



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21b/2016/04.15.17.04-TDI

**ANÁLISE COMPARATIVA DOS PROCESSOS DE
OBTENÇÃO DAS CERÂMICAS DA ALUMINA α , DA
ZIRCÔNIA-3YTZP E DO COMPÓSITO ALUMINA α +
18,5 % ZIRCÔNIA-3YTZP PARA APLICAÇÃO EM
SATÉLITES COMO BLINDAGEM PARA IMPACTOS
COM DETRITOS ESPACIAIS**

Daniel Alessandro Nono

Dissertação de Mestrado do
Curso de Pós-Graduação em
Engenharia e Tecnologia Espa-
ciais/Gerenciamento de Sistemas
Espaciais, orientada pelos Drs.
Francisco Piorino Neto, e Sérgio
Luiz Mineiro, aprovada em 29 de
fevereiro de 2016.

URL do documento original:

<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3LGLQHQ>

INPE
São José dos Campos
2016

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

Fax: (012) 3208-6919

E-mail: pubtc@inpe.br

COMISSÃO DO CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (DE/DIR-544):

Presidente:

Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação (CPG)

Membros:

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

Dr. André de Castro Milone - Coordenação de Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA)

Dra. Carina de Barros Melo - Coordenação de Laboratórios Associados (CTE)

Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação de Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE)

Dr. Hermann Johann Heinrich Kux - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

Dr. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

Silvia Castro Marcelino - Serviço de Informação e Documentação (SID) **BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SID)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Marcelo de Castro Pazos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SID)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

sid.inpe.br/mtc-m21b/2016/04.15.17.04-TDI

**ANÁLISE COMPARATIVA DOS PROCESSOS DE
OBTENÇÃO DAS CERÂMICAS DA ALUMINA α , DA
ZIRCÔNIA-3YTZP E DO COMPÓSITO ALUMINA α +
18,5 % ZIRCÔNIA-3YTZP PARA APLICAÇÃO EM
SATÉLITES COMO BLINDAGEM PARA IMPACTOS
COM DETRITOS ESPACIAIS**

Daniel Alessander Nono

Dissertação de Mestrado do
Curso de Pós-Graduação em
Engenharia e Tecnologia Espa-
ciais/Gerenciamento de Sistemas
Espaciais, orientada pelos Drs.
Francisco Piorino Neto, e Sérgio
Luiz Mineiro, aprovada em 29 de
fevereiro de 2016.

URL do documento original:

<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3LGLQHQ>

INPE
São José dos Campos
2016

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Nono, Daniel Alessander.

N733a Análise comparativa dos processos de obtenção das cerâmicas da alumina α , da zircônia-3YTZP e do compósito alumina α + 18,5 % zircônia-3YTZP para aplicação em satélites como blindagem para impactos com detritos espaciais / Daniel Alessander Nono. – São José dos Campos : INPE, 2016.
xxxvi + 183 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21b/2016/04.15.17.04-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Gerenciamento de Sistemas Espaciais) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2016.

Orientadores : Drs. Francisco Piorino Neto, e Sérgio Luiz Mineiro.

1. Satélite. 2. Blindagem. 3. Alumina. 4. Zircônia. 5. Detrito.
I.Título.

CDU 666.762.11:629.78



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

Aluno (a): Daniel Alessandro Nono

Título: "ANÁLISE COMPARATIVA DOS PROCESSOS DE OBTENÇÃO DE CERÂMICAS DE ALUMINA α , DA ZIRCÔNIA-3YTZP E DO COMPÓSITO ALUMINA α + 18,5% ZIRCÔNIA-3YTZP PARA APLICAÇÃO EM SATÉLITES COMO BLINDAGEM PARA IMPACTOS COM DETRITOS ESPACIAIS".

Aprovado (a) pela Banca Examinadora em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de *Mestre* em

Engenharia e Tecnologia Espaciais/Gerenciamento de Sistemas Espaciais

Dr. Francisco Cristovão Lourenço de Melo



Presidente / IAE/DCTA / S.J.Campos - SP

Dr. Francisco Piorino Neto



Orientador(a) / AMR/IAE/DCTA / S.J.Campos - SP

Dr. Sérgio Luiz Mineiro



Orientador(a) / INPE / São José dos Campos - SP

Dr. João Paulo Barros Machado



Membro da Banca / INPE / São José dos Campos - SP

Dr. João Marcos Kruszynski de Assis



Convidado(a) / IAE/AMR / São José dos Campos - SP

Este trabalho foi aprovado por:

maioria simples

unanimidade

São José dos Campos, 29 de Fevereiro de 2016

“Com suor e lagrimas se chega longe, mas apenas com otimismo é possível ir além”.

Provérbio Popular

*A minha mãe, Dra Maria do Carmo de Andrade Nono, grande mentora e amiga,
dedico este trabalho.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço:

À CAPES, órgão financiador.

Às instituições de pesquisa INPE e ao AMR/DCTA aonde as pesquisas foram feitas.

Aos Orientadores, Professor Doutor Sergio Luiz Mineiro e ao Professor Doutor Francisco Piorino Neto.

Aos Técnicos do AMR/DCTA, aos técnicos do INPE, bem como professores de disciplinas

E a minha família e amigos pelo apoio psicológico e financeiro.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi o de identificar e estudar possíveis materiais a serem utilizados como partes cerâmicas de um sistema de proteção contra impactos. Deste modo, foi feita a estimativa da massa crítica do detrito a ser frenado. Esta massa determinou a escolha da blindagem do sistema Whipple, empregada pela NASA (*National Aeronautics and Space Administration*) e ESA (*European Space Agency*) para a proteção de impactos com detritos espaciais. A seleção dos materiais candidatos à serem analisados foi determinada com base nos parâmetros propostos pela NASA para o projeto da blindagem Whipple. As cerâmicas de alumina α , zircônia 3Y-TZP (*Tetragonal Zirconia Polycrystals*) e do compósito cerâmico 81,5 % alumina + 18,5% zircônia 3Y-TZP foram apontados como candidatos promissores ao uso como blindagem e, assim, investigados. Foram comparadas duas rotas de mistura distintas para a obtenção dos pós. Uma utilizando os pós como recebidos e apenas misturados em meio alcoólico e outra utilizando pós defloculados com PABA (*para-aminobenzoic acid*) também em meio alcoólico. O efeito do MgO na alumina também foi investigado, além dos efeitos da defloculação em separado e em conjunto dos pós precursores do compósito cerâmico. Os pós foram caracterizados quanto a morfologia por MEV (microscopia eletrônica de varredura), homogeneidade por imagens formadas por elétrons retro espalhados (*backscattered*), as fases cristalinas por difratometria de raios X (DRX), além das análises de distribuição de tamanho das partículas. Os pós foram conformados por prensagem uniaxial e isostática e sinterizados em 1550 °C. As cerâmicas foram novamente caracterizadas por MEV, imagens formadas por elétrons retroespalhados e DRX, para investigar os efeitos na microestrutura de cada estratégia de processamento empregada no trabalho. A densidade, dureza, tensão de fratura, o módulo de elasticidade, a tenacidade à fratura e a energia de fratura por unidade de área também foram determinadas. As cerâmicas obtidas a partir de pós defloculados apresentaram menores valores de desvio padrão e melhores propriedades mecânicas do que as cerâmicas obtidas dos pós como recebidos. O compósito cerâmico obtido a partir da mistura de suspensões de pós defloculados apresentou ótimas propriedades mecânicas menores dispersões nos valores destas. Estes resultados classificaram estes compósitos de alumina-zircônia como os melhores candidatos, entre os materiais estudados, para aplicação como blindagem de satélites.

