolvimento de diferentes conceitos de materiais de auto cura, envolvendo polímeros, compósitos, metais e cerâmicas. Inicialmente foram conduzidos estudos sobre compósitos auto regenerativos baseados em resinas epóxi e atualmente o interesse em compósitos de matriz cerâmica (CMCs) vem aumentando rapidamente. O comportamento de auto cura dos materiais cerâmicos pode envolver encapsulamento, expansão de fases, canal de transporte, processos biológicos ou processos eletroquímicos (HAGER *et al.*, 2010).

Atualmente a pesquisa sobre materiais cerâmicos com capacidade de auto cura se concentrou sobre as matrizes à base de alumina com a utilização do carbetto de silício como agente de cura. Essa escolha é baseada em três fatos: a) o carbetto de silício (SiC) é relativamente estável até 2270 °C; b) o SiC irá se decompor em óxido de silício (SiO<sub>2</sub>), possuindo um volume específico 113 % maior do que sua fase inicial, quando exposto a altas temperaturas e c) o SiC tem facilidade de se ligar à matriz de alumina (BOATEMAA *et al.*, 2016).

Entretanto, existem outros compostos que podem ser utilizados como agente de cura quando exposto a um agente ativador externo. O trabalho desenvolvido por Boatema *et al.* (2016) mostrou que os óxidos compostos pelos metais de transição do óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), óxido de zircônio (ZrO<sub>2</sub>), óxido de zinco (ZnO), óxido de háfnio (HfO<sub>2</sub>), óxido de nióbio (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), óxido de cromo (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

podem ser promissores quando utilizados como agente de auto cura, desde que as condições de cura sejam realizadas entre 1227 °C e 1427 °C.

O processo de auto cura em materiais cerâmicos é induzido fundamentalmente pela oxidação passiva da região que contém o defeito (geralmente o defeito que ocorre na superfície de um material cerâmico é uma trinca). Essa oxidação ocorre devido a reação do agente de cura incorporado na matriz cerâmica; um fator determinante é que essa reação de oxidação só ocorre em altas temperaturas. Os materiais oxidados recém-formados preenchem o volume da trinca e se ligam novamente às superfícies do material, recuperando dessa forma a sua resistência (NAKAMURA *et al.*, 2017).

De um modo geral, temperaturas locais muito elevadas são necessárias para que ocorra a auto cura devido às altas energias de ativação do transporte de massa nas estruturas covalente e/ou iônicas dos materiais cerâmicos. Mitomo, Nishimura e Tsutsumi (1996) demonstraram que foi possível uma regeneração extensiva da resistência original de matrizes de alumina em temperaturas entre 1400 °C e 1600 °C. Os autores concluíram que a matriz recuperou a resistência mecânica para cerca de 45 % do valor original.

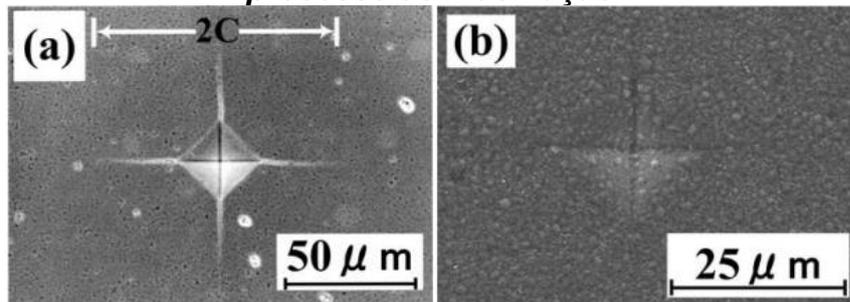
Existem na literatura vários estudos sobre a utilização de agentes de cura em uma matriz cerâmica com o intuito de reduzir ou proteger a oxidação ou corrosão da peça cerâmica. Dentre eles pode-se citar o estudo realizado por Lamouroux *et al.* (1999), em que os autores avaliaram a utilização do óxido de boro ( $B_2O_4$ ) como agente de cura em uma matriz contendo silício e carbono em multicamadas em que a função da cura era proteger as fibras de carbono da oxidação ou corrosão. Os resultados obtidos pelos autores foram promissores, desde que a temperatura de auto cura utilizada ficasse na faixa de 600 °C até 1000 °C. Outro exemplo são os estudos realizados por McKee (1988), em que o autor avaliou a redução da oxidação de compósitos de carbono em formato de lâminas reforçados com fibras de carbono, utilizando o boreto de zircônio, óxido de boro e carbeto de silício como agentes de cura. O autor concluiu que esses agentes de cura podem reduzir de modo significativo a oxidação do carbono no compósito.

Zhang *et al.* (2011) avaliaram a auto cura de matriz cerâmica de múltiplas camadas composta por carbeto de silício e carbeto de boro ( $B_4C$ ) utilizando como agente de cura fibras de carbono. Os resultados mostraram que a resistência à tração e a tensão de ruptura aumentaram quando foi utilizada uma temperatura de cura de 1000 °C, acima dessa temperatura elas diminuíram e apresentaram fratura frágil. A

variação da resistência com a temperatura pode ser explicada pela tensão residual térmica e pela cristalização de  $B_4C$  na matriz em multicamadas.

Ando et al. (2004) avaliaram a auto cura de matrizes cerâmicas produzidas à base de alumina e como agente de cura foi utilizado o SiC. A propriedade de auto cura foi demonstrada e relatada como sendo a consequência da oxidação do SiC quando o oxigênio penetrava nas fissuras. A oxidação ocorreu sob altas temperaturas e o material apresentou alto limite de fadiga à temperatura ambiente. Concluiu-se que as cerâmicas compostas de alumina ( $Al_2O_3$ ) e carbeto de silício (SiC) têm a capacidade de cicatrizar após fratura entre 1000 °C a 1400 °C. A amostra apresentou um limite de fadiga muito elevado à temperatura ambiente e também à 1100 °C. A grande capacidade de cicatrização é uma propriedade desejável para a alta integridade estrutural do componente cerâmico. O processo de auto cura é mostrado na Figura 8.

**Figura 8 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao processo de indentação.**

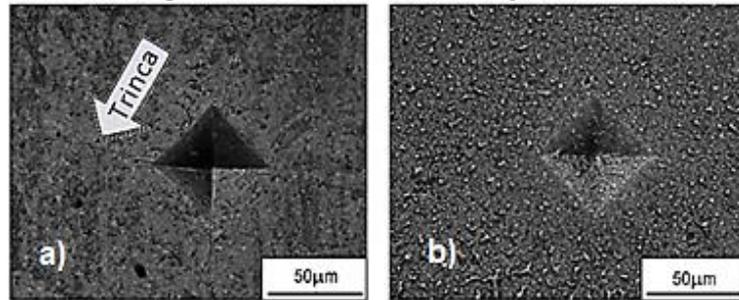


Legenda: a) antes da cura; b) depois da cura.

Fonte: Adaptado de ANDO *et al.*, 2017.

Chlup *et al.* (2008) utilizaram uma matriz produzida com alumina e adicionaram 15 % em peso de carbeto de silício para atuar como agente de cura. A cura ocorreu à temperatura de 1300 °C por 1 hora. A resistência à flexão após a cura atingiu um valor de cerca de 800 MPa (flexão de três pontos) e o módulo elástico de Young atingiu o valor de 402 GPa na flexão de quatro pontos e 392 GPa na carga de três pontos. O procedimento de cicatrização utilizado foi considerado suficiente para recuperar completamente as propriedades originais dos corpos de prova. O maior defeito de superfície (trincas com comprimento de 250  $\mu m$  e profundidade de 100  $\mu m$ ) foi produzido usando um indentador Vickers, entretanto essas trincas foram totalmente eliminadas durante o processo de auto cura (Figura 9).

**Figura 9 – Indentação do material com o procedimento utilizado.**



Legenda: a) antes da cura; b) após a cura.

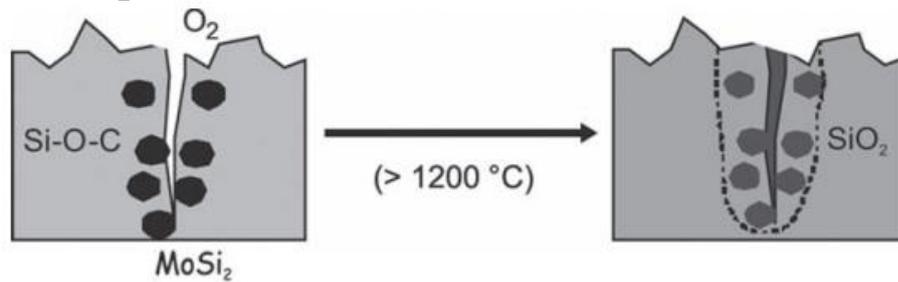
Fonte: Adaptado de CHLUP *et al.*, 2008.

Vale ressaltar também que, nos últimos anos, a auto cura autógena de materiais de concreto hidráulico vem sendo estudada assim como suas possíveis aplicações. Quando o concreto é danificado a água entra nas fissuras e leva à uma formação local de hidratos, permitindo uma cura detectável da trinca. Essa cura depende da morfologia e largura da fissura e da pressão e valor do pH da água. A largura da fissura é importante no processo de auto cura e por isso foram desenvolvidos Compósitos Cimentícios Projetados (*Engineered Cementitious Composites - ECC*) que controlam a largura da fissura, reduzindo para valores abaixo de 60 µm, mesmo em tensões muito altas (HAGER *et al.*, 2010).

Outro método de auto cura de concreto que está sendo estudado envolve uma abordagem bio inspirada em que bactérias são imobilizadas no concreto e são ativadas quando a água penetra nas trincas, fazendo com que as bactérias comecem a precipitar nos minerais que formam o concreto e quando a precipitação se inicia o processo de cura também é iniciado (HAGER *et al.*, 2010).

Além dos métodos de modificação da composição da matriz, há a possibilidade de utilizar revestimentos protetores auto curativos. Em materiais cerâmicos compostos por carbetos de silício (exemplo: bico do queimador) o próprio calor de combustão inicia a reação de cicatrização (Figura 10). Nesse caso, o agente de cura dissiliceto de molibdênio ( $\text{MoSi}_2$ ) contido na matriz de silício-oxigênio-carbono ( $\text{SiOC}$ ) é oxidado pela permeação de oxigênio, fazendo com que o  $\text{SiO}_2$  formado durante a reação de oxidação feche completamente a fissura (HAGER *et al.*, 2010).

**Figura 10 - Auto cura em cerâmicas SiOC/MoSi<sub>2</sub>.**



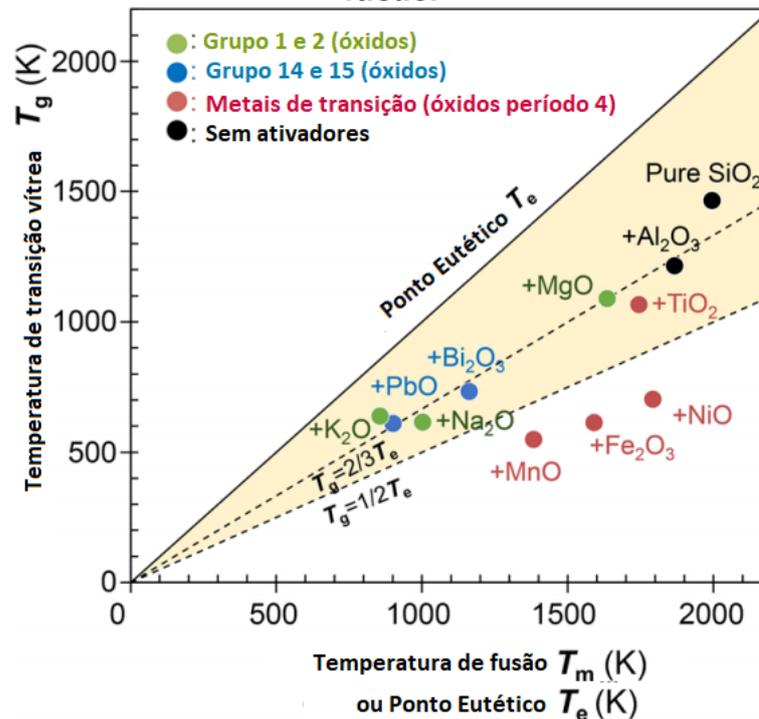
Fonte: Adaptado de HAGER *et al.*, 2010.

### 3.4.1 Influência da adição de ativadores de cura na auto cicatrização dos materiais cerâmicos

Os ativadores de cura são óxidos que podem ser adicionados a matriz cerâmica com capacidade auto cicatrizante para acelerar o processo de cura. A adição de ativador produz uma fase móvel que possibilita a entrega eficiente de oxigênio e incorpora uma rede adicional de cura. A utilização de ativador acelera significativamente o fechamento da trinca e promove a regeneração de uma fase cristalina com altas propriedades mecânicas (OSADA *et al.*, 2017).

O ativador é selecionado com base na temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) do material cicatrizante resultante e em relação ao ponto eutético (T<sub>e</sub>) depois da cristalização (Figura 11). A T<sub>g</sub> corresponde à temperatura mais baixa na qual ocorre a cicatrização com um derretimento cicatricial super-resfriado e a T<sub>e</sub> corresponde à temperatura mais alta na qual esse fundido endurece e solidifica. Os principais ativadores utilizados são o óxido de manganês (MnO), óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), óxido de magnésio (MgO) e óxido de níquel (NiO) (OSADA *et al.* 2017).

**Figura 11 - Gráfico de temperatura de transição vítrea por temperatura de fusão.**



Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

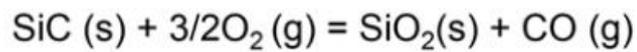
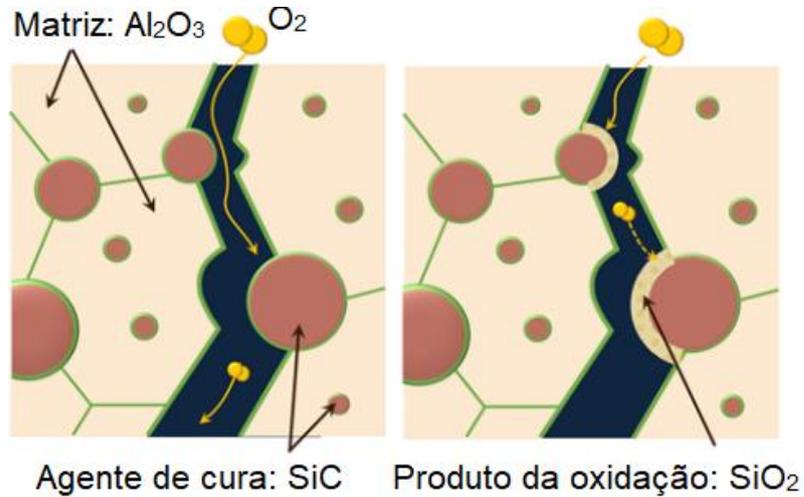
Os óxidos  $\text{MnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{NiO}$  são considerados excelentes ativadores, uma vez que a presença deles diminuiria a viscosidade do material de cura, aumentando a difusão de oxigênio na região do defeito, acelerando a oxidação e, conseqüentemente, a cicatrização. Essa difusão só é possível devido a diminuição da temperatura de transição vítrea ( $T_g = 0,5T_e$ ), como mostra a Figura 11. Outros óxidos como óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ) e óxido de magnésio ( $\text{MgO}$ ) também atuam na diminuição da temperatura de transição vítrea, entretanto de forma menos intensa, pois a  $T_g$  é igual a  $0,67T_e$  (Figura 11) (OSADA *et al.* 2017).

Vale ressaltar que, mesmo em pequenas quantidades o ativador de cura apropriado acelerara significativamente a auto cicatrização dos materiais cerâmicos que apresentam a propriedade de auto cura. Porém, o ativador deve ser cuidadosamente escolhido com base na aplicação pretendida e no ambiente operacional ao qual o material está submetido (OSADA *et al.*, 2017).

O estudo realizado por Osada *et al.* (2017) (Figuras 12, 13 e 14) mostra como o ativador de cura atua na aceleração da cicatrização de uma cerâmica. Pode-se observar nas Figuras 12, 13 e 14 que o estudo foi realizado em uma matriz cerâmica

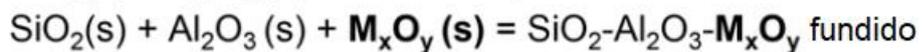
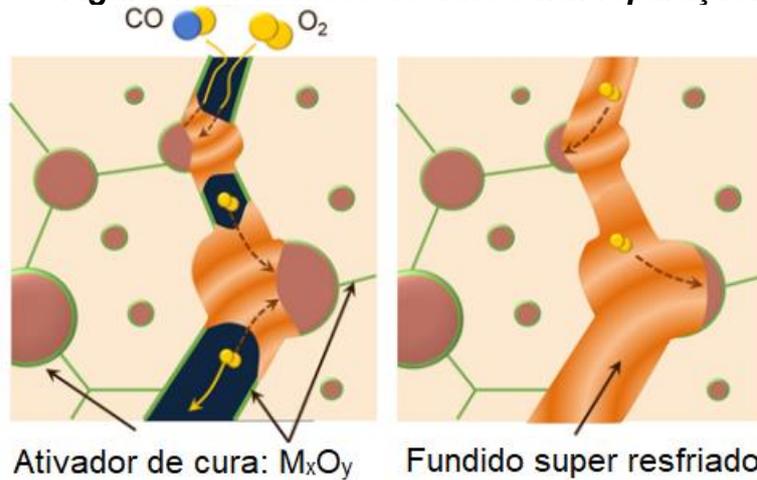
de alumina utilizando o carbeto de silício como agente de cura e como ativador foi utilizado um composto do tipo  $M_xO_y$  (M é o elemento metálico e O é o oxigênio).