Palavras-chave: Satélite. Blindagem. Alumina. Zircônia. Detrito.

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE PROCESS FOR OBTAINING ALUMINA α , Zirconia-3YTZP AND COMPOSITE ALUMINA α + 18.5% Zirconia-3YTZP CERAMICS FOR APPLICATION AS SATELLITES IMPACT SHIELD FOR SPACE DEBRIS.

ABSTRACT

The objective of this study was to study and identify possible materials to be used as ceramic pieces in a system of protection against impacts. Thus, a critical mass of debris to be braked was estimated. This result determined the choice of the Whipple shield system, used by NASA (National Aeronautics and Space Administration) and ESA (European Space Agency) for the protection of impacts with space debris. The selection of candidate materials to be analyzed was based in parameters proposed by NASA for the Whipple shield design. The α alumina ceramics, zirconia 3Y-TZP (tetragonal zirconia Polycrystals) ceramics and ceramic composite 81.5% + 18.5% Alumina Zirconia 3Y-TZP were identified as promising candidates for use in shielding. This materials were investigated in this work. It was compared two different routes mixture to obtain powders. One using the powders as received and mixed in an alcoholic enviroment and another was deflocculated with PABA (para-aminobenzoic acid) also in an alcoholic enviroment. Also, the effect of MgO in alumina was investigated. The effects of separeted and conjunction deflocculation in composites was studied to. The morphology characterization were done with SEM (scanning electron microscopy), the homogeneity with back scattered electrons images (backscatterd), the crystalline phases by X-ray diffraction (XRD), and the size of grains with particle size distribution analysis. The powders were uniaxially and isostatically pressed and sintered at 1550 °C. The ceramics were characterized again by SEM and back scattered electrons images. The DRX was used to investigate the effects on the microstructure of each strategy process. The density, hardness, fracture strain, elastic modulus, fracture toughness and fracture energy per unit area were also determined. The ceramic powders obtained of separeted deflocculation process showed smaller standard deviation values and better mechanical properties than those obtained from ceramic powders as received. The ceramic composite obtained from a mixture of deflocculated powders suspensions showed better mechanical properties. These results classified these composite alumina-zirconia as the best candidate among the studied materials for use as shielding satellites

.Keywords: Satellite. Shield. Alumina. Zirconia. Debris.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 2.1 - Gráfico do acúmulo da massa efetiva de detritos em função dos anos.	7
Figura 2.2 - Objetos em órbita catalogados até outubro de 2012.....	8
Figura 2.3 - Distribuição dos detritos em órbita na Terra.	9
Figura 2.4 - Risco de impactos entre detritos e satélites artificiais.	11
Figura 2.5 - Relação entre o número de fragmentos orbitando a terra e seu diâmetro aproximado.....	14
Figura 2.6 - Diagrama de ilhas	16
Figura 2.7 - Esquema mostrando o evento de um impacto balístico.....	17
Figura 2.8 - Estrutura cristalina da alumina α	19
Figura 2.9 - Representação da estabilização da fase tetragonal da zircônia após a adição de ítria.....	21
Figura 2.10 - Diagrama de fases do sistema zircônia-ítria.	22
Figura 2.11 - Diagrama de fases do carbetto de boro	24
Figura 2.12 - Estrutura Cristalina do carbetto de boro utilizado em aplicações balísticas.	24
Figura 2.13 - Diagrama de fases do carbetto de silício.	26
Figura 2.14 - Diagrama de fases do sistema alumina-zircônia.....	28
Figura 2.15 - Mecanismo de transformação de fases cristalinas induzida por tensão externa aplicada, em grãos de zircônia tetragonal em uma matriz de alumina.	30
Figura 2.16 - Interação grão de zircônia - ponta da trinca.....	30
Figura 2.17 - Representação gráfica dos níveis de proteção em relação vs peso da blindagem.....	32
Figura 2.18 - Crateras de impacto nos painéis do CBERS-4.	34
Figura 2.19 - Efeito da massa da blindagem em função do nível de proteção requisitado para uma missão espacial.	35
Figura 2.20 - Esquematisação da Proteção Whipple.	36

Figura 2.21 - Representação esquemática de um evento de colisão a hipervelocidades contra uma blindagem Whipple.	37
Figura 2.22 - Gráfico correlacionando a massa da blindagem em relação ao espaçamento entre as paredes para uma blindagem do tipo Whipple de 2 camadas.	38
Figura 2.23 - Representação esquemática em quatro fases de impactos em alta velocidade de projéteis em alvos cerâmicos.	39
Figura 2.24 - Canhão utilizado pela NASA em testes balísticos em hipervelocidades.	43
Figura 2.25 - Preenchimento dos jarros de mistura.	52
Figura 2.26 - Esquematização de uma curva típica de defloculação de partículas de pós.	55
Figura 2.27 - Gráfico da densidade relativa vs tamanho médio de grão para uma matriz de alumina dopada com MgO.	56
Figura 2.28 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema binário alumina-magnésia.	57
Figura 2.29 - Representações esquemáticas da molécula de PABA (ácido 4-aminobenzóico).	58
Figura 2.30 - Representação esquemática de uma molécula de ácido oleico .	59
Figura 2.31 - Energia de atração eletrostática entre as moléculas de defloculante e a superfície das partículas.	60
Figura 2.32 - Representação esquemática dos tipo de defeitos gerados na prensagem uniaxial.	62
Figura 2.33 - Representação esquemática do processo de densificação de um sistema cerâmico monocomponente.	64
Figura 2.34 - Representação esquemática dos tipos de defeitos comumente observados num sistema de partículas com tamanhos nano-micro.	65
Figura 2.35 - Representação esquemática do ensaio de dureza	67
Figura 2.36 - Representação esquemática do modo de carregamento em um ensaio de flexão em 4 pontos.	68