**Figura 12 - Processo de auto cura: inflamação.**



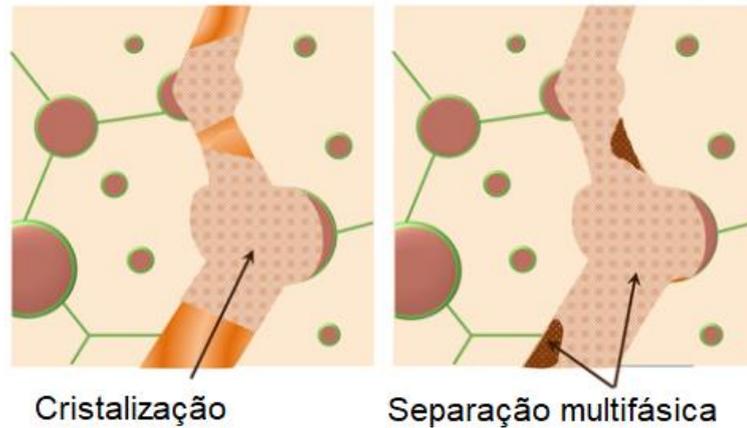
Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

**Figura 13 - Processo de auto cura: reparação.**



Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

**Figura 14 - Processo de auto cura: remodelação.**



Fundido super resfriado =  $\text{SiO}_2$  + Mulita

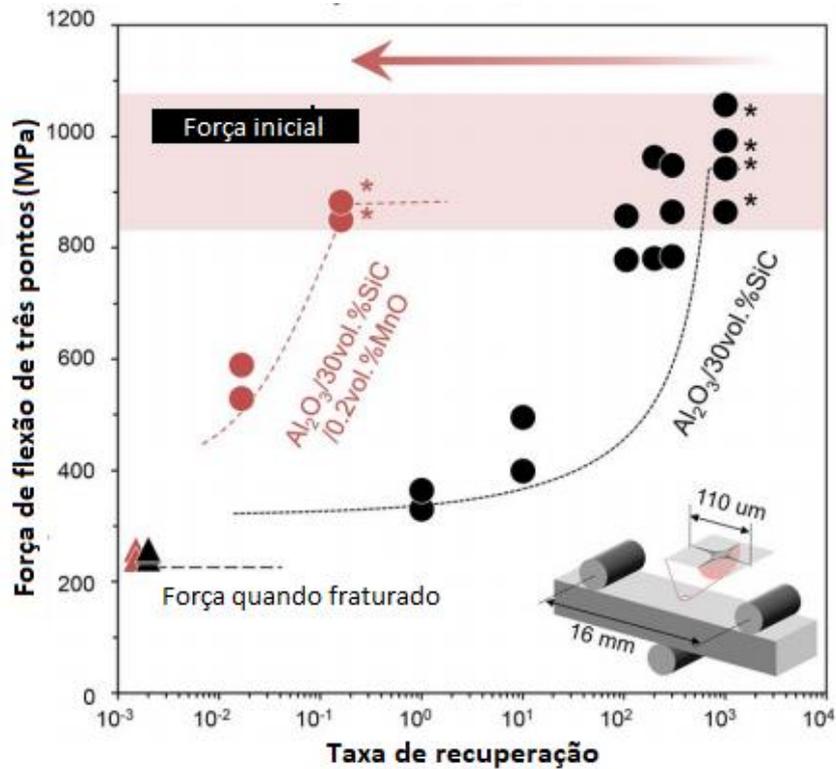
$\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-M}_x\text{O}_y$  fundido = Cristais

Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

Observa-se no estágio de inflamação (Figura 12) que o oxigênio penetra nas trincas da superfície e ocorre a oxidação do SiC e a reação de oxidação forma o  $\text{SiO}_2$ . No estágio de reparação (Figura 13) o ativador  $\text{M}_x\text{O}_y$  abaixa a temperatura de transição vítrea fazendo com que o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e o  $\text{SiO}_2$  se fundam formando um fundido super-resfriado de baixa viscosidade, que se acomoda nas fendas de forma irregular. Finalmente, no estágio de remodelação (Figura 14) ocorre a nucleação e crescimento dos cristais no fundido super-resfriado, immobilizando a descontinuidade.

O aumento da cura e recuperação de força em matrizes de alumina, contendo 30 % em volume do agente de cura (SiC) e 0,2 % em volume de um agente ativador (MnO), podem ser observados na Figura 15 (OSADA *et al.*, 2017). O estudo mostrou que a adição do agente ativador pode aumentar a taxa de auto cura em mais de 6 mil vezes. Os asteriscos presentes na Figura 15 indicam amostras que fraturaram durante o término da flexão de três pontos em locais diferentes da fissura de indentação Vickers curada.

**Figura 15 - Auto cura e recuperação de força do compósito com e sem um agente ativador.**



Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

### 3.5 Aplicações para Materiais de Auto cura

Os materiais de auto cura são capazes de reverter o desenvolvimento de danos uma vez ou até várias vezes. Portanto, permitem a expansão da confiabilidade e vida útil do material e, assim, do próprio dispositivo de forma significativa (sendo uma maneira de gerenciamento de danos). Esses novos níveis de desempenho são de extrema relevância para materiais que são usados sem ou com acesso limitado, por exemplo, em aplicações médicas, bem como em engenharia automotiva, aeroespacial, civil e de energia (HAGER *et al.*, 2010).

A auto cura dos danos causados por fabricação ou durante sua utilização aumenta significativamente o tempo de vida efetivo e a confiabilidade de novos materiais futuros. Os custos também seriam altamente reduzidos, possibilitando também a diminuição das medidas de controle e monitoramento. E, ainda, levaria à uma economia substancial de energia e recursos devido à redução das margens de segurança até então obrigatórias para a geometria construtiva de componentes expostos termicamente, corrosivamente e mecanicamente em praticamente quase

todas as áreas técnicas (HAGER *et al.*, 2010). Os materiais com auto cicatrização melhorariam substancialmente a confiabilidade dos materiais e revolucionariam a construção e o design dos produtos.

O prolongamento da vida útil de componentes críticos, como em construções para produção de energia alternativa (energia fotovoltaica, eólica ou por calor solar) ou implantes médicos, contribuiria bastante para otimizar a eficiência econômica. Por exemplo, o tempo de vida dos stents pode ser aumentado, causando uma diminuição nos custos da terapia.

Uma fabricação mais leve e otimizada juntamente com uma maior confiabilidade estrutural em aeronaves e engenharia automotiva possibilitaria a redução dos custos de energia e da carga ambiental. A Figura 16 demonstra uma aplicação de componentes com auto cicatrização em aeronaves.



Fonte: Adaptado de OSADA *et al.*, 2017.

É mostrada na Figura 16 a seção transversal de um motor a jato CF6 convencional ilustrando pás de turbina e palhetas. O motor opera à uma temperatura de 2046 °C. Pesquisas têm sido feitas para desenvolver novas cerâmicas de auto reparação adequadas para pás de turbinas estacionárias e rotativas de alta pressão (HP) ou baixa pressão (LP) operando em uma determinada faixa de temperatura, para permitir que ocorra a auto cura durante o próprio funcionamento do jato, variando a velocidade de cura de acordo com a pressão do ar (OSADA *et al.*, 2017).

Muitos estudos têm sido feitos sobre cerâmicas de auto cura para motores de aeronaves, mas seu uso também foi investigado para aplicações nucleares, células de combustível de óxido sólido e condições de combustão de carvão quente (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAH, 2016). Além das estruturas aeroespaciais, aplicações de motores, tintas e revestimentos, o desenvolvimento de compósitos de auto

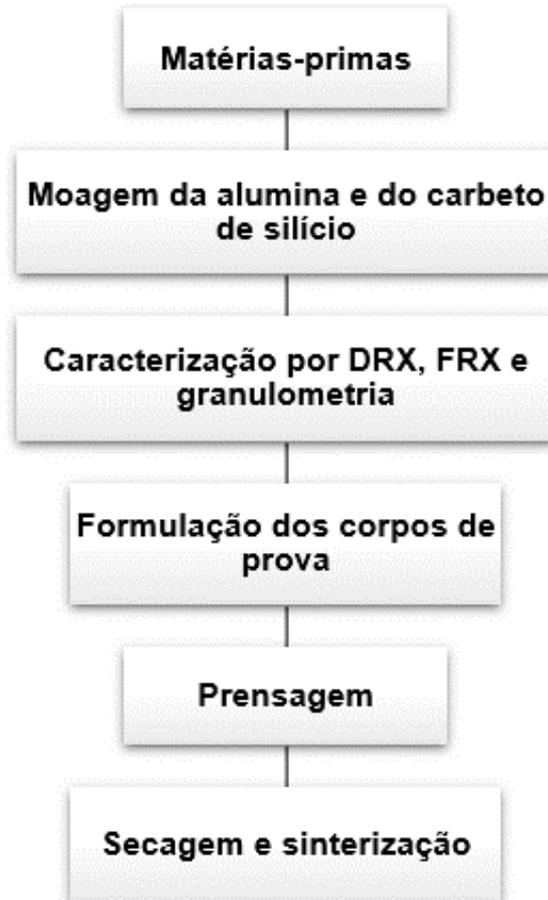
cicatrização permite um vasto campo de aplicações em produtos esportivos, de elevada qualidade e grande diversidade de indústrias.

Os compósitos auto reparadores apresentam maior resistência à fadiga, pois podem curar microfissuras antes que qualquer crescimento ou extensão de rachaduras leve à falha. Porém, devido à complexidade na fabricação e seu alto custo, os materiais compósitos de auto cura provavelmente serão utilizados somente para aplicações críticas de alta tecnologia, como componentes eletrônicos, indústria nuclear e aeroespacial (DAS; MELCHIOR; KARUMBIAIAH, 2016).

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

No fluxograma (Figura 17) são apresentadas as etapas de preparação da matéria prima até o processo de sinterização que foram realizadas durante o desenvolvimento do trabalho.

**Figura 17 - Fluxograma das etapas de produção dos corpos de prova.**



Fonte: próprio autor.

### 4.1 Materiais para a Confecção dos Corpos de Prova

As matérias-primas utilizadas nesse trabalho para a confecção dos corpos de prova foram:

- Alumina calcinada comercial;
- Carvão de silício (SiC) fabricado pela empresa Saint-Gobain Brasil;
- Óxido de magnésio (MgO) da marca Proquímios (PA = 97 %);

- Poliacetato de vinila (PVA) da marca Sigma Aldrich 80 % hidrolisado (peso molecular médio 9 kg/mol a 10 kg/mol).

#### **4.1.1 Preparação da matéria-prima**

As amostras de carbetto de silício e alumina foram cominuídas separadamente em um moinho planetário (marca Fritsch Pulverisette 5/4) de alta intensidade. Foram utilizadas para moagem 100 esferas de alumina para cada 200 gramas de material. A rotação para a moagem foi de 300 rpm com ciclos de 30 minutos. A alumina foi moída por 2 horas e o carbetto de silício por 5 horas. Essas condições (determinadas experimentalmente) foram as que melhor se adequaram a fim de garantir uma semelhança entre os tamanhos de partículas para todas as matérias-primas cerâmicas. Após as etapas de moagem a granulometria das amostras de carbetto de silício e alumina foram avaliadas por granulometria a difração a laser. O MgO foi utilizado como recebido.

A solução de poliacetato de vinila (ligante) foi preparada com uma concentração de 9 % em massa, para tal foi utilizado um agitador magnético (IKA – C MAG HS7), contendo 10 gramas de PVA e 100 gramas de água destilada. Para uma melhor dissolução do PVA, este foi adicionado gradualmente na água destilada e a solução foi mantida em agitação, sob uma temperatura de 105 °C por 1 hora.

#### **4.1.2 Caracterização das matérias-primas**

##### ***4.1.2.1 Distribuição granulométrica***

A análise da distribuição do tamanho das partículas da alumina, do carbetto de silício e do óxido de magnésio foram realizadas por granulometria a difração a laser, usando o equipamento CILAS modelo 1090, utilizando a teoria de Fraunhofer. O tempo de ultrassom foi de 5 minutos utilizando um índice de obscuração de 1 %.

##### ***4.1.2.2 Fluorescência de raios X - FRX***

A composição química qualitativa das matérias-primas foi obtida por fluorescência de raios X. Essa análise foi realizada no equipamento SHIMADZU, modelo EDX-720,

sob vácuo e em termos de óxido. Para realizar a análises as amostras foram prensadas, em forma de pastilhas, com ácido bórico ( $H_3BO_3$ ). A concentração da matéria-prima no ácido bórico foi de 5 %.

#### 4.1.2.3 Difração de raios X – DRX

As fases presentes nas matérias-primas foram identificadas pelo método do pó utilizando o equipamento XRD 7000 (SHIMADZU) sob as seguintes condições de operação: radiação  $CuK\alpha$  (35KV/ 40mA), velocidade do goniômetro  $0,02^\circ$  em  $2\theta$  por passo, com tempo de contagem de 1 segundo por passo e coletados de  $5^\circ$  a  $80^\circ$  em  $2\theta$ . As interpretações dos espectros foram feitas por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 02 (ICDD, 2003).

## 4.2 Formulação e Conformação dos Corpos De Prova

As formulações dos corpos foram definidas a partir de uma adaptação dos estudos realizados por Osada *et al.* (2017) e, além disso, com o intuito de avaliar a influência de menores porcentagens de carbetos de silício na matriz, foi definida em estudos preliminares a adição de 15 % e 20 %. Nessa etapa foram produzidos 150 corpos de prova, variando a quantidade de carbetos de silício na mistura, sendo 50 corpos de prova para cada formulação. Na Tabela 1 estão apresentadas as proporções utilizadas para a confecção dos corpos de prova.

**Tabela 1 - Formulação dos corpos de prova.**

Formulação	SiC	$Al_2O_3$	MgO	PVA
<b>A1</b>	15%	76%	3%	6%
<b>A2</b>	20%	71%	3%	6%
<b>A3</b>	30%	61%	3%	6%

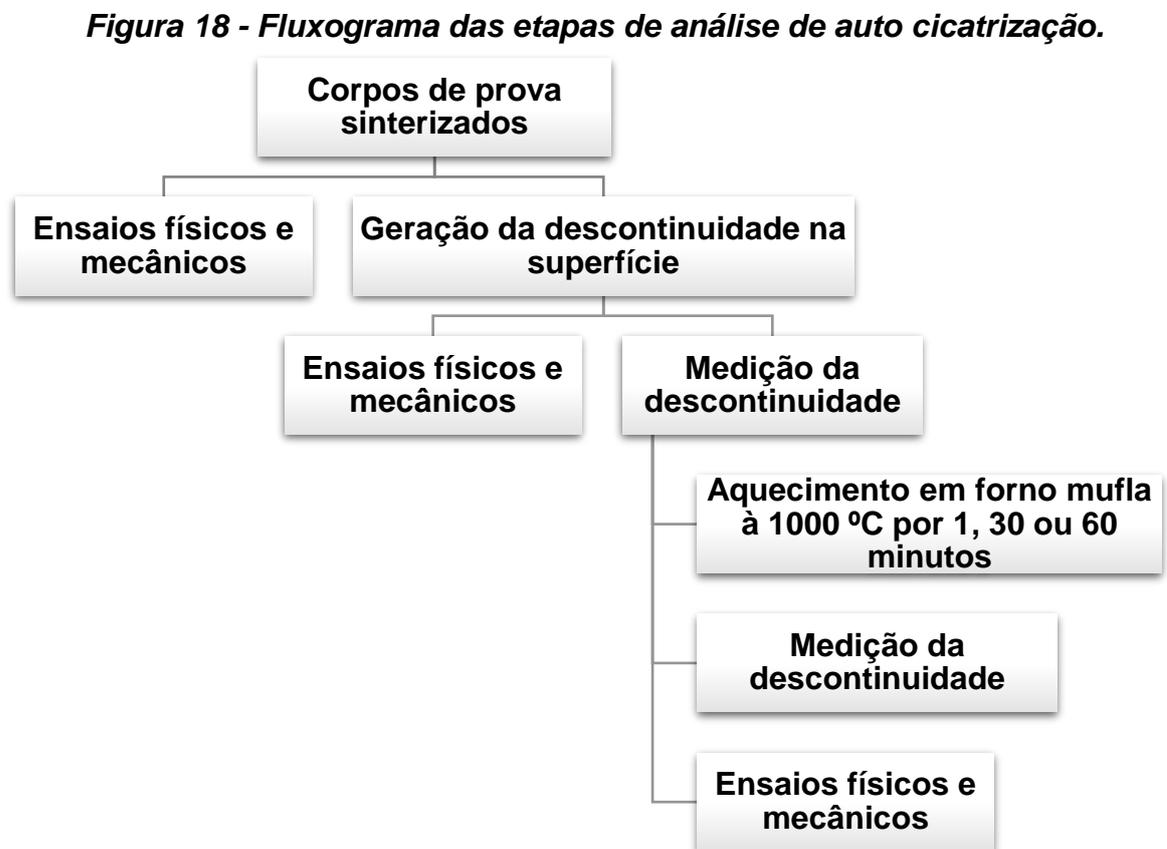
Fonte: próprio autor.