Figura 2.37 - Espectro de vibrações durante o lançamento e as separações dos estágios do veículo lançador Ariane 5.....	72
Figura 2.38 - Desenho esquemático das microtrincas radiais originadas na superfície de uma cerâmica resultantes da impressão Vickers.....	73
Figura 2.39 - Curva típica de tensão × deformação de materiais cerâmicos....	75
Figura 2.40 - Curvas de desgaste por erosão em função do ângulo de impacto para as principais cerâmicas usadas como blindagem balística. ..	76
Figura 3.1 - Fluxograma experimental do processo de obtenção dos corpos cerâmicos.....	79
Figura 3.2 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do pó de alumina CT 3000 SG.	82
Figura 3.3 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do pó de alumina CT 3000 SG.	82
Figura 3.4 - Imagem obtida por MEV do pó de alumina CT 3000 SG, fornecida pelo fabricante.....	83
Figura 3.5 - Variação da dimensão em função da temperatura da cerâmica de alumina CT 3000 SG, sinterizada até 1800 °C.....	84
Figura 3.6 - Taxa da variação da dimensão em função da temperatura da cerâmica de alumina CT3000 SG, sinterizada até 1800 °C.	84
Figura 3.7 - Variação dimensional em função da temperatura da zircônia 3Y-TZP nanoparticulada, até 1580 °C.	86
Figura 4.1 - Evento de colisão do detrito com o satélite.....	106
Figura 4.2 - Curva de distribuição do tamanho de partículas do pós de alumina utilizado no trabalho.	114
Figura 4.3 - Difratoograma de raios X do pó de alumina como recebida.	115
Figura 4.4 - Distribuição do tamanho de partículas da amostra do pó de zircônia utilizado no trabalho.	115
Figura.4.5 – Imagens obtidas por MEV dos pós de zircônia	117
Figura 4.6 - Difratoograma de raios X do pó de zircônia como recebida.....	117
Figura 4.7 - Distribuição do tamanho de partículas da mistura de pós alumina-zircônia como recebidos.....	118

Figura 4.8 - Imagens por MEV das partículas da mistura dos pós de alumina e zircônia como recebidos.....	119
Figura 4.9 - Curva de defloculação da alumina utilizando o defloculante PABA.	120
Figura 4.10 - Representação esquemática da reação de ionização do PABA, em meio alcoólico.....	121
Figura 4.11 - Representação esquemática da reação de ionização do PABA, em meio alcoólico.....	121
Figura 4.12 - Representação esquemática da ação do defloculante PABA na superfície da alumina em meio alcoólico e a estabilização estérica.	122
Figura 4.13 - Representação esquemática do encadeiamento do PABA e o potencial elétrico em função da distância da superfície das partículas de alumina.	123
Figura 4.14 - Curva de defloculação da zircônia utilizando o defloculante PABA.	123
Figura 4.15 - Representação esquemática da ação do defloculante PABA na superfície da alumina em meio alcoólico e a estabilização estérica.	124
Figura 4.16 - Distribuição do tamanho de partículas do pó de alumina defloculada utilizada neste trabalho.	125
Figura 4.17 - Imagem obtida por MEV do pó de alumina defloculada.....	126
Figura 4.18 - Difratoograma de raios X da alumina defloculada utilizada neste trabalho.	127
Figura 4.19 - Distribuição do tamanho de partículas da zircônia defloculada utilizada neste trabalho.	127
Figura 4.20 - Imagem obtida por MEV do pó de zircônia defloculada mostrando a ausência de esferas de aglomerados.....	128
Figura 4.21 - Difratoograma de raios X da amostra de pó de zircônia defloculada.	129

Figura 4.22 - Curva de distribuição de tamanhos de partículas para a mistura de pós de alumina+zircônia defloculada.	130
Figura 4.23 - Imagens obtidas por MEV do pó da mistura alumina+zircônia defloculada, mostrando a ausência das esferas de aglomerados.	130
Figura 4.24 - Difratoograma de raios X da amostra de pó mistura defloculada.	131
Figura 4.25 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de alumina sinterizadas.	132
Figura 4.26 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de alumina sinterizadas.	133
Figura.4.27 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de zircônia sinterizadas.	133
Figura 4.28 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas.	134
Figura.4.29 - Imagens obtidas por MEV da cerâmicas sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina+zircônia.	135
Figura.4.30 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia.	135
Figura 4.31 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas.	136
Figura 4.32 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como defloculada.	137
Figura 4.33 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina+zircônia.	137
Figura 4.34 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia.	138
Figura 4.35 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas.	138

Figura 4.36 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina zircônia.....	139
Figura 4.37 - Imagens obtidas por MEV, da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia	139
Figura 4.38 - Superfícies de fratura das cerâmicas de alumina sinterizadas .	141
Figura 4.39 - Superfícies de fratura das cerâmicas de zircônia sinterizadas.	142
Figura 3.40 - Superfícies de fratura dos compósitos cerâmicos de alumina-zircônia sinterizados.....	143

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 2.1 - Fontes de dados sobre as massas, alturas e as direções de movimento dos detritos monitorados pela NASA.	12
Tabela 2.2 - Principais propriedades mecânicas da α -alumina.	19
Tabela 2.3 - Principais propriedades mecânicas da zircônia estabilizada com 3 mols de ítria.	20
Tabela 2.4 - Principais propriedades mecânicas do Carbetto de Boro.	23
Tabela 2.5- Principais propriedades mecânicas do carbetto de silício.	25
Tabela 2.6 - Principais propriedades mecânicas da família de compósitos cerâmicos de alumina e zircônia ítria tetragonal.	27
Tabela 2.7 - Valores relatados na literatura para compósitos cerâmicos de alumina zircônia 3Y-TZP, obtidas a partir de alumina submicroparticulada e zircônia submicro/nanoparticulada.	29
Tabela 2.8 – Fator sazonal utilizado na probabilidade de impacto da família de satélites CBERS.	33
Tabela 2.9 – Algumas propriedades mecânicas e seus efeitos no desempenho balístico.	49
Tabela 3.1 Análise química típica das impurezas presentes no pó alumina α CT 3000 SG, conforme informada pelo fabricante.	81
Tabela 3.2 Características típicas do pó de alumina α CT 3000 SG, conforme informada pelo fabricante.	83
Tabela 3.3 Propriedades típicas da alumina α CT 3000 SG, obtidas.	85
Tabela 3.4 - Composição química do pó nanoparticulado de zircônia (3Y-TZP), conforme informado pelo fabricante.	85
Tabela 3.5 Características do pó de zircônia nanoparticulado comercial ZS2, fornecidas pelo fabricante.	86
Tabela 3.6 - Características e propriedades do pó de zircônia nanoparticulada 3Y-TZP comercial ZS2.	87

Tabela 3.7 - Parâmetros de processamento das cerâmicas estudadas neste trabalho	87
Tabela.3.8 - Designação das amostras, de acordo com a composição química, estudadas neste trabalho.	88
Tabela 3.9 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de alumina como recebido, sem adição de MgO.....	90
Tabela 3.10 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de alumina como recebido, com adição de MgO.....	91
Tabela 3.11 - Parâmetros de processo para defloculação do pó de alumina como recebido, sem adição de MgO.....	91
Tabela 3.12 - Parâmetros de processo para defloculação do pó de alumina como recebido, com adição de MgO.....	92
Tabela 3.13 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de zircônia 3Y-TZP, como recebido.....	93
Tabela 3.14 - Parâmetros de processo para obtenção de suspensão defloculada do pó de zircônia 3Y-TZP.	93
Tabela 3.15 - Parâmetros de processo para desaglomeração/mistura dos pós de alumina e zircônia, como recebidos.	94
Tabela 3.16 - Parâmetros de processo para a defloculação e mistura simultâneas dos pós de alumina e de zircônia 3Y-TZP, como recebido e com adição de MgO.....	95
Tabela 4.1 - Estimativa de número de choques em função dos meses do ano para a órbita descrita pelos satélites da família CBERS.	102
Tabela 4.2 - Massa dos satélites da família CBERS.	103
Tabela 4.3 - Valores obtidos para as quantidades de movimento.....	105
Tabela 4.4 - Resultados dos módulos das variações de velocidade do satélite em função da massa do detrito.	107
Tabela 4.5 - Resultados da aceleração imposta ao satélite após o evento de colisão em função da massa do detrito.	109
Tabela 4.6 - Resultados dos módulos da força de impacto no satélite em função da massa dos detritos.	109

Tabela 4.7 - Resultados do impulso aplicado no satélite após o evento de colisão, em função da massa dos detritos.	110
Tabela 4.8 - Atuadores e faixas de impulso utilizados no projeto CBERS-3 e 4.	111
Tabela 4.9 - Fatores quantitativos atribuídos às propriedades mecânicas investigadas.	112
Tabela 4.10 - Resultados da matriz de cálculo utilizada na seleção dos materiais candidatos.	113
Tabela 4.11 - Fases cristalinas presentes nos pós e cerâmicas cerâmicos sinterizados.	144
Tabela 4.12 - Densidade dos corpos cerâmicos avaliados.	145
Tabela 4.13 - Valores médios de dureza Vickers das cerâmicas sinterizadas e seus respectivos desvios padrões.....	147
Tabela.4.14 - Médias dos resultados obtidos das tensões de fratura dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.....	148
Tabela 4.15 - Médias dos resultados obtidos dos módulos elásticos dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.....	150
Tabela 4.16 - Médias das energias de fratura dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.	152
Tabela 4.17 - Média dos resultados de tenacidade à fratura e seus respectivos desvios padrões.	154
Tabela 4.18 - Quadro comparativo das propriedades medidas no trabalho... ..	156
Tabela 4.19 - Quadro comparativo das propriedades medidas no trabalho... ..	156
Tabela A.1 - Resultados dos cálculos das velocidades críticas em função do diâmetro interno dos jarros e dos diâmetros médios dos meios de mistura.	172
Tabela A.2 - Resultados dos cálculos dos volumes internos dos jarros de mistura.	173
Tabela A.3 - Resultados dos cálculos dos volumes úteis dos meios de mistura.	173

Tabela A.4 - Resultados dos cálculos dos volumes aparentes dos jarros de mistura	174
Tabela A.5 - Resultados dos cálculos dos volumes reais de bolas nos jarros	174
Tabela A.6 - Resultados dos cálculos das massas de bolas em cada jarro...	175
Tabela A.7 - Resultados dos cálculos das massas de pós por batelada.....	176
Tabela A.8 - Resultados dos cálculos dos volumes dos pós em cada batelada.	177
Tabela A.9 - Resultados dos cálculos dos volumes dos líquidos em cada batelada	178
Tabela A.10 - Resultados dos cálculos das massas de defloculante adicionados aos sistemas defloculados.	179
Tabela A.11 - Resultados dos cálculos das massas de ácido oleico adicionadas aos jarros nos processos defloculados	180
Tabela A.12 - Resultados dos cálculos da massa de magnésio hexahidratado adicionada aos sistemas com MgO.....	181

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais.
NASA	<i>National Aeronautics and Space Administration.</i>
ESA	<i>European Space Agency.</i>
SEM	<i>Scanning electron microscope.</i>
ISS	<i>International Space Station.</i>
DMSP	<i>Defense Meteorological Satellite Program.</i>
PABA	<i>Para-amino benzoic acid.</i>
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura.
EDX	Espectroscopia por espalhamento de raios X.
DRX	Difratometria de raios X.
FESEM	<i>Field emission scanning electron microscopy.</i>
LAS	Laboratório Associado de Sensores e Materiais.
CTE	Centro de Tecnologias Especiais.
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço.
DCTA	Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial.
TECAMB	Grupo de Pesquisas em Micro e Nanotecnologia de Cerâmicas e Compósitos.
Haystack	<i>Long Range Imaging Radar.</i>

HAX	<i>Haystack Auxiliary Radar.</i>
SSN	<i>Space Surveillance Network.</i>
HST	<i>Hubble Space Telescope .</i>
EuReCa	<i>European Retrievable Telescope.</i>
Shuttle	<i>Space transportation system.</i>
MIR	<i>Russian Space Station.</i>
LDEFa	<i>Long-Duration Exposure Facility - Space Debris Impact Experiment.</i>
SwRI	<i>Southwest Research Institute.</i>
SNL	<i>Sandia National Laboratories.</i>
LEO	<i>Low Earth Orbit.</i>
MEO	<i>Medium Earth Orbit.</i>
GEO	<i>Geostationary Earth Orbit.</i>
ORDEM2000	<i>Orbital Debris Engineering Model 2000.</i>
ZrO ₂	Óxido de zircônio ou zircônia.
3Y-TZP	Zircônia tetragonal Policristalina dopada com 3 mols de Ítria.
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio ou alumina.
B ₄ C	Carbeto de Boro.
SiC	Carbeto de Silício.
TiB ₂	Diborato de titânio.

AlN	Nitreto de Alumínio.
Na ₂ O	Óxido de Sódio
BET	Brunauer-Emmet-Teller (Análise de Área Superficial por BET)
ELB	Equação de Limite Balístico.