As matérias-primas foram misturadas manualmente utilizando um grau com pistilo e conformadas utilizando um molde de aço e uma prensa hidráulica (SL12 SOLAB). Os corpos de prova possuem dimensões de 60,0 mm x 20,5 mm x 11,0 mm. Para a prensagem foi utilizada uma carga total de 12000 kgf, por 1 minuto.

Após a confecção, os corpos de prova foram secos em uma estufa à temperatura de 200 °C, por 24 horas, e sinterizados em um forno elétrico resistivo, sem atmosfera controlada, à 1400 °C, com o patamar de temperatura máxima de 5 minutos (adaptado de JOHNSON; ROKEBRAND; SIGALAS, 2014).

#### 4.2.1 Avaliação da capacidade de auto cicatrização

As etapas do procedimento para avaliar a capacidade de auto cura da cerâmica produzida são mostradas no fluxograma na Figura 18.



Fonte: próprio autor.

Primeiramente, foram avaliadas as propriedades físicas (retração linear, porosidade, densidade aparente e absorção de água) e mecânica (resistência à flexão) dos corpos de prova sinterizados sem descontinuidade. Nessa etapa foram selecionados 10 corpos de prova de cada formulação para serem submetidos a estes testes.

Para avaliação da auto cicatrização dos corpos de provas com descontinuidade foi gerada uma indentação (descontinuidade) na superfície de 40 corpos de prova de cada formulação. A descontinuidade foi feita utilizando um durômetro Vickers (VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig) com penetrador com ponta piramidal de diamante, aplicando uma carga de 20 kgf por 15 segundos (adaptado de ANDO *et al.*, 2004; CHLUP *et al.*, 2008; OSADA *et al.*, 2017).

A obtenção das medidas da indentação foi feita digitalmente utilizando imagens obtidas no microscópio óptico (Metrimpex Hungary- PZO – Labimex) com aumento de 1,6x e resolução de 1708 nn. Foram medidas as diagonais e feita a média, sendo esta o resultado do tamanho da descontinuidade.

Após a geração da descontinuidade, 30 corpos de prova de cada formulação foram levados ao forno mufla até a temperatura 1000 °C, com tempo de patamar variando de 1 minuto, 30 minutos e 1 hora. Na Tabela 2 são apresentadas as divisões para cada formulação em relação à quantidade de amostras. O resfriamento foi feito dentro do forno. Após o tempo de cura, as amostras foram visualizadas em um microscópio óptico para realizar as medidas das descontinuidades.

**Tabela 2 - Divisão da quantidade de amostras para cada condição.**

Formulação	Sinterizados	Indentados	Curados	Curados	Curados
			por 1 minuto	por 30 minutos	por 60 minutos
<i>Quantidade de corpos de prova</i>					
<b>A1</b>	10	10	10	10	10
<b>A2</b>	10	10	10	10	10
<b>A3</b>	10	10	10	10	10

Fonte: próprio autor.

#### **4.2.1.1 Retração linear**

Para calcular a retração os corpos de prova foram medidos antes e após a sinterização. A medida foi feita com um paquímetro digital (marca Mitutoyo) de resolução  $\pm 0,01$  mm e a retração foi obtida utilizando a Equação 4 (CARGNIN *et al.*, 2011):

$$Rq (\%) = \frac{Ls - Lq}{Ls} \times 100 \quad (4)$$

Sendo:

Rq = retração linear em porcentagem após a sinterização do corpo de prova.

Ls = comprimento do corpo de prova antes da sinterização.

Lq = comprimento do corpo de prova após a sinterização.

#### **4.2.1.2 Porosidade, densidade aparente e absorção de água**

Para análise das propriedades descritas acima foi utilizada a norma ASTM C373. Os corpos de prova foram pesados e depois submersos em água fervente pelo período de 5 horas e resfriados em água por 24 horas. Após o resfriamento os corpos de prova foram retirados da água, o excesso de água superficial foi removido com o uso de papel toalha e foram pesados novamente. Também foram obtidos os pesos imersos, com auxílio de um sistema em que a amostra fica imersa na água.

Para o cálculo da porosidade foi utilizada a Equação 5:

$$\text{Porosidade} = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \times 100 \quad (5)$$

Para o cálculo da densidade aparente foi utilizada a Equação 6:

$$\text{Densidade aparente} = \frac{P_s}{P_s - P_i} \times \rho_{\text{água}} \quad (6)$$

Para o cálculo da absorção de água foi utilizada a Equação 7:

$$\text{Absorção de água (\%)} = \frac{P_u - P_s}{P_s} \times 100 \quad (7)$$

Sendo:

Pu = peso da peça úmida, com água absorvida (em gramas).

Ps = peso da peça seca (em gramas).

Pi = peso da peça submersa (em gramas).

#### **4.2.1.3 Ensaio de flexão**

O teste de flexão foi realizado à temperatura ambiente utilizando uma máquina universal de ensaios mecânicos (marca SHIMADZU, modelo Autograph AG-X), com carga máxima 10 kN. A velocidade de carregamento foi de 2 mm/min. O cálculo da tensão de flexão é obtido utilizando a Equação 8 abaixo (norma ABNT/NBR 13818:1997):

$$\sigma_{\text{flexão}} = \frac{3 \times F \times L}{2 \times b \times h^2} \quad (8)$$

Sendo:

F = carga aplicada.

L = distância entre os dois apoios do corpo de prova.

b = largura do corpo de prova.

h = altura do corpo de prova.

#### **4.2.1.4 Análise estatística**

Os resultados obtidos foram apresentados no formato de média e desvio-padrão amostral. Para a comparação entre grupos foi utilizada a análise de variância (ANOVA) e para a comparação entre pares foi utilizado o teste Tukey. Foi adotado o nível de confiança de 95 % ( $p < 0,05$ ) (ROCHA; JÚNIOR, 2018).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Caracterização da Matéria-Prima

#### 5.1.1 Análise granulométrica por difração a laser

A partir da Tabela 3 é possível observar os resultados das análises granulométricas, avaliando os valores dos diâmetros das partículas após moagem.

**Tabela 3 - Análise granulométrica das matérias-primas.**

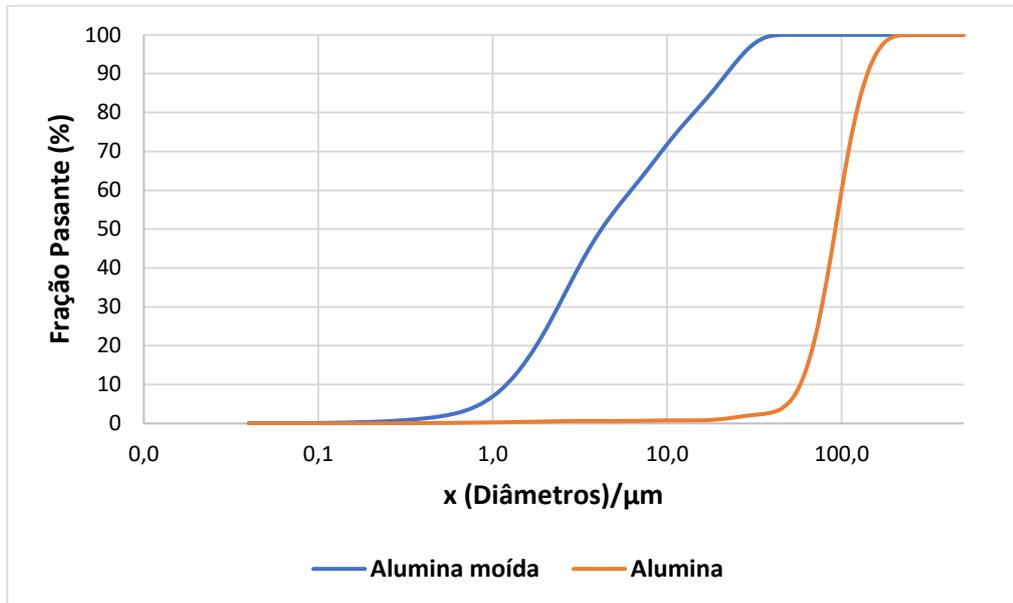
<b>Amostra</b>	<b>Diâmetro a 10% (µm)</b>	<b>Diâmetro a 50% (µm)</b>	<b>Diâmetro a 90% (µm)</b>	<b>Diâmetro médio (µm)</b>
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> antes da moagem</b>	57,84	92,10	140,69	95,78
<b>SiC antes da moagem</b>	6,93	50,17	128,20	60,10
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	1,11	3,63	20,34	7,39
<b>SiC</b>	0,28	3,33	14,57	5,60
<b>MgO</b>	1,94	4,99	13,29	6,49

Fonte: próprio autor.

Pode-se observar que o diâmetro médio da alumina foi de 7,39 µm, o diâmetro médio do carbetto de silício de 5,60 µm e o do óxido de magnésio de 6,49 µm. Observou-se que com um tempo de moagem superior a duas horas, as partículas de alumina estavam aglomerando, o que poderia dificultar a sua dispersão durante o processo de produção dos corpos de prova.

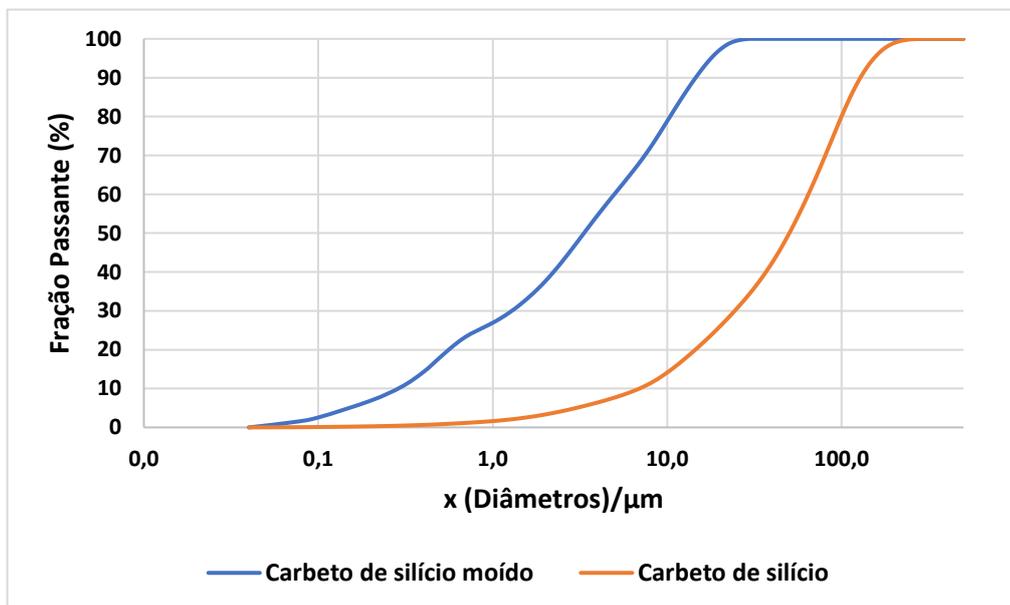
O efeito da moagem nas partículas de alumina e de carbetto de silício pode ser observado nas curvas granulométricas apresentadas nas Figuras 20 e 21, respectivamente. A redução da granulometria da amostra de alumina foi de, aproximadamente, 92,3 % e do carbetto de silício de 90,7 %. A curva granulométrica do óxido de magnésio é apresentada na Figura 22.

**Figura 19 - Curva granulométrica para a alumina.**



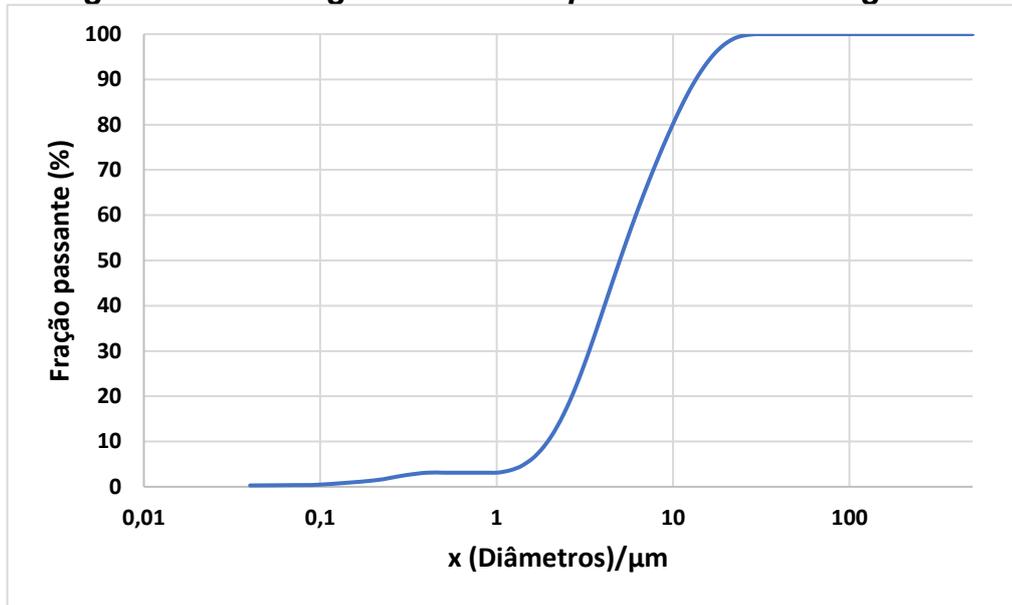
Fonte: próprio autor.

**Figura 20 - Curva granulométrica para o carbeto de silício.**



Fonte: próprio autor.

**Figura 21 - Curva granulométrica para o óxido de magnésio.**



Fonte: próprio autor.

O resultado obtido foi satisfatório uma vez que as amostras apresentaram granulometrias micrométricas semelhantes. O tempo de moagem especificado para a amostra de alumina e a de carbetto de silício foi considerado adequado para atingir a granulometria pretendida.

### 5.1.2 Fluorescência de raios X

Os resultados das análises químicas qualitativas em termos de óxidos podem ser observados nas Tabelas 4, 5 e 6.

***Tabela 4 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de alumina.***

Óxidos	Porcentagem (%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,6
Outros	0,4

Fonte: próprio autor.

**Tabela 5 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de carbeto de silício.**

Óxidos	Porcentagem (%)
SiO <sub>2</sub>	97,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1
Outros	0,1

Fonte: próprio autor.

**Tabela 6 - Análise química qualitativa por FRX para a amostra de óxido de magnésio.**

Óxidos	Porcentagem (%)
MgO	93,7
CaO	3,3
SO <sub>3</sub>	1,2
SiO <sub>2</sub>	1,1
Outros	0,7

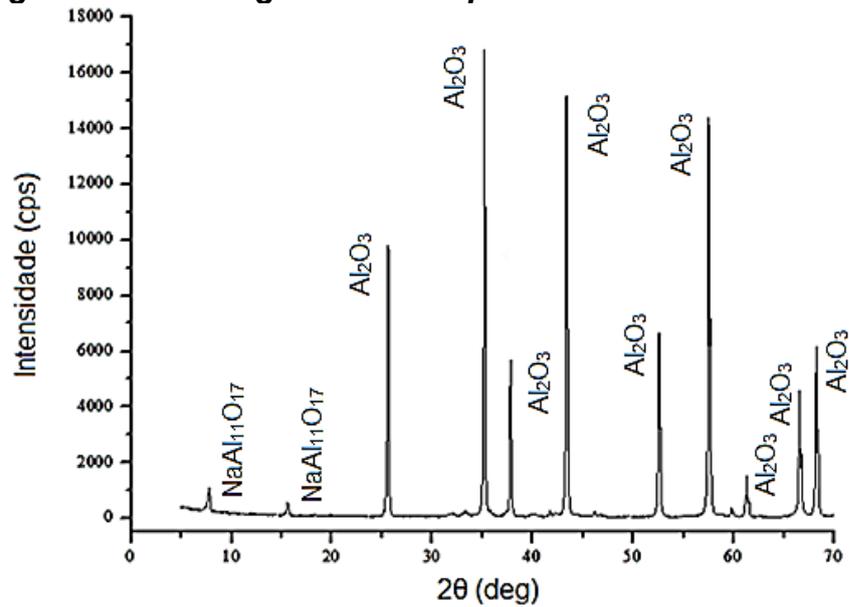
Fonte: próprio autor.

Pode-se observar que as amostras apresentaram elevada pureza, pois contém altos teores de óxido de alumínio (99,6%), óxido de silício (97,6%) e óxido de magnésio (93,7%), para as amostras de alumina, carbeto de silício e óxido de magnésio, respectivamente. Os valores de fluorescência para a amostra de óxido de magnésio possuem valores aceitáveis de SiO<sub>2</sub>, CaO e SO<sub>3</sub> (KHAMKONGKAEAO *et al.*, 2018).

### 5.1.3 Difração de raios X

Os resultados do DRX para as amostras de alumina, carbeto de silício e óxido de magnésio podem ser vistos nas Figuras 23, 24 e 25, respectivamente.