LISTA DE SÍMBOLOS

t_b	Espessura da parede amortecedora (cm).
c_b	Coeficiente 0.25, quando $S/d < 30$ e $c_b = 0.2$, quando $S/d \geq 30$.
m_p	Densidade real do projétil (g/cm^2).
d	Diâmetro do projétil (cm).
ρ_p	Densidade do projétil (g/cm^3).
ρ_b	Densidade da parede amortecedora (g/cm^3).
S	Espaçamento entre a parede amortecedora e a parede de fundo (cm).
t_w	Espessura da parede de fundo (cm).
c_w	Coeficiente 0.16 [$\text{cm}^2\text{-sec}/(\text{g}^{2/3}\text{km})$]
V	Velocidade do projétil (km/s).
V_n	Componente da velocidade, normal ao plano de impacto (km/sec).
d_c	Diâmetro crítico da partícula (cm)
σ	Tensão de fratura da parede de fundo (ksi).
θ	Ângulo de impacto em relação à normal ao alvo ($^\circ$)
Q_1	Quantidade do meio de moagem (kg).
V_u	Volume útil do moinho (l).
d	Densidade do meio de moagem (g/cm^3).
p	Porcentagem de ocupação aparente do meio de moagem (%).
V_c	Velocidade crítica (rpm/min).
σ_f	Tensão de fratura (MPa).
σ_o	Tensão de fratura de corpos com grãos extremamente grandes (MPa).
k_1	Constante relacionada à textura dos cristais e à concentração de solutos.
H_v	Dureza Vickers (GPa).
Q_2	Carga aplicada pelo penetrador (kgf).
Θ	Ângulo de inclinação do penetrador ($^\circ$).
a	Comprimento médio da diagonal da impressão (m).
Q_3	Carga aplicada (kgf).
b	Largura do corpo de prova (mm).
h	Espessura do corpo de prova (mm).

L	Espaçamento dos apoios (mm).
e	Espaçamento dos pontos de aplicação da carga (mm).
P	Probabilidade da fratura.
m	Módulo de Weibull.
σ_o	Parâmetro de ajuste.
σ_u	Tensão abaixo da qual a probabilidade de fratura é zero.
E	Módulo de elasticidade (MPa).
ϵ	Comprimento da deformação (mm/mm).
K_{1C}	Tenacidade à fratura (MPa. m ^{1/2}).
Q_4	Carga aplicada (kgf).
c	Metade do comprimento da trinca provocada pela penetração (mm).
γ_{wof}	Energia de fratura / unidade de área (J/m ²).
ϵ_f	Deformação na fratura (mm/mm)
$P_{uniaxial}$	Pressão uniaxial
$P_{isostática}$	Pressão isostática
D_{BET}	Diâmetro de partículas determinado por B.E.T.
D_{TEM}	Diâmetro de partículas medido por microscopia eletrônica de transmissão
S_{BET}	Superfície específica das partículas do pó medida por B.E.T.
a_1	raio da órbita a partir do centro de massa da terra (km)
V_{cir}	Velocidade tangencial (km/s).
V_{esc}	Velocidade mínima de escape da órbita (m/s).
μ	Constante da gravitação universal (m ³ /kg.s ²).
r_a	Raio da órbita a partir do centro de massa da terra (m).
Q_i	Quantidade de movimento inicial do sistema (kg.m/s).
M_s	Massa do satélite (kg).
V_{si}	Velocidade inicial do satélite (m/s).
M_d	Massa do detrito (kg).
V_{di}	Velocidade inicial do detrito (m/s).
ΔQ	Variação da quantidade de movimento (kg.m/s)
Q_f	Quantidade de movimento final (kg.m/s).

Q_i	Quantidade de movimento inicial (kg.m/s).
V_{sf}	Velocidade final do satélite (m/s)
m_s	Massa do satélite (kg)
m_d	Massa do detrito (kg)
ΔV	Variação da velocidade do satélite (m/s).
V_f	Velocidade final do satélite (m/s).
V_i	Velocidade inicial do satélite (m/s).
a_s	Aceleração resultante no satélite (m/s^2).
t_f	Tempo imediatamente após o impacto (s).
t_i	Tempo imediatamente antes do impacto (s).
F_s	Força resultante do satélite (N).
M_s	Massa do satélite (kg).
I	Impulso no satélite após o evento de colisão (N.s).
F	Força de colisão (N).

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1	INTRODUÇÃO: JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS 1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 7
2.1.	Riscos no ambiente espacial 7
2.1.1.	Modelos dos ambientes onde circulam os detritos e meteoroides 11
2.1.2.	Modelo para o ambiente dos micrometeoroides 13
2.1.3.	Modelo para o ambiente dos detritos 13
2.2.	Blindagens mecânicas 14
2.2.1.	Cerâmicas utilizadas em blindagens mecânicas 17
2.2.1.1.	Blindagens de alumina 17
2.2.1.2.	Blindagens de zircônia..... 20
2.2.1.3.	Blindagens de carbeto de boro 22
2.2.1.4.	Blindagens de carbeto de silício 24
2.2.1.5.	Blindagens de compósitos alumina – zircônia 26
2.2.2.	Histórico das blindagens espaciais..... 31
2.2.3.	Proteção em satélites brasileiros..... 32
2.2.4.	Tipos de blindagens espaciais 34
2.2.4.1.	Blindagens com placas rígidas e camada única 35
2.2.4.2.	Blindagem tipo whipple 36
2.3.	Impactos de projéteis em alvos 38
2.3.1.	Impactos em altas velocidades 38
2.3.1.1.	Fase transiente 39
2.3.1.2.	Fase primária 40
2.3.1.3.	Fase secundária 40
2.3.1.4.	Fase de recuperação 41
2.3.2.	Impactos em hipervelocidade 42
2.3.2.1.	Física do impacto na blindagem whipple..... 43
2.3.3.	Equacionamento para testes em hipervelocidade 45
2.3.3.1.	Equações de limite balístico (elb)..... 45

2.3.3.2.	Equações de projeto para blindagens whipple	45
2.3.3.3.	Equações balísticas em função do diâmetro crítico da partícula para blindagem whipple	47
2.4.	Propriedades mecânicas e seus efeitos no desempenho na proteção dos satélites	49
2.5.	Processamento das cerâmicas	50
2.5.1.	Métodos de mistura dos pós precursores	50
2.5.2.	Quantidade de água e densidade da barbotina.....	52
2.5.3.	Velocidade crítica de mistura.....	52
2.5.4.	Desaglomeração do pó	53
2.5.5.	Curvas de deflocação	54
2.6.	Aditivos de processamento.....	55
2.6.1.	Controlador de crescimento de grãos - MgO.....	55
2.6.2.	DEFLOCULANTE PABA (ÁCIDO 4-AMINOBENZÓICO)	57
2.6.3.	Ácido oleico	58
2.6.4.	O mecanismo de estabilização eletroestérico	59
2.7.	Conformação por prensagem uniaxial	61
2.8.	Conformação por prensagem isostática	62
2.9.	Processo de sinterização	63
2.10.	Microestrutura micro e nanoestruturada.....	64
2.11.	Propriedades mecânicas e ensaios	66
2.11.1.	Dureza	66
2.11.2.	Tensão de fratura	68
2.11.3.	Análise estatística de weibull	69
2.11.4.	Módulo de elasticidade.....	71
2.11.5.	Tenacidade à fratura por penetração vickers	72
2.11.6.	Energia de fratura	74
2.11.7.	Resistência ao desgaste mecânico	75
3	MATERIAIS E METODOLOGIA.....	77
3.1.	Materiais	80
3.1.1.	Descrição da alumina α reativa	80
3.2.	Procedimento experimental	87
3.2.1.	Caracterização das matérias-primas.....	88