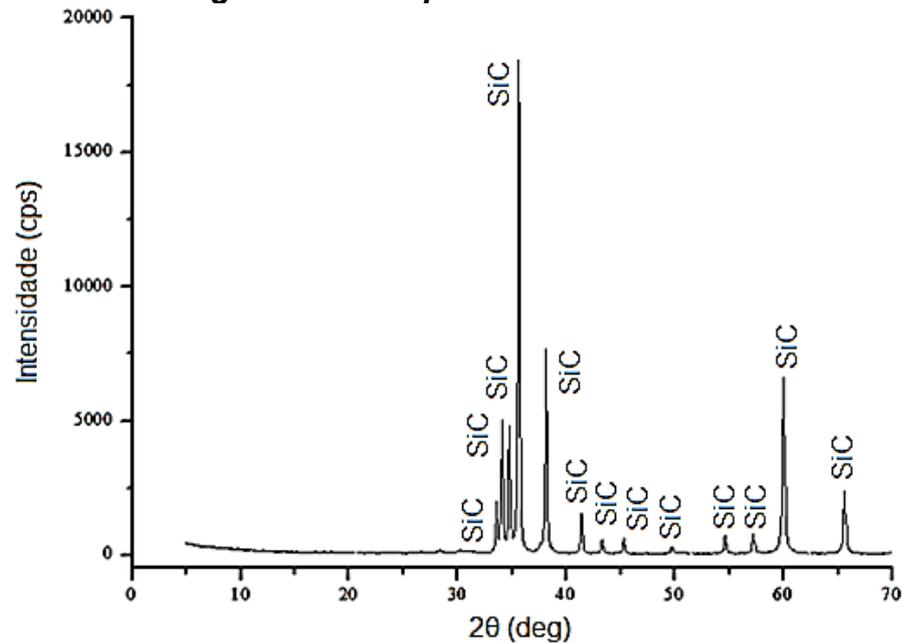
**Figura 22 - Difratoograma obtido para a amostra de alumina.**



Fonte: próprio autor.

Os resultados para a alumina (Figura 23) mostram que a amostra tem em sua composição basicamente pela fase alumina (card 741081), tendo como impureza a fase aluminato de sódio (card 321033) que pode estar correlacionado ao processo de produção da alumina (MALKI *et al.*, 2014). A fase alumina está representada, aproximadamente, no difratograma pelos picos em  $2\theta$  de  $26^\circ$ ,  $35^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $44^\circ$ ,  $53^\circ$ ,  $58^\circ$ ,  $62^\circ$ ,  $66^\circ$  e  $68^\circ$ . A fase aluminato de sódio está representada, aproximadamente, pelos picos em  $2\theta$  de  $8^\circ$  e  $16^\circ$ . Este resultado está de acordo com o estudo realizado por Sarker *et al.* (2015).

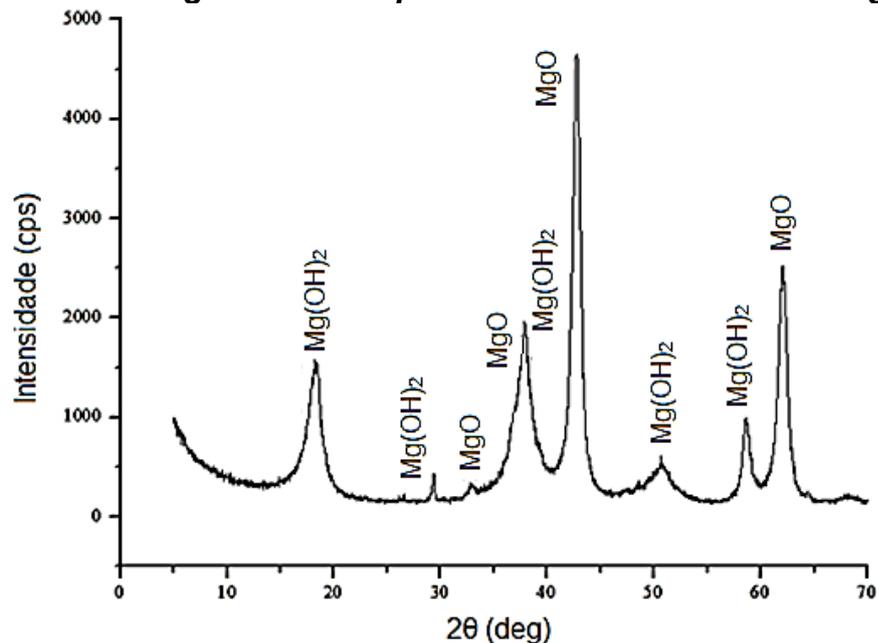
**Figura 23 - Difratoograma obtido para a amostra de carbeto de silício.**



Fonte: próprio autor.

O difratograma do carbeto de silício mostrado da Figura 24 foi comparado com a literatura (ORTIZ *et al.*, 2001) e com bancos de dados cristalográficos (ICDD 2003) para fase de carbeto de silício (card 731407), apresentando somente essa fase. A fase carbeto de silício está representada, aproximadamente, em todos os picos do difratograma, evidenciando pelos picos em  $2\theta$  de  $36^\circ$ ,  $38^\circ$  e  $60^\circ$ . Não foi possível diferenciar as fases  $\alpha$  e  $\beta$  do SiC devido às reflexões da fase  $\alpha$  que sobrepõe às da fase  $\beta$ , tornando difícil a distinção das duas (ORTIZ *et al.*, 2001).

**Figura 24 - Difratoograma obtido para a amostra de óxido de magnésio.**



Fonte: próprio autor.

O difratograma da amostra MgO na Figura 25 também foi comparado com a literatura (ZHOU *et al.*, 2012; KHAMKONGKAE0 *et al.*, 2018) e com bancos de dados cristalográficos (ICDD 2003), mostrando que a amostra é composta basicamente pelas fases de óxido de magnésio (card 750447) e óxido de magnésio hidratado (card 441482). A fase óxido de magnésio está representada, aproximadamente, no difratograma pelos picos em  $2\theta$  de  $33^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $43^\circ$  e  $62^\circ$ . A fase óxido de magnésio hidratado está representada pelos picos em  $2\theta$  de  $18^\circ$ ,  $29^\circ$ ,  $39^\circ$ ,  $51^\circ$  e  $59^\circ$ . A presença dessa fase é provavelmente devido ao MgO apresentar reação altamente higroscópica com a umidade no ambiente (ZHOU *et al.*, 2012; KHAMKONGKAE0 *et al.*, 2018).

Os resultados obtidos pelo DRX para as matérias-primas corroboram os resultados obtidos por FRX, confirmando o alto grau de pureza das amostras usadas para a produção dos corpos de prova. Esse resultado é importante, pois a presença de impurezas em materiais cerâmicos avançados pode influenciar nos resultados de propriedades físicas e resistência mecânica (NASCIMENTO *et al.*, 2019). Poderia influenciar até mesmo no processo de auto cura, uma vez que alguns óxidos podem atuar como ativadores de cura (OSADA *et al.*, 2017).

## 5.2 Análise Visual dos Corpos de Prova Produzidos

A partir da Figura 26 é possível perceber que os processos de prensagem, secagem e sinterização não apresentaram macro defeitos superficiais visíveis, tais como trincas e rebarbas, indicando que essas etapas podem ter sido adequadas para a produção dos mesmos. Pela análise visual das peças pode-se observar que os corpos de provas possuem um aspecto homogêneo, arestas regulares e um aumento na coloração acinzentada a medida em que ocorre o aumento do teor de carvão de silício nas amostras.

**Figura 25 - Corpos de prova sinterizados.**



Fonte: próprio autor.

## 5.3 Resultados do Processo de Cura

### 5.3.1 Retração linear

Os resultados obtidos para a retração linear dos corpos de prova de todas as formulações são apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7 - Resultado de retração linear.**

<b>Formulação</b>	<b>Retração (%)</b>
<b>A1</b>	13,7 ± 0,8
<b>A2</b>	9,9 ± 0,9
<b>A3</b>	8,6 ± 1,0

Fonte: próprio autor.

É possível observar uma redução da retração de aproximadamente 4,5 % com o aumento da proporção de carvão de silício para A2 e A3. Essa redução era esperada devido à inércia química e dureza das partículas de carvão de silício, o que promoveria o efeito de ancoramento, atuando como uma barreira física e causando a diminuição no tamanho das partículas de alumina (TONELLO; BRESSIANI; BRESSIANI, 2009). Além disso, a retração linear pode estar relacionada com a perda de água e decomposição de aditivos (ligante) e o rearranjo das partículas durante a secagem e sinterização.

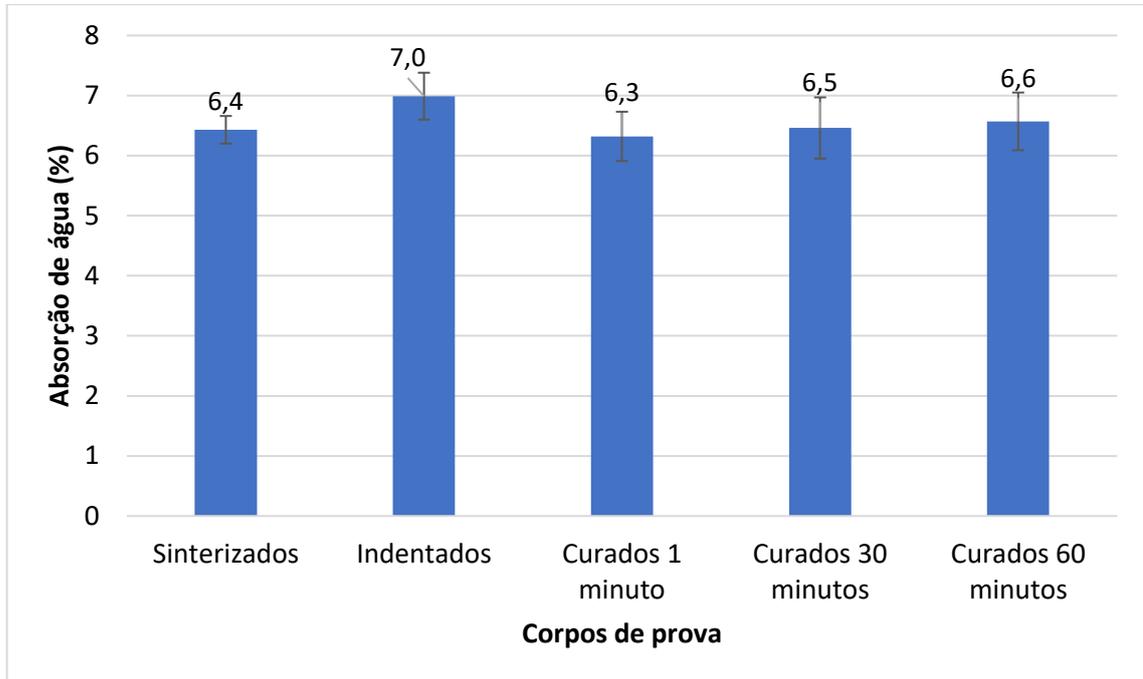
### **5.3.2 Absorção de água, densidade e porosidade aparente**

Os resultados de absorção de água para os corpos de prova da formulação A1, A2 e A3, respectivamente, estão demonstrados na Figura 27, 28 e 29 e nas Tabelas 8, 9 e 10.

Para os corpos de prova da formulação A1 (Figura 27 e Tabela 8), nota-se uma pequena diminuição de aproximadamente 0,4 % a 0,7 % na absorção de água dos corpos curados em relação aos corpos indentados.

As amostras foram avaliadas pelo teste estatístico ANOVA, apresentando um valor de p value de 0,21 ( $p > 0,05$ ), indicando que não há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, não foi observada uma diferença entre as médias. Esse resultado já era esperado, pois a variação do valor de absorção de água foi mínima.

**Figura 26 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A1.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 8 - Resultados de absorção de água para formulação A1.**

Amostras	Média (%)	Erro
Sinterizadas	6,4 <sup>a</sup>	0,4
Indentadas	7,0 <sup>a</sup>	0,3
Curadas 1 minuto	6,3 <sup>a</sup>	0,4
Curadas 30 minutos	6,5 <sup>a</sup>	0,5
Curadas 60 minutos	6,6 <sup>a</sup>	0,5

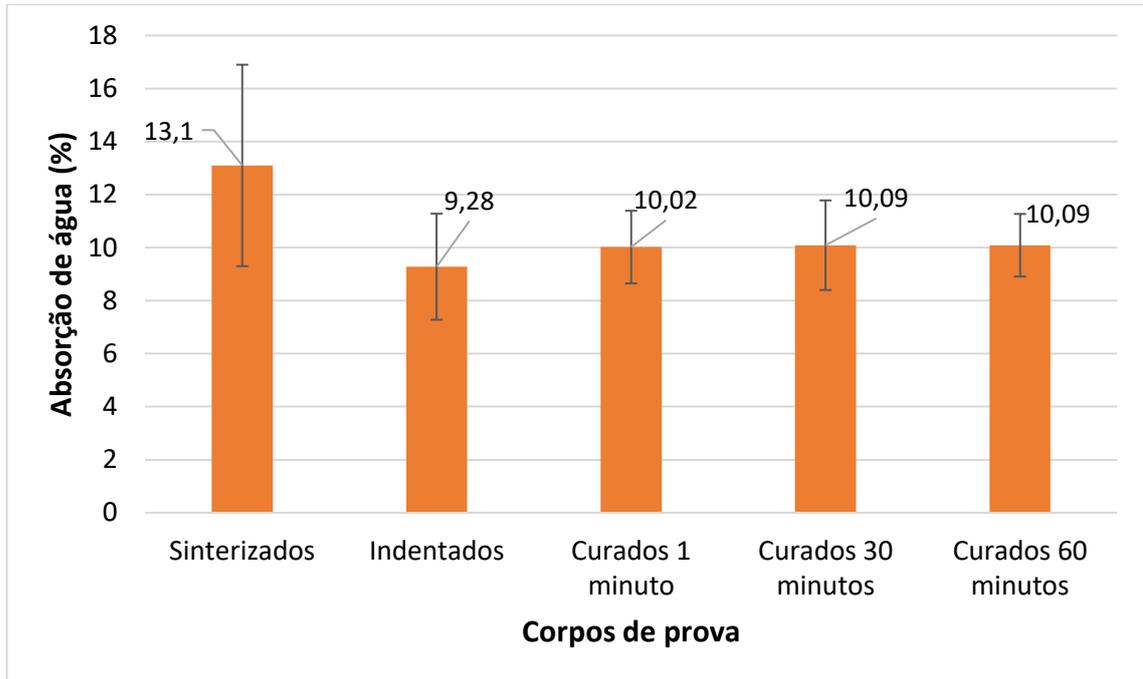
Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

Para os corpos de prova da formulação A2 (Figura 28 e Tabela 9), observa-se que, todos os corpos curados apresentaram menor absorção de água do que os corpos sinterizados (aproximadamente 3 %). De acordo com a análise estatística dos resultados, as amostras foram avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentando um valor de p value de 0,22 ( $p > 0,05$ ), indicando que não há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, não foi observada uma diferença entre as médias.

**Figura 27 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A2.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 9 - Resultados de absorção de água para formulação A2.**

Amostras	Média (%)	Erro
Sinterizadas	13,1 <sup>a</sup>	3,8
Indentadas	9,3 <sup>a</sup>	2,0
Curadas 1 minuto	10,0 <sup>a</sup>	1,4
Curadas 30 minutos	10,1 <sup>a</sup>	1,7
Curadas 60 minutos	10,1 <sup>a</sup>	1,2

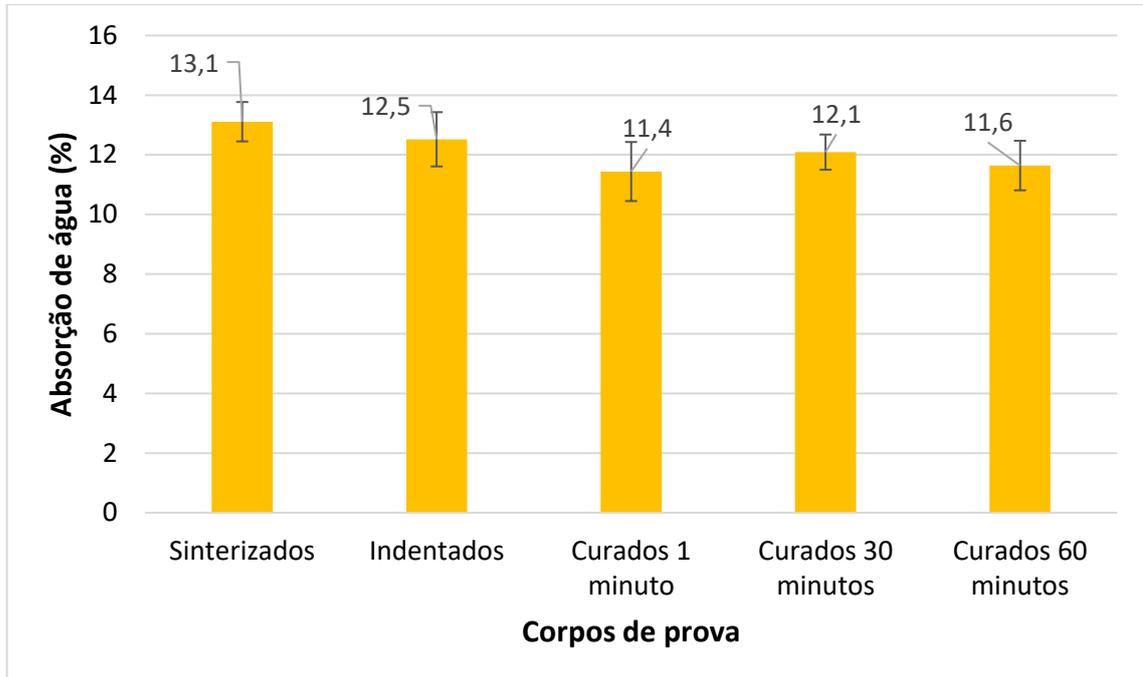
Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

Assim como para a formulação A2, todos os corpos de prova da formulação A3 (Figura 29 e Tabela 10) apresentaram menor absorção de água do que os corpos sinterizados (aproximadamente 1,5%). Pela análise estatística dos resultados, as amostras avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de p value de 0,13 ( $p > 0,05$ ), indicando que não há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, não foi observada uma diferença entre as médias.

**Figura 28 - Resultados de absorção de água dos corpos de prova para a formulação A3.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 10 - Resultados de absorção de água para formulação A3.**

Amostras	Média (%)	Erro
Sinterizadas	13,1 <sup>a</sup>	0,7
Indentadas	12,5 <sup>a</sup>	0,9
Curadas 1 minuto	11,4 <sup>a</sup>	1,0
Curadas 30 minutos	12,1 <sup>a</sup>	0,6
Curadas 60 minutos	11,6 <sup>a</sup>	0,8

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

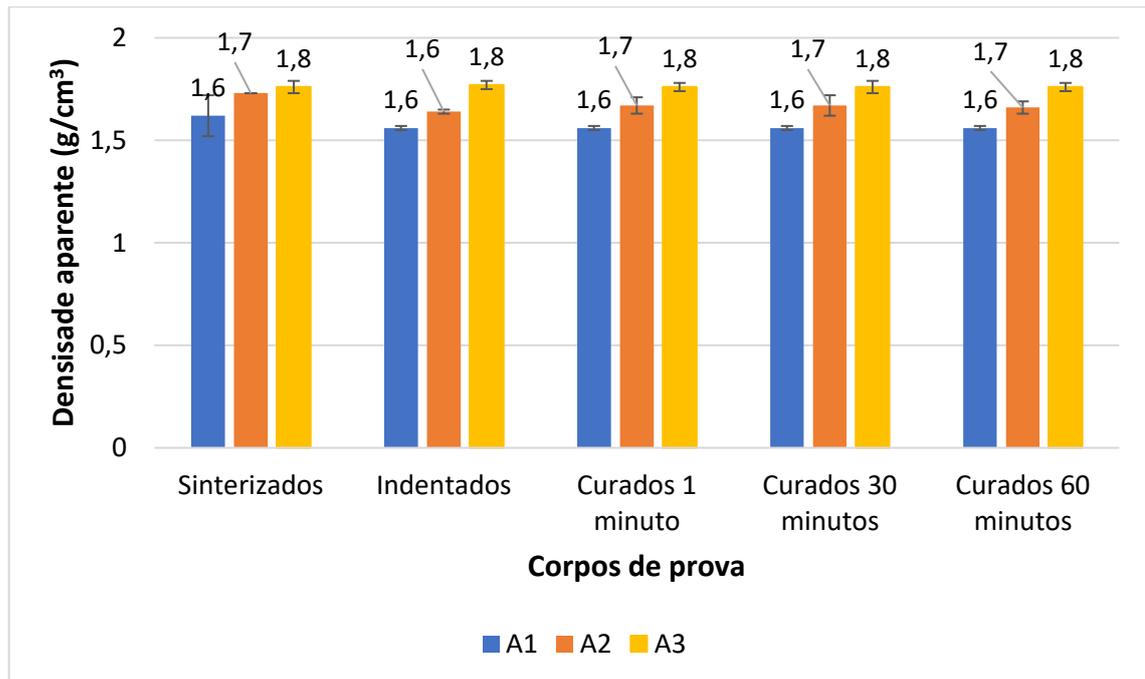
Fonte: próprio autor.

Comparando as amostras curadas é possível inferir que ocorre um pequeno aumento do teor de absorção de água com o aumento do teor de carbetos de silício de acordo com as formulações. Os resultados de absorção de água indicaram que não é possível afirmar que ocorreu o processo de auto cicatrização, uma vez que os dados estatísticos mostraram que não houve variação. Entretanto, os valores da absorção de água indicam que provavelmente não ocorreu a formação de trincas ou

microtrincas superficiais durante o processo de indentação, o que poderia influenciar na resistência mecânica das peças mesmo após o processo de auto cura.

Os resultados de densidade em  $\text{g/cm}^3$  para os corpos de prova da formulação A1, A2 e A3 estão apresentados na Figura 30.

**Figura 29 - Resultados de densidade dos corpos de prova para todas as formulações.**



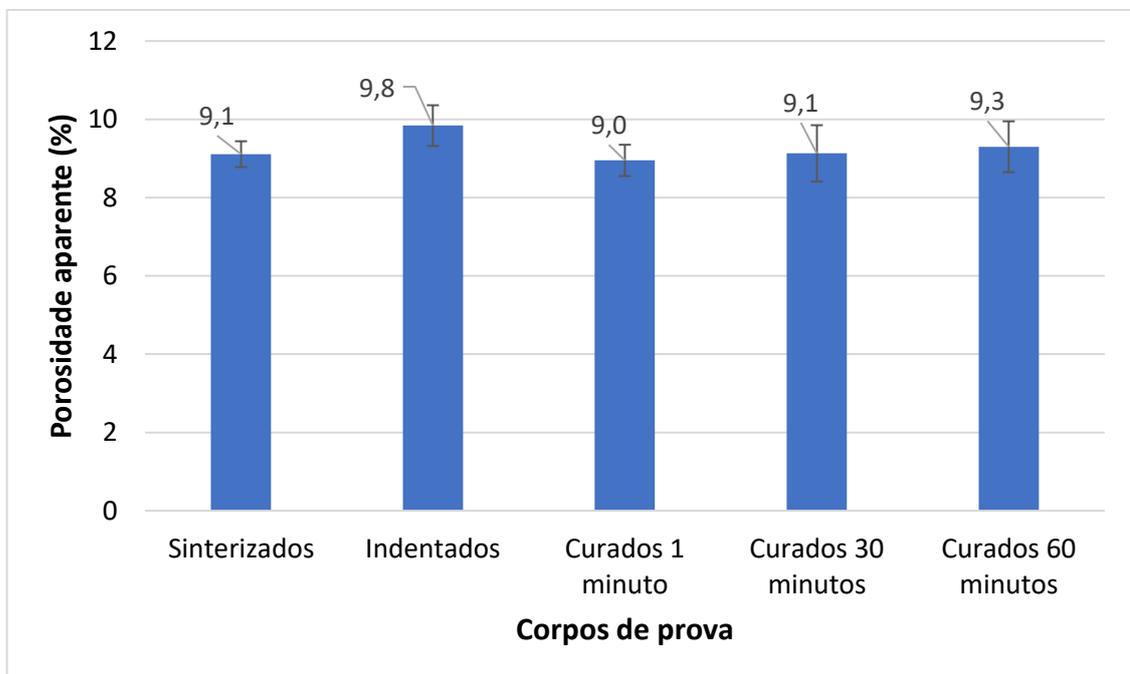
Fonte: próprio autor.

A densidade aparente é semelhante para todas as formulações em todas as condições de variáveis, o que já era esperado uma vez que a cura irá influenciar de forma mais efetiva no macro defeito (indentação). O baixo valor de densidade obtido quando comparado com Johnson, Rokebrand e Sigalas (2014) pode ser atribuído ao fato de que as partículas e os aglomerados de SiC podem retardar efetivamente os mecanismos de densificação, dificultando o movimento do contorno do grão (JOHNSON; ROKEBRAND; SIGALAS, 2014).

Os resultados de porosidade para os corpos de prova da formulação A1, A2 e A3, respectivamente, estão demonstrados na Figura 31, 32 e 33 e nas Tabelas 11, 12 e 13. Observa-se que nas Tabelas são apresentados os valores de média e erro de porosidade.

Observa-se que para a amostra A1 (Figura 31 e Tabela 11) ocorreu um pequeno aumento na porosidade dos corpos indentados, mas esse aumento pode estar embutido no erro. Pela avaliação estatística dos resultados, as amostras que foram avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de p value de 0,24 ( $p > 0,05$ ), indicando que não há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, não foi observada uma diferença entre as médias.

**Figura 30 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A1.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 11 - Resultados de porosidade aparente para formulação A1.**

Amostras	Média (%)	Erro
Sinterizadas	9,1 <sup>a</sup>	0,3
Indentadas	9,8 <sup>a</sup>	0,5
Curadas 1 minuto	9,0 <sup>a</sup>	0,4
Curadas 30 minutos	9,1 <sup>a</sup>	0,7
Curadas 60 minutos	9,3 <sup>a</sup>	0,7

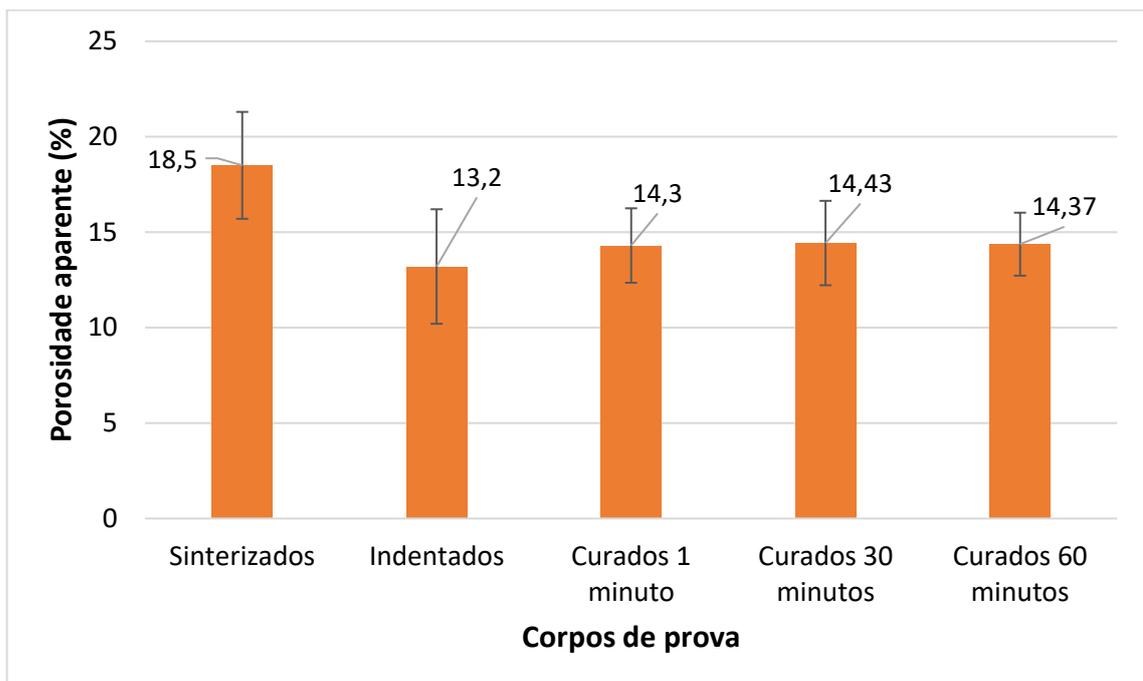
Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

Para a formulação A2 (Figura 32 e Tabela 12) é possível perceber que com a cura houve a diminuição da porosidade aparente em relação ao corpo sinterizado. O menor valor para os corpos indentados pode ser uma indicação de que, durante o processo de prensagem pode ocorrer uma variação do empacotamento das partículas presentes no material. Através da análise estatística dos resultados, as amostras que foram avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de p value de  $3,71 \times 10^{-5}$  ( $p < 0,05$ ), indicando que existe uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, foi observada uma diferença entre as médias, indicando que as amostras sinterizadas diferem estatisticamente das outras condições.

**Figura 31 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A2.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 12 - Resultados de porosidade aparente para formulação A2.**

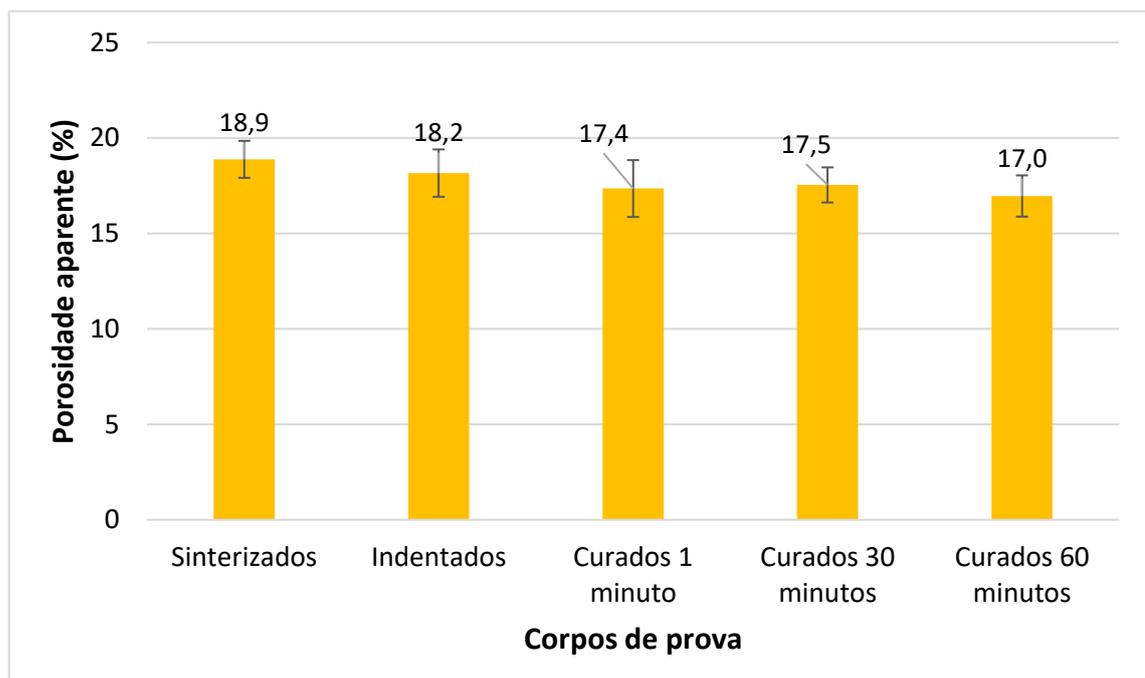
Amostras	Média (%)	Erro
Sinterizadas	18,5 <sup>a</sup>	2,0
Indentadas	13,2 <sup>b</sup>	3,0
Curadas 1 minuto	14,3 <sup>b</sup>	2,0
Curadas 30 minutos	14,4 <sup>b</sup>	2,0
Curadas 60 minutos	14,4 <sup>b</sup>	1,7

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

Para a formulação A3 (Figura 33 e Tabela 13) é possível perceber que não ocorre uma variação da porosidade aparente nos corpos de prova, independente das condições empregadas. De acordo com a avaliação estatística dos resultados, as amostras avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de  $p$  value de 0,19 ( $p > 0,05$ ), indicando que não há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, não foi observada uma diferença entre as médias.

**Figura 32 - Resultados de porosidade aparente dos corpos de prova para a formulação A3.**

Fonte: próprio autor.