3.2.2.	Curvas de deflocação da alumina e da zircônia	89
3.2.3.	Processamento dos pós	89
3.2.3.1.	Processamento do pó Al_2O_3 - CR (sem MgO)	90
3.2.3.2.	Processamento do pó Al_2O_3 -MgO - CR (com MgO).....	90
3.2.3.3.	Processamento do pó Al_2O_3 - CR - DEF (SEM MgO)	91
3.2.3.4.	Processamento do pó Al_2O_3 -MgO - DEF (COM MgO)	92
3.2.3.5.	Processamento do pó ZrO_2 - CR	92
3.2.3.6.	Processamento do pó ZrO_2 - DEF	93
3.2.3.7.	Processamento do pó mistura (Al_2O_3 -MgO + ZrO_2) - CR.....	94
3.2.3.8.	Processamento do pó mistura (Al_2O_3 -MgO + ZrO_2) - DEF.....	94
3.2.3.9.	Processamento do pó mistura (Al_2O_3 -MgO - DEF + ZrO_2 - DEF).....	95
3.2.4.	Caracterização dos pós de alumina, zircônia e das misturas.....	96
3.2.5.	Conformação e sinterização das cerâmicas.....	96
3.2.6.	Caracterização das cerâmicas sinterizadas	97
3.2.6.1.	Densidade.....	97
3.2.6.2.	Fases presentes	97
3.2.6.3.	Microestruturas.....	97
3.2.7.	Propriedades mecânicas	98
3.2.7.1.	Dureza	98
3.2.7.2.	Tensão de fratura e módulo de elasticidade	99
3.2.7.3.	Tenacidade à fratura por indentação <i>Vickers</i>	100
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	101
4.1.	Seleção dos materiais candidatos.....	101
4.2.	Estimativa da massa crítica do detrito, para os satélites cbers 3, 4 e 4b	101
4.2.1.	Estimativa da massa do detrito - abordagem estatística.....	101
4.2.2.	Estimativa da massa do detrito - abordagem newtoniana.....	103
4.3.	Seleção da blindagem adequada	111
4.4.	Seleção dos materiais candidatos.....	112
4.5.	Processamento e caracterização das cerâmicas.....	114
4.5.1.	Caracterização dos pós como recebidos.....	114
4.6.	Análises das deflocações dos pós de alumina e zircônia	119

4.7.	Caracterização dos pós após defloculação	125
4.8.	Análise das microestruturas.....	131
4.9.	Análises das superfícies de fratura das cerâmicas sinterizadas.....	140
4.10.	Difração de raios x dos pós e das cerâmicas sinterizadas.....	143
4.11.	Densidade dos corpos sinterizados.....	145
4.12.	Caracterização das propriedades mecânicas dos corpos sinterizados	146
4.12.1.	Dureza dos corpos sinterizados	146
4.12.2.	Tensão de ruptura das cerâmicas sinterizadas	148
4.12.3.	Módulo de elasticidade das cerâmicas sinterizadas.....	150
4.12.4.	Energia de fratura por unidade de área das cerâmicas sinterizadas.....	152
4.12.5.	Tenacidade à fratura dos corpos sinterizados	153
4.12.6.	Quadro comparativo das propriedades mecânicas obtidas experimentalmente.	156
4.12.7.	Ranking dos materiais candidatos após análises	156
5	CONCLUSÕES.....	159
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	163
	APENDICE A.....	173

1 INTRODUÇÃO: JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS

As blindagens mecânicas para satélites são componentes necessários devido ao ambiente hostil encontrado no espaço. Corpos errantes ou em órbita ao se chocarem com o satélite podem ocasionar sérios danos à integridade estrutural ou até inutilizar parcialmente ou totalmente a carga útil. Sendo assim, rigorosos parâmetros de projeto relacionados principalmente ao peso, vibração, oscilação térmica, propriedades mecânicas, estabilidade química e resistência à radiação ionizante, tornam necessárias as pesquisas e os desenvolvimentos de novos materiais (CHRISTIANSEN, 2003; ANZ-MEADOR et al.,2015).

Desde meados dos anos 50, inúmeros lançadores, satélites, capsulas e outros sistemas foram postos em órbita. Como nem todo esse material voltou para a terra ou foi atirado ao espaço profundo, uma fração desta massa, formada por restos de carcaças de lançadores e satélites, compõem uma constelação de detritos espaciais ao redor da terra. Formada pelo acúmulo do lixo de missões anteriores, a constelação de detritos é uma nova barreira ao sucesso das missões espaciais (CHRISTIANSEN, 2003; ANZ-MEADOR et al., 2015; NASA1, 2015; CHRISTIANSEN et al., 1997; CHRISTIANSEN et al. 2004).

Segundo investigações feitas pela agência espacial norte-americana, *NASA (National Aeronautics and Space Administration)*, um grande número de detritos orbita a terra com velocidades de até 15 km/s (CHRISTIANSEN, 2003; ANZ-MEADOR et al., 2015). Estes objetos possuem tamanhos, formas e densidades variadas e podem causar danos em equipamentos em órbita. A ameaça é tão eminente que a *NASA* possui um programa que monitora os *debris* com auxílio de radares terrestres, chamado *SSN - Space Surveillance Network*. O resultado desse monitoramento indica um aumento da massa no decorrer das décadas de 50 até a contemporaneidade. O aumento da massa destes objetos implica no aumento do risco de colisão entre os satélites e os detritos.

Outro tipo de ameaça em potencial são corpos que viajam pelo espaço de modo errante, chamados de meteoros e meteoroides. Muito destes corpos, que vagam pelo nosso sistema solar, são compostos de partículas de rocha e de metal. Ao se aproximarem do campo gravitacional da Terra, são atraídos e adquirem aceleração, tornando-se projéteis potencialmente ameaçadores à integridade dos satélites, estações espaciais, módulos e outros dispositivos que transitam na órbita do planeta (NASA1, 2015 e Christiansen et al. 1997). Segundo a *Space Surveillance Network*, devido ao caráter estratégico e de segurança, os governos com programas espaciais em desenvolvimento devem investir em pesquisa e desenvolvimento de proteções contra os impactos em seus produtos espaciais para garantir o sucesso das missões futuras.

Os requisitos para a permanência no espaço são dependentes do ambiente em que estará sujeito o satélite, quando em órbita. Atualmente, as estruturas dos satélites fabricados no INPE utilizam placas com a configuração do tipo *honey-comb*, de alumínio aeronáutico, que possui capacidade pequena de atuar como blindagem mecânica. Devido à espessura diminuta das chapas utilizadas na construção do *honey-comb*, escolhidas com o intuito de minimizar o peso, o satélite torna-se vulnerável a impactos de micrometeoroides e detritos espaciais (INPE1, 2015; CBERS, 2004).

Existem inúmeros tipos de materiais utilizados como blindagens à perfuração. Fibras sintéticas, malhas metálicas, placas cerâmicas e composições de dois ou mais materiais. No entanto, para aplicações espaciais, nas quais os eventos de colisão são em hipervelocidades, são exigidas diferentes características nos materiais, quando comparados aos utilizados nas blindagens balísticas convencionais. As análises voltadas ao ambiente são utilizadas para a proposição da massa limite dos detritos com potencial de impacto com os satélites e assim, fomentar informações para o dimensionamento futuro das blindagens. Densidade, velocidade e coeficiente elástico dos projéteis são algumas das variáveis consideradas em um projeto

de blindagem (VIECHNICKI, et al., 1991; MEDVEDOVSKI, et al., 2002; COUTO, 2010).

Vários tipos distintos de cerâmicas foram estudados no desenvolvimento de blindagens balísticas mistas, como a camada mais externa, ou anteparo de sacrifício. De Al_2O_3 , B_4C , SiC , TiB_2 e AlN à vários compósitos, como $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ e $\text{TiB}_2/\text{B}_4\text{C}$, em diferentes formatos (VIECHNICKI et al., 1991; MEDVEDOVSKI et al., 2002). Os materiais cerâmicos apresentam algumas desvantagens como o custo elevado de processamento e dificuldade de repetibilidade das propriedades (confiabilidade), o que resultam em dificuldades em prever o desempenho balístico a partir das propriedades. Para melhorar o desempenho das cerâmicas é necessário controlar tanto os módulos quanto os desvios padrões das propriedades relevantes, além das características microestruturais. Sendo assim, técnicas de seleção dos materiais são amplamente utilizadas para a escolha do tipo de cerâmica empregado nas proteções (MEDVEDOVSKI et al., 2002; COUTO, 2012).

Os materiais cerâmicos compostos de alumina, zircônia e alumina-zircônia apresentam propriedades químicas e mecânicas com potencial de atender aos requisitos de utilização em satélites. Trabalhos disponíveis na literatura relatam o aumento nos valores de tensão de fratura e de tenacidade à fratura destas cerâmicas, porém com confiabilidade baixa para utilização em satélites. Ambas as propriedades são determinantes para o aumento da capacidade de proteção da blindagem (COUTO, 2012; INÁCIO, 2010; CBERS, 2004).

Investigações realizadas por alguns pesquisadores (MORAES, 2004; PIERRI, 2005; PIERRI et al., 2008; SILVA, et al., 2014; NONO et al., 2014), tem mostrado que é possível aumentar a confiabilidade das propriedades mecânicas da alumina, da zircônia e dos compósitos de alumina-zircônia adotando técnicas de misturas que aumentem a homogeneidade da mistura dos pós.

Com o objetivo de futuramente desenvolver esta blindagem, pesquisadores do Grupo de Pesquisas em Micro e Nanotecnologia de Cerâmicas e Compósitos (TECAMB) do Laboratório Associado de Sensores e Materiais do INPE, têm investigado os materiais alumina α , zircônia 3Y-TZP (*Tetragonal Zirconia Polycrystals stabilized with 3 mol % Y_2O_3*) e compósitos cerâmicos de alumina-zircônia 3Y-TZP. Estes materiais apresentam propriedades como a sua inércia química, valores de tensão de fratura e de densidade compatíveis para a atuação como blindagem contra impactos de micrometeoroides e detritos espaciais (COUTO, 2010; INÁCIO, 2010; SILVA, 2014; NONO, 2014).

Os compósitos cerâmicos alumina-zircônia 3Y-TZP foram obtidos a partir da mistura via úmida de pós de alumina α submicrométrica e de zircônia nanométrica estudados por Couto (2010) e por Inácio (2010). Posteriormente, foram investigadas por Silva (2004) e Nono (NONO et al., 2014) as microestruturas e propriedades mecânicas de compósito cerâmico obtido a partir de misturas de suspensões defloculadas dos mesmos materiais estudados por Couto (2010) e Souza, (2014). Este método foi baseado no trabalho relatado por Pierri (2008).

O aumento da quantidade de zircônia na matriz de alumina promove um aumento nos valores de tensão de fratura e de tenacidade à fratura (COUTO, 2010; INÁCIO, 2010; SILVA et al., 2014; NONO et.al, 2014). Para o uso como anteparo de sacrifício em blindagens mecânicas de satélites a composição do compósito alumina-zircônia 3Y-TZP com 81,5 % de Al_2O_3 + 18,5 % de ZrO_2 , é um forte candidato devido às combinações de densidade e resistência mecânicas. Este trabalho propõe a investigação dos parâmetros de processamento para a obtenção de aluminas, zircônias e o compósito cerâmico de 81,5 % de alumina e 18,5 % de zircônia 3Y-TZP que melhor atendam aos requisitos para serem utilizados como blindagem mecânica em satélites. Este projeto visa a investigação e comparação das propriedades mecânicas e das características das microestruturas dos materiais cerâmicos de alumina,

zircônia e da mistura de 81,5 % de alumina 18,5 % de zircônia 3Y-TZP processados por de duas rotas distintas de misturas dos pós precursores: mistura convencional por via úmida e mistura via dispersa.

Sendo assim, os objetivos específicos deste trabalho foram:

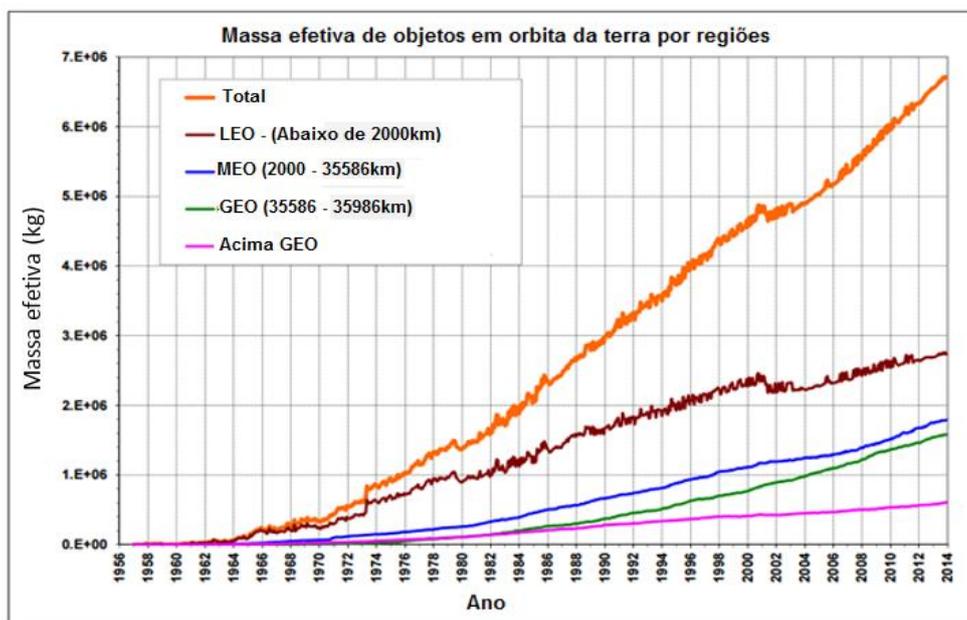
- a) o desenvolvimento inicial dos requisitos de massa limite do detrito a ser frenado pela blindagem;
- b) a seleção dos materiais de estudo dentre as cerâmicas candidatas;
- c) o desenvolvimento do processo de defloculação em meio alcoólico da alumina, da zircônia e dos compósitos cerâmicos de matriz de alumina com nanogrãos de zircônia 3Y-TZP;
- d) a otimização do processamento de mistura dos pós para aumentar a sua homogeneidade e a confiabilidade nos valores de tensão de fratura (módulo de Weibull) e
- e) o estudo das propriedades mecânicas das cerâmicas selecionadas e seus relacionamentos com as microestruturas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Riscos no ambiente espacial