**Tabela 13 - Resultados de porosidade aparente para formulação A3.**

<b>Amostras</b>	<b>Média (%)</b>	<b>Erro</b>
<b>Sinterizadas</b>	18,9 <sup>a</sup>	1,0
<b>Indentadas</b>	18,2 <sup>a</sup>	1,2
<b>Curadas 1 minuto</b>	17,4 <sup>a</sup>	1,5
<b>Curadas 30 minutos</b>	17,5 <sup>a</sup>	0,9
<b>Curadas 60 minutos</b>	17,0 <sup>a</sup>	1,0

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

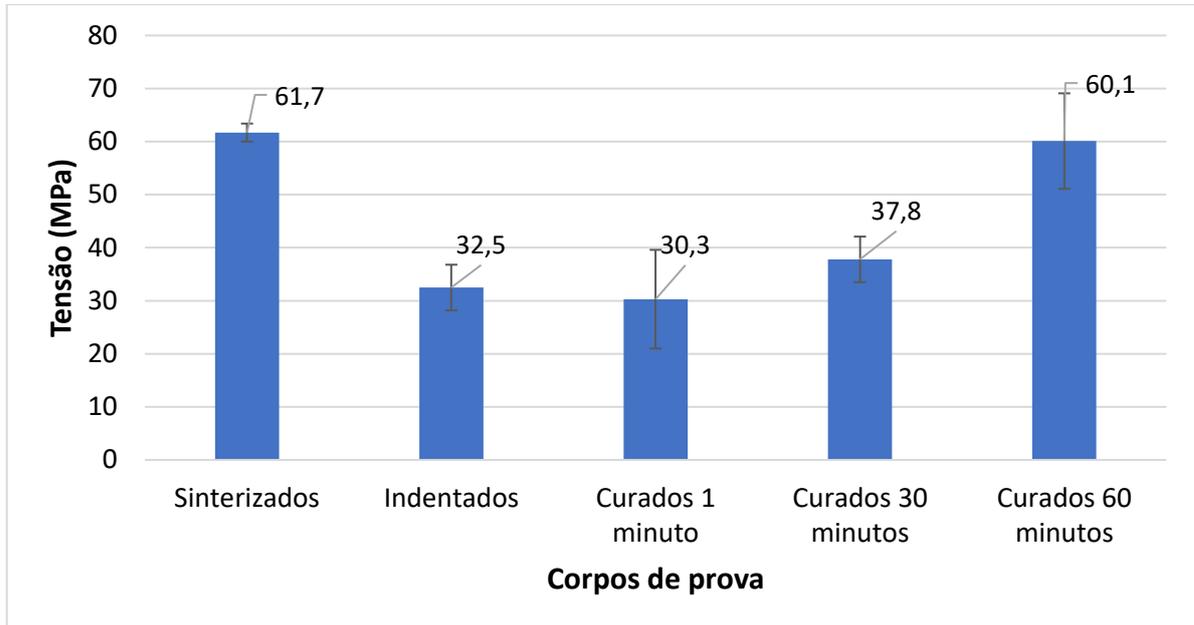
Comparando os valores obtidos para os corpos de prova de formulação A1, A2 e A3 é possível inferir que a porosidade aparente aumenta com o aumento do teor de carbetto de silício, exceto quando comparando os corpos sinterizados das formulações A2 e A3. Esse aumento pode estar relacionado com a decomposição do  $\text{SiO}_2$  formado durante o processo de cura e até mesmo durante a etapa de sinterização do corpo de prova (JOHNSON; ROKEBRAND; SIGALAS, 2014).

Os ensaios físicos apresentados foram feitos com o intuito de interpretar se é possível avaliar a capacidade de auto cura do material cerâmico, pois na literatura específica (CHLUP *et al.*, 2008; ANDO *et al.*, 2004; OSADA *et al.*, 2017) não foram encontrados trabalhos que relacionem essas propriedades com a capacidade de auto cura. A partir dos resultados obtidos não foi possível afirmar se houve ou não o processo de auto cura por meio dos ensaios de absorção de água, densidade aparente e porosidade aparente, corroborando a não utilização desses métodos para avaliação da capacidade de auto cura. Uma hipótese para a não utilização dos resultados físicos é devido a geração um macro defeito (indentação) na superfície dos corpos de prova e esse defeito não influencia nos resultados dos ensaios físicos.

### **5.3.3 Ensaio de flexão**

Na Figura 34 são apresentados os valores obtidos de módulo de ruptura pelo ensaio de flexão para os corpos de prova com formulação A1 para todas as variáveis à que foram submetidos. A partir da Tabela 14 são obtidos os valores de média e erro de tensão máxima de ruptura à flexão para a mesma formulação.

**Figura 33 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A1.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 14 - Resultados de resistência à flexão para formulação A1.**

Amostras	Média (MPa)	Erro
Sinterizadas	61,7 <sup>a</sup>	1,7
Indentadas	32,5 <sup>b</sup>	4,3
Curadas 1 minuto	30,3 <sup>b</sup>	9,3
Curadas 30 minutos	37,8 <sup>b</sup>	4,3
Curadas 60 minutos	60,1 <sup>a</sup>	9,0

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

É possível perceber que houve uma redução de cerca de 6,8 % e um aumento de 16,3 % e 84,9 % na resistência à flexão do corpo de prova curado, por 1, 30 e 60 minutos, em relação ao corpo de prova indentado, respectivamente. Por outro lado, quando se compara o corpo de prova sinterizado com os corpos de prova indentados e os curados por 1, 30 e 60 minutos, observa-se uma redução da resistência (cerca de 47,3 % para o corpo indentado e de 60,9 %, 38,7 % e 2,6 % da resistência inicial, respectivamente).

Estes resultados mostram que o aumento da resistência é um indicativo de que o material apresentou a propriedade de auto cura, porém houve uma queda acentuada da resistência à flexão para o tempo de cura de 1 minuto, indicando que para a formulação A1, 1 minuto não é suficiente para garantir a auto cura do material. Uma possível explicação para que a cura não tenha ocorrido durante esse tempo pode estar relacionada com o baixo teor de SiC na mistura, dificultando a oxidação do agente de cura nesse curto intervalo de tempo e, conseqüentemente, a formação de uma fase móvel para preencher o macro defeito.

De acordo com a avaliação estatística dos resultados, as amostras avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de p value de 0,49 ( $p < 0,05$ ), indicando que há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, foi observada uma diferença entre as médias, indicando que as amostras sinterizadas e curadas por 60 minutos diferem estatisticamente das amostras indentadas e curadas por 1 e 30 minutos.

Na Figura 35 é apresentada a porcentagem de cura em relação aos corpos de prova indentados para formulação A1 a partir dos valores de flexão.

**Figura 34 - Curva de cura para as amostras de formulação A1.**



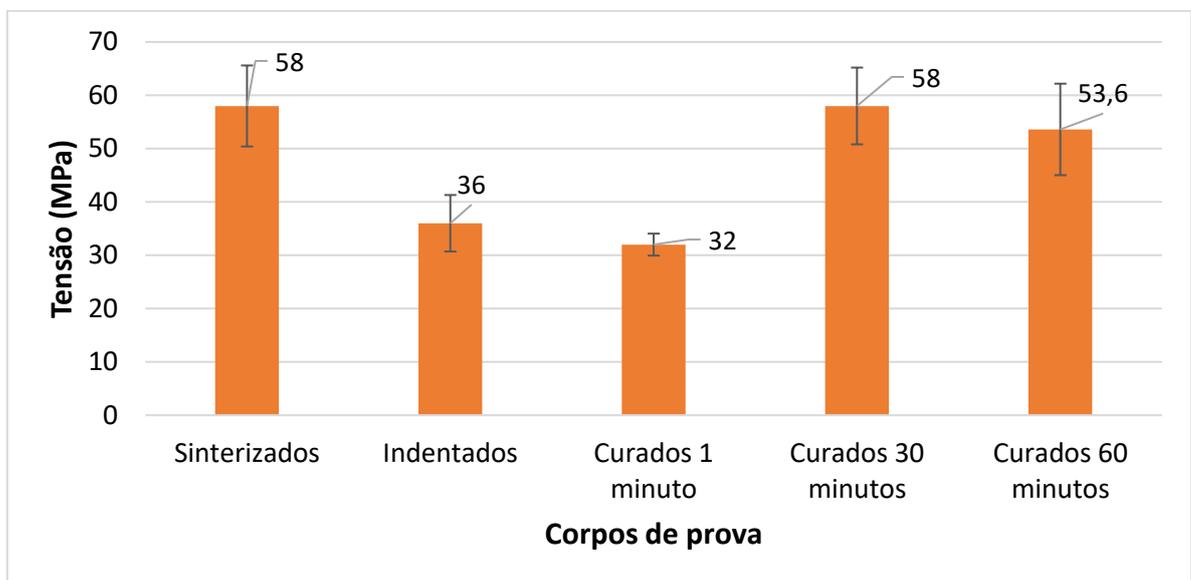
Fonte: próprio autor.

A partir da curva é possível inferir que o aumento do tempo de cura influencia diretamente na porcentagem de cura dos corpos de prova a partir do tempo de 1

minuto. Para a formulação A1, os corpos de prova curados a 60 minutos são os que apresentam os melhores resultados (84,9 %).

Na Figura 36 são apresentados os valores obtidos para os corpos de prova, para todas as variáveis à que foram submetidos, para formulação A2. A partir da Tabela 15 são obtidos os valores de média e erro de tensão máxima de ruptura à flexão para as amostras de mesma formulação.

**Figura 35 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A2.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 15 - Resultados de resistência à flexão para formulação A2.**

Amostras	Média (MPa)	Erro
<b>Sinterizadas</b>	58,0 <sup>a</sup>	7,6
<b>Indentadas</b>	36,0 <sup>b</sup>	5,3
<b>Curadas 1 minuto</b>	32,0 <sup>b</sup>	2,1
<b>Curadas 30 minutos</b>	58,0 <sup>a</sup>	7,2
<b>Curadas 60 minutos</b>	53,6 <sup>a</sup>	8,6

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

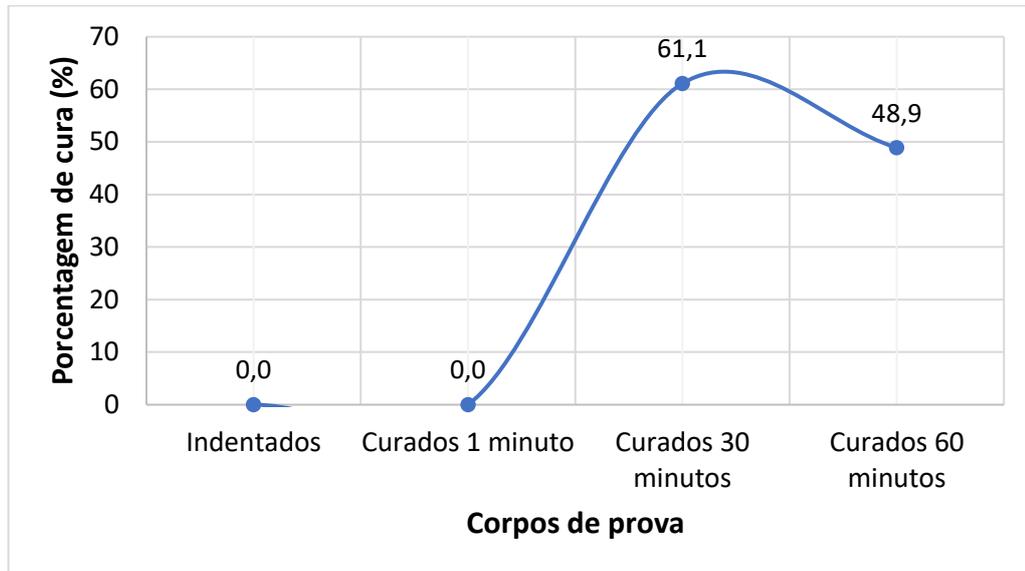
É possível perceber que houve uma diminuição de cerca de 11,1 % e um aumento de 61,1 % e 48,9 % na resistência à flexão do corpo de prova curado em relação ao corpo de prova indentado por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente. Por outro lado, quando se compara o corpo de prova sinterizado com os corpos de prova indentados e os curados por 1, 30 e 60 minutos, observa-se uma redução da resistência para o corpo de prova (cerca de 37,9 % para o corpo indentado e de 44,8 %, 0 % e 7,6 % da resistência inicial, respectivamente).

Estes resultados mostram que o aumento da resistência é um indicativo de que o material apresentou a propriedade de auto cura, porém, ainda assim, houve uma queda da resistência à flexão para o tempo de cura de 1 minuto, indicando que este tempo de cura também não é adequado para essa formulação. Uma possível hipótese para a redução da porcentagem de cura com o aumento do tempo de 30 para 60 minutos é de que, após o tempo de 30 minutos, com o teor de 20 % de SiC, a fase gerada pela oxidação começa a se degradar.

As amostras foram avaliadas pelo teste estatístico ANOVA e apresentaram um valor de p value de 0,03 ( $p < 0,05$ ), indicando que há uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, foi observada uma diferença entre as médias, uma vez que os materiais indentados e curados por 1 minuto diferem estatisticamente dos materiais sinterizados e curados por 30 e 60 minutos.

Na Figura 37 é apresentada a porcentagem de cura em relação aos corpos de prova indentados para formulação A2 a partir dos valores de flexão. A partir da curva é possível inferir que o aumento do tempo de cura influencia na porcentagem de cura dos corpos de prova a partir do tempo de 1 minuto. Para a formulação A2, os corpos de prova curados a 30 minutos são os que apresentam os melhores resultados (61,1 %).

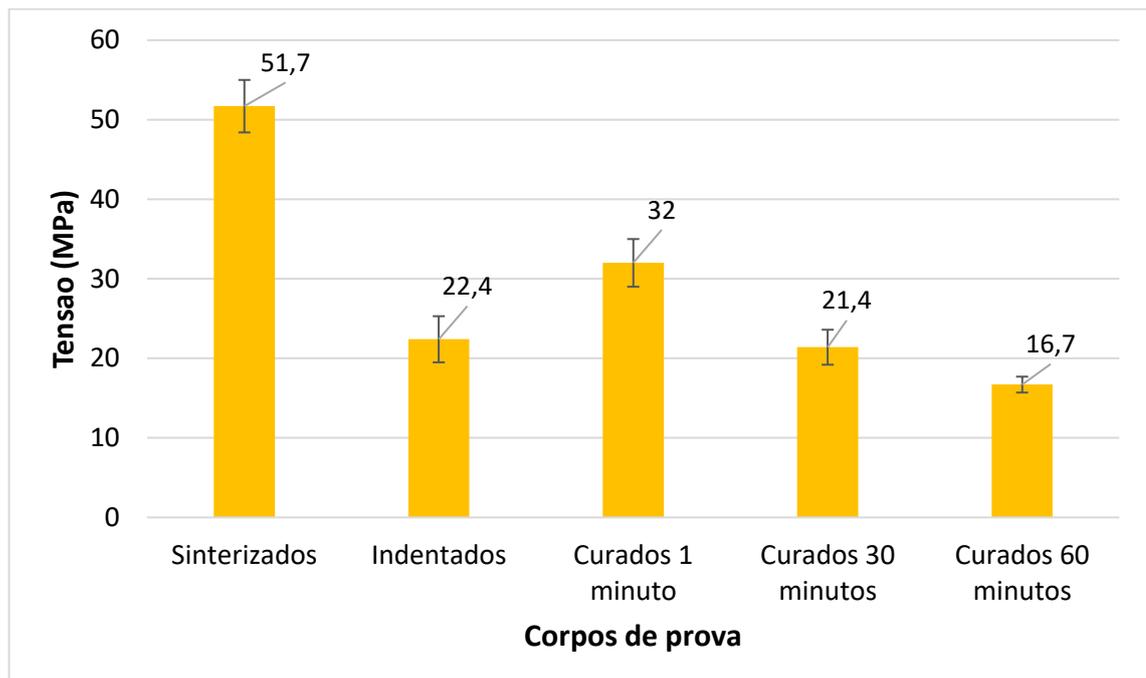
**Figura 36 - Curva de cura para as amostras de formulação A2.**



Fonte: próprio autor.

Os valores obtidos de tensão de ruptura à flexão para os corpos de prova com formulação A3 são mostrados na Figura 38. Na Tabela 16 são mostrados os valores de média e erro de tensão máxima de ruptura à flexão para as amostras produzidas com essa formulação.

**Figura 37 - Resultados obtidos pelo ensaio de flexão para os corpos de prova de formulação A3.**



Fonte: próprio autor.

**Tabela 16 - Resultados de resistência à flexão para formulação A3.**

<b>Amostras</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>Erro</b>
<b>Sinterizadas</b>	51,7 <sup>a</sup>	3,3
<b>Indentadas</b>	22,4 <sup>b</sup>	2,9
<b>Curadas 1 minuto</b>	32,0 <sup>b</sup>	3,0
<b>Curadas 30 minutos</b>	21,4 <sup>b</sup>	2,2
<b>Curadas 60 minutos</b>	16,7 <sup>b</sup>	1,0

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

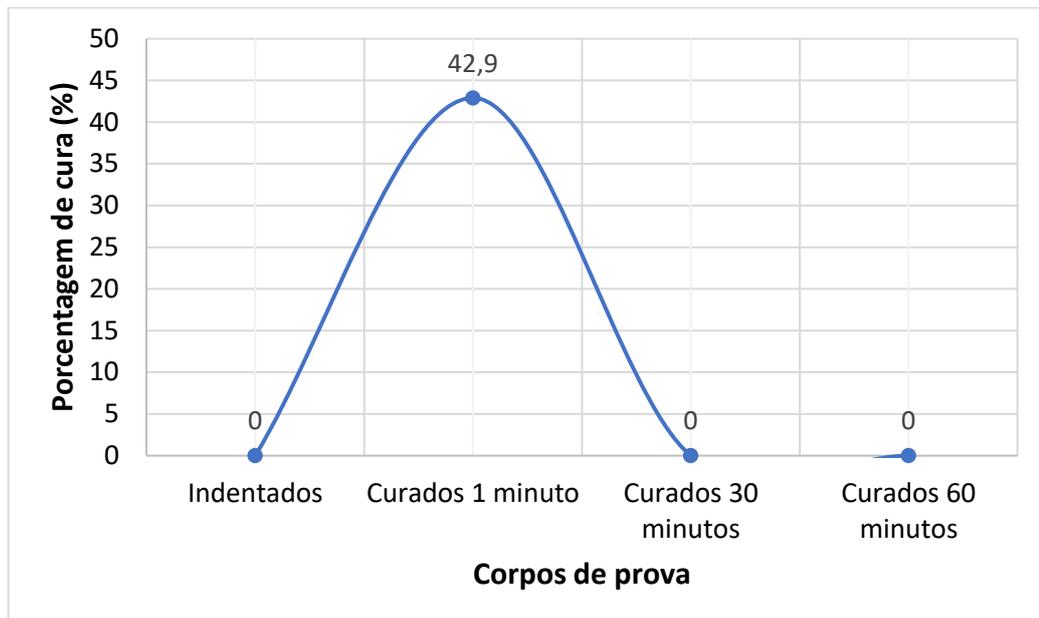
Fonte: próprio autor.

É possível observar que ocorreu um aumento de cerca de 41,9 % e uma diminuição de 4,5 % e 25,4 % na resistência à flexão do corpo de prova curado em relação ao corpo de prova indentado por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente. Quando se compara o corpo de prova sinterizado com os corpos de prova indentados e os curados por 1, 30 e 60 minutos, observa-se uma redução da resistência para o corpo de prova (cerca de 56,7 % para o corpo indentado e de 38,1 %, 58,6 % e 67,7 % da resistência inicial, respectivamente).

As amostras avaliadas pelo teste estatístico ANOVA apresentaram um valor de  $p$  value de 0,02 ( $p < 0,05$ ), indicando que existe uma diferença estatística entre os valores obtidos. Comparando as condições entre si pelo teste de Tukey, foi observada uma diferença entre as médias, indicando que as amostras sinterizadas diferem estatisticamente das outras condições.

Estes resultados mostram que o aumento da resistência para o tempo de cura de 1 minuto é um indicativo de que o material apresentou a propriedade de auto cura, como pode ser observado na Figura 39, em que a porcentagem de cura foi de 42,9 %. Uma hipótese para a redução da porcentagem de cura para 30 e 60 minutos é que, com o alto teor de SiC (30 %), no intervalo de tempo citado a formação do SiO<sub>2</sub> ocorre rapidamente e conforme o aumento do tempo, há um aumento na degradação da nova fase formada.

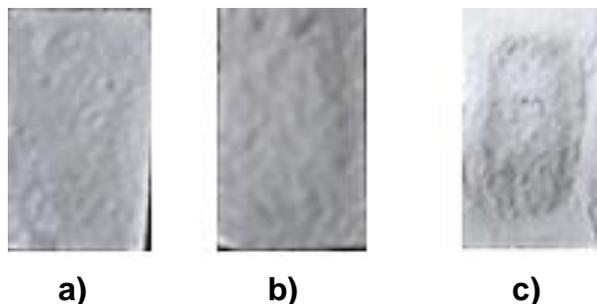
**Figura 38 - Curva de cura para as amostras de formulação A3.**



Fonte: próprio autor.

Os valores de tensão apresentados para os corpos de prova de formulação A3 foram baixos em comparação com os de formulação A1 e A2. Estes resultados podem ser explicados pelo alto teor de carbetto de silício na mistura. Acima de cerca de 25 % de SiC na matriz de alumina ocorre a aglomeração do carbetto de silício na matriz (Figura 40) e essa aglomeração prejudica as propriedades mecânicas do compósito (as diferenças no tamanho, concentração e morfologia das partículas também contribuem para a aglomeração) (AKBARI *et al.*, 2019).

**Figura 39 - Superfície fraturada de um corpo de prova de cada formulação.**



Legenda: a) superfície formulação A1; b) superfície formulação A2; c) superfície formulação A3.

Imagens obtidas com resolução de 4163x3122 pixels (13 MP).

Fonte: próprio autor.

É possível observar que enquanto a formulação A1 e A2 são compostas por uma superfície de fratura homogênea, a formulação A3 apresenta uma aglomeração do carbetto de silício no centro da peça fraturada. Sabe-se que, dificilmente consegue-se evitar a aglomeração de partículas de carbetto de silício e garantir uma mistura homogênea entre o carbetto de silício e a alumina (KLEMENT *et al.*, 2018). Portanto, essa aglomeração pode estar criando um ponto de fragilidade na peça causando uma diminuição na resistência mecânica. Klement *et al.* (2018) confirmaram que partículas maiores de SiC representam uma barreira mais eficaz ao crescimento de grãos de alumina, pois garantem que uma maior quantidade de energia seja necessária para fixá-los dentro da matriz, movendo os contornos dos grãos.

Além disso, foi estabelecido que há uma incompatibilidade na expansão térmica da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $8,8 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ ) e do SiC ( $4,4 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ ) e isso pode provocar o surgimento de trincas durante o resfriamento como também diferentes módulos elásticos podem provocar o aparecimento de trincas quando uma tensão externa for aplicada. O maior decréscimo da resistência ocorre quando as inclusões possuem um baixo coeficiente de expansão térmica e baixo módulo elástico comparadas com a matriz, uma vez que o tamanho das trincas geradas passa a ser superior ao tamanho das inclusões visíveis (ALWEENDO *et al.*, 2020; KLEMENT *et al.*, 2018).

Essas inclusões presentes afetam a propagação da trinca devido aos diferentes coeficientes de expansão térmica, logo cada inclusão intragranular pode resultar no início de microfissuras. Esse efeito pode ser tão efetivo que permite que a trinca se propague de inclusão em inclusão (PARCHOVIANSKÝ *et al.*, 2013). Com o aumento do teor de SiC há também a possibilidade da formação da fase vítrea da mulita (fase quebradiça), que pode levar o carbetto de silício a não se ligar fortemente na matriz. A formação da fase mulita no contorno do grão pode ser uma razão para a mudança da microestrutura e da forma dos grãos no composto (KLEMENT *et al.*, 2018).

Entretanto, não existe um acordo geral sobre qual mecanismo é responsável pelas mudanças observadas nas propriedades mecânicas dos compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - SiC e ainda não é possível afirmar se as partículas de carbetto de silício dentro dos grãos de alumina ou aquelas nos limites dos grãos são os principais responsáveis por essas mudanças (KLEMENT *et al.*, 2018).

A baixa resistência mecânica obtida nos ensaios de flexão (máxima de 61,7 MPa para formulação A1, 58,0 MPa para formulação A2 e 51,7 MPa para formulação A3) quando comparada aos estudos de Ando *et al.* (2004), Alweendo *et al.* (2020) e Osada

*et al.* (2017) pode ter sido influenciada pela temperatura de sinterização utilizada. A utilização em fornos de atmosfera controlada também pode influenciar no empacotamento das partículas durante o processo e, conseqüentemente, afetar a resistência mecânica na peça final. Outra hipótese é com relação ao processo de prensagem: a quente ou à frio. Uma vez que, na literatura não se encontra referências para prensagem à frio do compósito de carбето de silício na matriz de alumina. Por outro lado, a prensagem a quente foi avaliada por Ando *et al.* (2004), Alweendo *et al.* (2020), Osada *et al.* (2017), Klement *et al.* (2018) e Shi *et al.* (2019).

Apesar dos valores apresentados para a resistência à flexão dos materiais estudados, não há uma influência significativa nos resultados esperados, uma vez que o intuito do trabalho é avaliar a capacidade do material de apresentar a auto cura comparando as condições empregadas no desenvolvimento deste, não sendo necessários altos valores de resistência mecânica. Todos os corpos de prova produzidos apresentaram a capacidade de auto cura quando avaliados pelo ensaio de resistência à flexão, sendo válido o resultado para o método utilizado.

Em materiais dopados com MgO (agente ativador de cura) a auto cura ocorre mais rapidamente do que nos materiais sem MgO (OSADA *et al.*, 2017), sendo possível uma redução na temperatura para que ocorra a auto cicatrização e, por conseqüente, permitindo uma economia de recursos durante o processo.

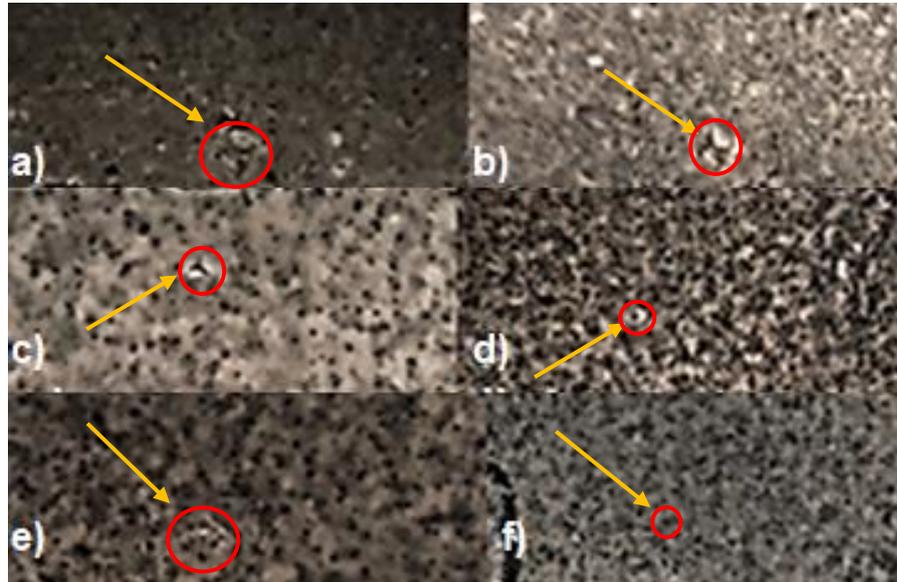
Uma vez que não existe na literatura específica (CHLUP *et al.*, 2008; ANDO *et al.*, 2004; OSADA *et al.*, 2017) estudos variando o tempo de cura, mantendo fixa a temperatura de cura (1000 °C) e variando a composição do material, não é possível avaliar ou justificar, comparando com a literatura, como o tempo influencia na auto cura do material em relação à sua composição. Entretanto, por meio dos resultados obtidos neste trabalho, é possível supor que para a formulação A1, o aumento no tempo de cura (até o tempo de 1 hora) é o ideal para que a auto cura ocorra de forma eficiente, sem que a decomposição do SiO<sub>2</sub> afete as propriedades do material ou até mesmo que ocorra a decomposição em si.

#### **5.3.4 Redução da descontinuidade**

Na Figura 41 é mostrada a superfície de um dos corpos de prova de formulação A1 antes e a após a cura, com o tempo de aquecimento de 1, 30 e 60 minutos. E os

resultados obtidos de medição para os corpos de prova com formulação A1 no aquecimento à 1000 °C são apresentados na Tabela 17.

**Figura 40 - Amostra de formulação A1 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente.**



Legenda: a) descontinuidade antes da cura; b) descontinuidade após a cura por 1 minuto; c) descontinuidade antes da cura; d) descontinuidade após a cura por 30 minutos; e) descontinuidade antes da cura; f) descontinuidade após a cura por 60 minutos.

Imagens obtidas com resolução 4163x3122 pixels (13 MP).

Fonte: próprio autor.

**Tabela 17 – Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A1 após cura.**

<b>Redução com o tempo de 1 minuto (%)</b>	<b>Redução com o tempo de 30 minutos (%)</b>	<b>Redução com o tempo de 60 minutos (%)</b>
15,9 <sup>a</sup>	19,1 <sup>a</sup>	15,6 <sup>a</sup>

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

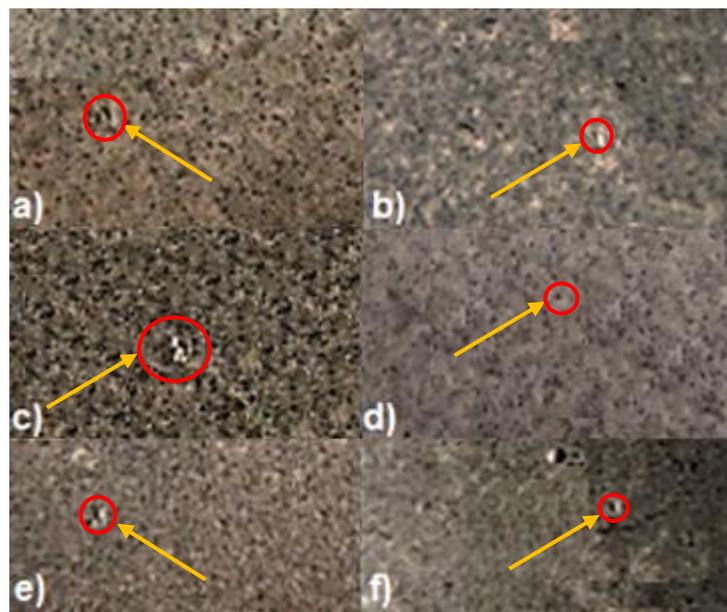
Fonte: próprio autor.

A partir da Tabela 17 é possível perceber que ocorreu redução em todas as amostras curadas, quando comparadas com a medida inicial da indentação, chegando ao valor máximo de 19,1 % no tempo de 30 minutos. Pela avaliação estatística dos resultados é possível perceber que não há diferença significativa entre as médias dos

corpos de prova para todos os tempos de cura. O valor obtido de p value foi 0,34 ( $p > 0,05$ ) no teste ANOVA e através do teste Tukey não foi observada nenhuma diferença entre as médias.

Os resultados das medidas de descontinuidades para a amostra A2, antes e a após a cura, com o tempo de aquecimento de 1, 30 e 60 minutos, são apresentados na Figuras 42 e na Tabela 18. Pode-se observar que ocorreu redução em todas as amostras curadas, chegando ao valor máximo de 14,83 % no tempo de 30 minutos. As amostras foram avaliadas estatisticamente e o valor obtido de p value foi 0,02 ( $p < 0,05$ ) no teste ANOVA, indicando que existe uma diferença entre as médias. Através do teste Tukey foi observada uma diferença entre as condições, especificamente para o tempo de 30 minutos.

**Figura 41 - Amostra de formulação A2 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente.**



Legenda: a) descontinuidade antes da cura; b) descontinuidade após a cura por 1 minuto; c) descontinuidade antes da cura; d) descontinuidade após a cura por 30 minutos; e) descontinuidade antes da cura; f) descontinuidade após a cura por 60 minutos.

Imagens obtidas com resolução 4163x3122 pixels (13 MP).

Fonte: próprio autor.

**Tabela 18 - Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A2 após cura.**

Redução com o tempo de 1 minuto (%)	Redução com o tempo de 30 minutos (%)	Redução com o tempo de 60 minutos (%)
10,0 <sup>a</sup>	14,8 <sup>b</sup>	10,0 <sup>a</sup>

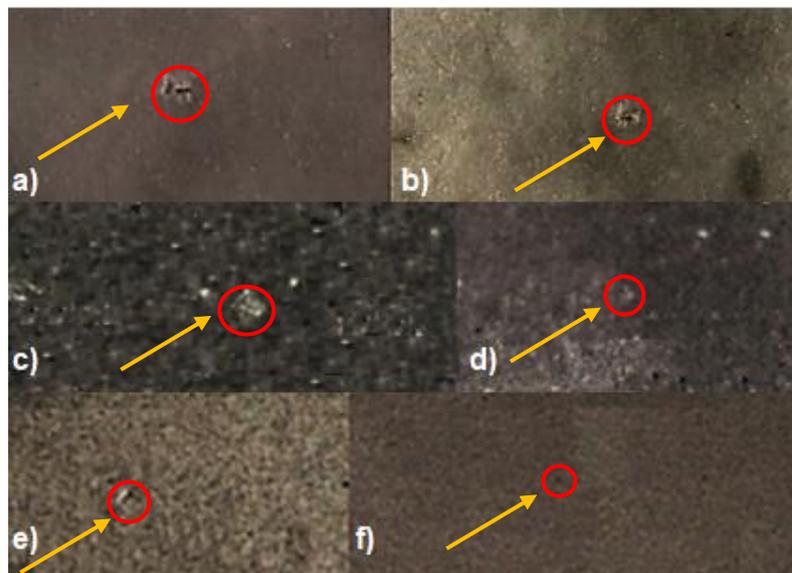
Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

A Figura 43 e Tabela 19 mostram a superfície de um dos corpos e a descontinuidade para a formulação A3, antes e a após a cura, com o tempo de aquecimento de 1, 30 e 60 minutos. Observa-se na Tabela 18 que houve uma redução em todas as amostras curadas, chegando ao valor máximo de 18,93 % no tempo de 30 minutos. O valor obtido de p value foi 0,0 ( $p < 0,05$ ) no teste ANOVA. Pela avaliação estatística de Tukey há diferença significativa entre as médias dos corpos de prova para todos os tempos de cura, indicando um diferencial no tempo de 30 minutos.

**Figura 42 - Amostra de formulação A3 curada por 1, 30 e 60 minutos, respectivamente.**



Legenda: a) descontinuidade antes da cura; b) descontinuidade após a cura por 1 minuto; c) descontinuidade antes da cura; d) descontinuidade após a cura por 30 minutos; e) descontinuidade antes da cura; f) descontinuidade após a cura por 60 minutos.

Imagens obtidas com resolução 4163x3122 pixels (13 MP).

Fonte: próprio autor.

**Tabela 19 - Redução das descontinuidades nos corpos de prova de formulação A3 após cura.**

<b>Redução com o tempo de 1 minuto (%)</b>	<b>Redução com o tempo de 30 minutos (%)</b>	<b>Redução com o tempo de 60 minutos (%)</b>
7,5 <sup>a</sup>	18,9 <sup>b</sup>	7,5 <sup>a</sup>

Legenda: ANOVA, pós teste Tukey,  $p < 0,05$ .

Medidas que não compartilham a mesma letra são diferentes estatisticamente.

Fonte: próprio autor.

Comparando as formulações A1, A2 e A3 é possível perceber a redução da descontinuidade na superfície do corpo de prova após o processo de cura pela diminuição das descontinuidades para todas as formulações. Os resultados obtidos pela redução também são indícios de que os corpos de prova produzidos por prensagem uniaxial a frio e a partir de uma granulometria micrométrica apresentam a capacidade de auto cicatrização.

## 6. CONCLUSÕES

Os corpos de prova produzidos contendo 15 %, 20 % e 30 % em peso de carbeto de silício incorporados na matriz de alumina não apresentaram defeitos superficiais visíveis, indicando que o processo de prensagem uniaxial a frio e a utilização de granulometrias micrométricas foram adequados.

A caracterização química e mineralógica das amostras mostrou que as mesmas possuíam alto grau de pureza e os ensaios físicos não foram eficientes para comprovar a capacidade de auto cura no material.

O aumento do teor de carbeto de silício contribuiu de forma negativa no valor de resistência à flexão das amostras, assim como na porcentagem de cura do material. Os maiores valores de resistência à flexão encontrados foram para as amostras contendo 15 % de SiC (61,7 MPa). A porcentagem de cura foi maior para a formulação contendo 15 % de SiC (84,9 %) e a medida da redução da descontinuidade foi também maior para os corpos de prova contendo 15 % de SiC (19,1 %).

Dentro do intervalado estudado, o aumento do teor de SiC permite uma redução no tempo de cura, sendo menor (1 minuto) para a formulação contendo 30 % de SiC. A formulação contendo 15 % de SiC apresentou um melhor valor de cura (84,9 %) para o tempo de 1 hora.

Apesar dos baixos resultados para o ensaio de flexão em todas as formulações, o método foi eficiente para avaliar a capacidade de auto cura da cerâmica produzida, uma vez que todas apresentaram a propriedade recuperando parte de sua resistência inicial.

Esse trabalho é promissor por se tratar da utilização de métodos que garantem a produção de cerâmicas mais economicamente viáveis com a capacidade de se auto regenerar, visando a conformação por prensagem uniaxial a frio e utilização de matérias-primas com granulometrias micrométricas.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar as propriedades mecânicas da cerâmica produzida por prensagem uniaxial à frio variando a temperatura de sinterização em relação ao teor de carvão de silício adicionado;
- Realizar o processo de sinterização com atmosfera controlada, após prensagem uniaxial à frio e analisar as propriedades mecânicas da amostra;
- Avaliar a influência da carga de prensagem uniaxial à frio durante a conformação dos corpos de prova;
- Avaliar a influência dos processos de cura com tempo de cicatrização superiores a 60 minutos em peças conformadas por prensagem uniaxial à frio;
- Avaliar o processo de matrizes à base de alumina com adição de outros agentes de cura, como exemplo óxido de ítrio, utilizando o método de conformação por prensagem uniaxial à frio.

## REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 13818**: Placas cerâmicas para revestimento - Especificação e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 1997.
- ABYZOV, A. M. Aluminum Oxide and Alumina Ceramics (review). Part 1. Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Commercial Production of Dispersed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. **Refractories And Industrial Ceramics**, [s.l.], v. 60, n. 1, p. 24-32, Maio 2019.
- ABYZOV, A. M. Oxide and Alumina Ceramics (Review). Part 3. Russian Manufacturers of Alumina Ceramics<sup>1</sup>. **Refractories And Industrial Ceramics**, [s.l.], v. 60, n. 2, p. 183-191, Jul. 2019.
- AKBARI, E.; KAKROUDI, M. G.; SHAHEDIFAR, V.; GHIASI, H. The influence of different SiC amounts on the microstructure, densification, and mechanical properties of hot-pressed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC composites. **International Journal Of Applied Ceramic Technology**, [S.L.], v. 17, n. 2, p. 491-500, Nov. 2019.
- ALWEENDO, T.; OLUWAGBENGA, J., SHONGWE, M. B.; KAVISHE, F.; BORODE, J. O. (2020). Microstructural and Mechanical Properties of Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Matrix Composites Reinforced with SiC from Rice Husk by Spark Plasma Sintering. **Materials Research**, v. 23, n. 1, Jan. 2020.
- ANDO, K.; KIM, B.-s.; CHU, M.-c.; SAITO, S.; TAKAHASHI, K. Crack-healing and mechanical behaviour of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC composites at elevated temperature. **Fatigue Fract Engng Mater Struct**, [s.l.], v. 27, n. 7, p. 533-541, Jul. 2004.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C373**: Test method for water absorption, bulk density, apparent porosity and apparent specific gravity of fired whiteware products. 1972.
- BEKAS, D.G.; TSIRKA, K.; BALTZIS, D.; PAIPETIS, A.S. Self-healing materials: a review of advances in materials, evaluation, characterization and monitoring techniques. **Composites Part B: Engineering**, [s.l.], v. 87, p. 92-119, Fev. 2016.
- BISPO, L. B. Cerâmicas odontológicas: vantagens e limitações da zircônia. **Revistas**, [s.l.], v. 72, n. 1/2, p. 24, 4 jan. 2016. Associação Brasileira de Odontologia Rio de Janeiro (ABORJ).
- BLAISZIK, B.J., KRAMER, S.L.B., OLUGEBEFOLA, S.C., MOORE, J.S., SOTTOS, N.R., WHITE, S.R. Self-healing polymers and composites. **Annual Review of Materials Research** v. 40, n. 1, p.179-211, 2010.
- BOATEMAA, L.; KWAKERNAAK, C.; ZWAAG, S. D.; SLOOF, W. G. Selection of healing agents for autonomous healing of alumina at high temperatures. **Journal Of The European Ceramic Society**, [s.l.], v. 36, n. 16, p. 4141-4145, Dez. 2016.
- BRANT, G. Ceramic cutting tools, state of the art and development trends. **Materials Technology**, v.1, n.14, p. 17-24, 1999.

CALLISTER, Jr., W.D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017. 589p.

CARGNIN, M.; SOUZA, S. M. A. G. U. de; SOUZA, A. A. U. de; NONI JUNIOR, A. de. Determinação de parâmetros cinéticos da sinterização de revestimentos cerâmicos de monoqueima do tipo BIIa. **Cerâmica**, [S.L.], v. 57, n. 344, p. 461-466, Dez. 2011.

CHLUP, Z.; FLASAR, P.; KOTOJI, A.; DLOUHY, I. Fracture behaviour of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC nanocomposite ceramics after crack healing treatment. **Journal Of The European Ceramic Society**, [s.l.], v. 28, n. 5, p. 1073-1077, Jan. 2008.

DAS, R.; MELCHIOR, C.; KARUMBIAIAH, K. Self-healing composites for aerospace applications. **Advanced Composite Materials For Aerospace Engineering**, [s.l.], p.333-364, 2016.

EOM, J.; KIM, Y.; RAJU, S. Processing and properties of macroporous silicon carbide ceramics: a review. **Journal Of Asian Ceramic Societies**, [s.l.], v. 1, n. 3, p. 220-242, Set. 2013.

FILHO, E. B. S.; ALVES, M. C. M.; DA MOTTA, M. Lama vermelha da indústria de beneficiamento de alumina: produção, características, disposição e aplicações alternativas. **Revista Matéria: Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 12, n. 2, p.322-338, Nov. 2007.

FLORIAN, M.; CARVALHO, L. E.; IHA, K.; GRAÇA, M. L. A.; CAIRO, C. A. A. Compósitos SiCf /SiC utilizados em sistemas de proteção térmica. **Cerâmica**, [s.l.], v. 51, n. 319, p. 280-284, Set. 2005.

GARCIA, S.J.; FISCHER, H.R. Self-healing polymer systems: properties, synthesis and applications. **Smart Polymers And Their Applications**, [s.l.], p. 271-298, 2014.

GHOSH, Swapan Kumar (Ed.). **Self-Healing Materials Fundamentals, Design Strategies and Applications**. Weinheim: Wiley-vch Verlag Gmbh & Co. Kga, 2009. 28p.

HAGER, M. D.; GREIL, P.; LEYENS, C.; ZWAAG, S. D.; SCHUBERT, U. S. Self-Healing Materials. **Advanced Materials**, [s.l.], v. 22, n. 47, p. 5424-5430, Set. 2010.

HAMILTON, A.R.; SOTTOS, N.R.; WHITE, S.R. Mitigation of fatigue damage in self-healing vascular materials. **Polymer**, [s.l.], v. 53, n. 24, p. 5575-5581, Nov. 2012.

HAYES, S.A.; JONES, F.R.; MARSHIYA, K.; ZHANG, W. A self-healing thermosetting composite material. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, [s.l.], v. 38, n. 4, p. 1116-1120, Abr. 2007.

HUET, R.; SAKONA, A.; KURTZ, S. M. Strength and reliability of alumina ceramic femoral heads: review of design, testing, and retrieval analysis. **Journal Of The Mechanical Behavior Of Biomedical Materials**, [s.l.], v. 4, n. 3, p. 476-483, Abr. 2011.

ICDD (2003). *The Powder Diffraction File 02 (PDF-02)*. International Center for Diffraction Data. Available in: <http://www.icdd.com/products/index.htm>.

KESSLER, M.R. Self-healing composites. **Delamination Behaviour Of Composites**, [s.l.], p. 650-673, 2008.

KHAMKONGKAEAO, A.; KLYSUBUN, W.; BOONCHUDUANG, T.; SAILUAM, W.; SRIWATTANA, P.; PHETRATTANARANGSI, T.; SRIMONGKON, K.; SAKKOMOLSRI, B.; PIMSAWAT, A.; DAENGSAKUL, S. X-ray absorption spectroscopy investigation of relationship between Mg vacancy and magnetic properties of MgO powder. **Journal Of Magnetism And Magnetic Materials**, [s.l.], v. 460, p. 327-333, Ago. 2018.

KLEMENT, R.; IVANČÁREK, P.; PARCHOVIANSKÝ, M.; SEDLÁČEK, J.; GALUSEK, D. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC nanocomposites: preparation, microstructure, and properties. **Advances In Ceramic Matrix Composites**, [S.L.], p. 49-92, 2018.

LAMOUREUX, F; BERTRAND, S; PAILLER, R; NASLAIN, R; CATALDI, M. Oxidation-resistant carbon-fiber-reinforced ceramic-matrix composites. **Composites Science And Technology**, [s.l.], v. 59, n. 7, p. 1073-1085, Maio 1999.

MALKI, A.; MEKHALIF, Z.; DETRICHE, S.; FONDER, G.; BOUMAZA, A.; DJELLOUL, A. Calcination products of gibbsite studied by X-ray diffraction, XPS and solid-state NMR. **Journal Of Solid State Chemistry**, [s.l.], v. 215, p. 8-15, Jul. 2014.

MCKEE, D.W. Oxidation behavior of matrix-inhibited carbon/carbon composites. **Carbon**, [s.l.], v. 26, n. 5, p. 659-664, 1988.

MIKIJELJ, B.; NAWAZ, Z.; KRUZIC, J. J.; IDROBO, J.; SWAB, J. J.; ÖZCOBAN, H.; JELITTO, H.; SCHNEIDER, G. A.; FETT, T.; LIU, Y. Intergranular Nanostructure Effects on Strength and Toughness of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. **Journal Of The American Ceramic Society**, [s.l.], v. 98, n. 5, p. 1650-1657, 31 Jan. 2015.

MITOMO, M.; NISHIMURA, T.; TSUTSUMI, M. Crack healing in silicon nitride and alumina ceramics. **Journal Of Materials Science Letters**, [s.l.], v. 15, n. 22, p. 1976-1978, 1996.

NAKAMURA, M.; TAKEO, K.; OSADA, T.; OZAKI, S. Finite Element Analysis of Self-Healing and Damage Processes in Alumina/SiC Composite Ceramics. **Technologies**, [s.l.], v. 5, n. 3, p. 40-50, Jun. 2017.

NASCIMENTO, V.A., SANTANA M. V., SILVA, H. J. B. F., FREITAS W. A., SILVA, H. D. A., DOURADO J. B. O. L, OLIVEIRA, B. L M. Utilização de material cerâmico em aplicações biológicas. **Revista Científica Semana Acadêmica**. Fortaleza, v. 1, n. 167, 2019.

NIIHARA, K. New Design Concept of Structural Ceramics. **Journal Of The Ceramic Society Of Japan**, [S.L.], v. 99, n. 1154, p. 974-982, 1991.

ORTIZ, A.I; SÁNCHEZ-BAJO, F; CUMBRERA, F.I; GUIBERTEAU, F. X-ray powder diffraction analysis of a silicon carbide-based ceramic. **Materials Letters**, [s.l.], v. 49, n. 2, p. 137-145, Jun. 2001.

OSADA, T.; KAMODA, K.; MITOME, M.; HARA, T.; ABE, T.; TAMAGAWA, Y.; NAKAO, W.; OHMURA, T. A Novel Design Approach for Self-Crack-Healing Structural Ceramics with 3D Networks of Healing Activator. **Scientific Reports**, [s.l.], v. 7, n. 1, p. 1-9, Dez. 2017.

PANG, J. W.C.; BOND, I. P. A hollow fibre reinforced polymer composite encompassing self-healing and enhanced damage visibility. **Composites Science And Technology**, [s.l.], v. 65, n. 11-12, p. 1791-1799, Set. 2005.

PARCHOVIANSKÝ, M.; GALUSEK, D.; SEDLÁČEK, J.; IVANČÁREK, P.; KAŽIAROVÁ, M.; DUSZA, J.; IAJGALÍK, P. Microstructure and mechanical properties of hot pressed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC nanocomposites. **Journal Of The European Ceramic Society**, [S.L.], v. 33, n. 12, p. 2291-2298, Out. 2013.

RAHMATI, M.; MOZAFARI, M. Biocompatibility of alumina-based biomaterials-A review. **Journal Of Cellular Physiology**, [s.l.], v. 234, n. 4, p. 3321-3335, Set. 2018.

REED, J. S., **Principles of Ceramics Processing**, John Wiley & Sons, 1998. 688p.

ROCHA, K. R.; JÚNIOR, A. J. B. ANOVA MEDIDAS REPETIDAS E SEUS PRESSUPOSTOS: análise passo a passo de um experimento. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia - Issn: 1984-5693**, [S.L.], Rio de Janeiro, v. 10, p. 29, Ago. 2018.

RODRIGUES, A. C.; SOUZA, R. N. F.; GALISA, O. F.; FRANÇA, T. V.; BIANCHI, E. C.; FOSCHINI, C. R. Efeito dos parâmetros de retificação no acabamento superficial de cerâmicas avançadas. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [s.l.], v. 21, n. 4, p. 1012-1020, Dez. 2016.

SARKER, M. S. R.; ALAM, M. Z.; QADIR, M. R.; GAFUR, M. A.; MONIRUZZAMAN, M. Extraction and characterization of alumina nanopowders from aluminum dross by acid dissolution process. **International Journal Of Minerals, Metallurgy, And Materials**, [s.l.], v. 22, n. 4, p. 429-436, Abr. 2015.

SHE, X.; HUANG, A. Q.; LUCIA, O.; OZPINECI, B. Review of Silicon Carbide Power Devices and Their Applications. **Ieee Transactions On Industrial Electronics**, [s.l.], v. 64, n. 10, p. 8193-8205, Out. 2017.

SHI, S.; GOTO, T.; CHO, S.; SEKINO, T. Electrochemically assisted room-temperature crack healing of ceramic-based composites. **Journal Of The American Ceramic Society**, [s.l.], v. 102, n. 7, p. 4236-4246, Jan. 2019.

TONELLO, K.P.S.; BRESSIANI, J.C., BRESSIANI, A.H.A.; Estudo de sinterização de compósitos à base de aluminas comerciais; In: 53º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Guarujá, SP, 2009. **Anais...** São Paulo, ABC, 2009 Ref. 09-015.

JOHNSON, O. T.; ROKEBRAND, P.; SIGALAS I.; Microstructure and Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC Nanomaterials; In: 2<sup>o</sup> World Congress on Engineering, London, 2014. **Proceedings...** London: IAENG, 2014.

WHITE, S. R.; SOTTOS, N. R.; GEUBELLE, P. H.; MOORE, J. S.; KESSLER, M. R.; SRIRAM, S. R.; BROWN, E. N.; VISWANATHAN, S. Autonomic healing of polymer composites. **Nature**, [s.l.], v. 409, n. 6822, p. 794-797, Fev. 2001.

YAMADA, K.; MOHRI, M. Properties and Applications of Silicon Carbide Ceramics. **Silicon Carbide Ceramics—1**, [s.l.], p. 13-44, 1991.

ZHANG, C.; QIAO, S.; YAN, K.; LIU, Y.; WU, Q.; HAN, D.; LI, M. Mechanical properties of a carbon fiber reinforced self-healing multilayered matrix composite at elevated temperatures. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 528, n. 7-8, p. 3073-3078, Mar. 2011.

ZHANG, M.; RONG, M. Design and synthesis of self-healing polymers. **Science China Chemistry**, [s.l.], v. 55, n. 5, p. 648-676, Mar. 2012.

ZHOU, J.; WANG, W.; CHENG, Y.; ZHANG, Z. Facile Hydrothermal Synthesis and Characterization of Porous Magnesium Oxide for Parachlorophenol Adsorption From the Water. **Integrated Ferroelectrics**, [s.l.], v. 137, n. 1, p. 18-29, Jan. 2012.