O ambiente espacial apresenta características únicas como: grande gradiente térmico, radiações ionizantes, interferências eletromagnética, descargas eletrostáticas e impactos de micrometeoritos e detritos espaciais (MAZUR, 2003; CHRISTIANSEN et al., 2004; INÁCIO, 2015). O sucesso de uma missão espacial é dependente da alta confiabilidade no desempenho dos materiais componentes. As blindagens mecânicas são componentes necessários para a proteção de satélites contra impactos de objetos presentes na órbita da Terra e corpos errantes provenientes do espaço. A Figura 2.1 apresenta a variação da quantidade de massa de objetos presentes nas principais órbitas utilizadas pelos satélites de 1956 a 2014.

Figura 2.1 - Gráfico do acúmulo da massa efetiva de detritos em função dos anos.



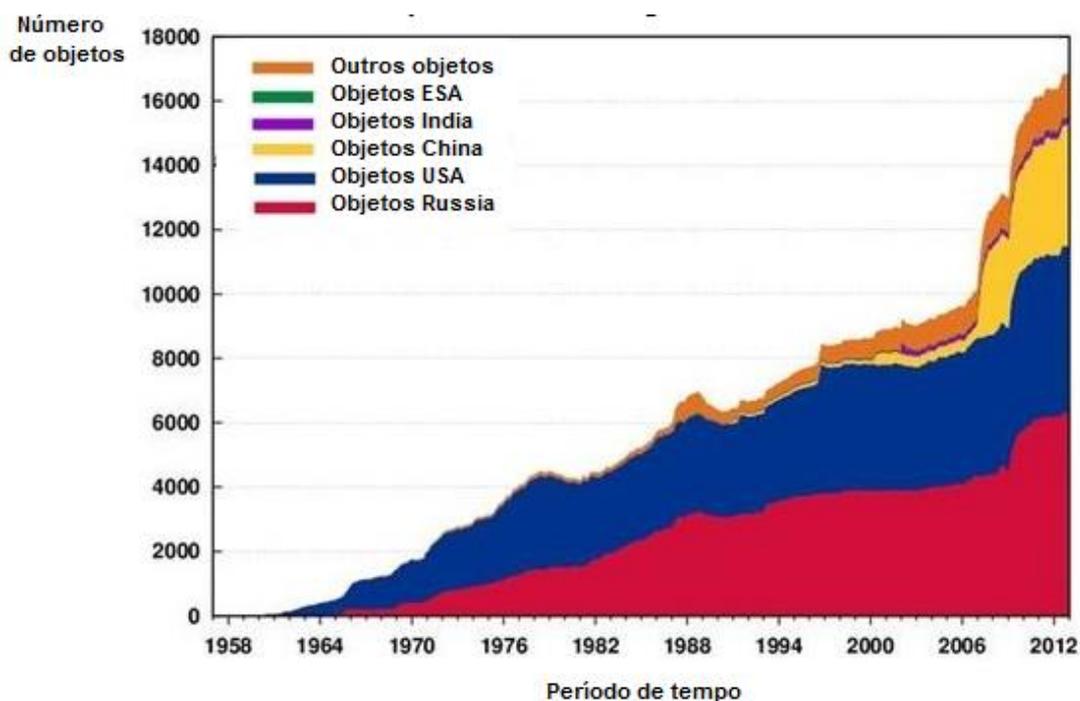
Os acúmulos de massa efetiva de objetos nas órbitas terrestres mais utilizadas por satélites artificiais nos últimos 59 anos.

Fonte: Anz-Meador2 et al. (2015).

O crescente número de lançamentos anuais tem intensificado problema do acúmulo de material em órbita terrestre, aumentando o risco de colisões com os satélites em serviço, telescópios e com a Estação Espacial Internacional (ISS - *International Space Station*) (ANZ-MEADOR2 et al., 2015).

A agência espacial europeia, ESA (*European Space Agency*) também divulgou em seu site oficial a evolução do número de objetos rastreados em função do tempo, por seus radares de solo (Figura 2.2). Segundo a ESA, em quase 50 anos de atividades espaciais, mais de 4900 lançamentos foram executados e 6600 satélites foram postos em órbitas. Destes, 3600 objetos estão em órbita e somente 1000 continuam em operação (ESA, 2016).

Figura 2.2 - Objetos em órbita catalogados até outubro de 2012.



Representação gráfica da evolução do número de detritos em órbita terrestre em função do tempo, compreendido dezembro de 1956 até outubro de 2012.

Fonte: Adaptado de ESA (2015).

Mais de 250 eventos de colisão e fragmentação foram catalogados pela NASA, sendo a maioria resultante de explosões de lançadores e de espaçonaves. Outras fontes de detritos além de lançamentos e fragmentações são a poeira de Al_2O_3 , ou óxido de alumínio, microparticulada formada pelos milhares de lançamentos de foguetes movidos à oxidação de pó de alumínio metálico, ejeções de núcleos de reatores de satélites russos dos anos 80, testes militares chineses de armas antissatélites e pedaços provenientes da erosão da superfície de carcaças, devido à degradação pelos raios ultravioleta provenientes do sol (ESA, 2015).

A ESA em seu site divulgou uma imagem ilustrativa da distribuição dos detritos catalogados na órbita terrestre, apresentado na Figura. 2.3. A grande concentração de corpos em órbitas baixas é devido aos lançamentos mal sucedidos e explosões. Os corpos mais externos são atribuídos a pedaços de satélites em órbitas altas e de colisões.

Figura 2.3 - Distribuição dos detritos em órbita na Terra.



Representação proposta pela ESA para a distribuição dos detritos em órbita na Terra, catalogados até 16/04/2013, aonde se observa o acúmulo de detritos nas órbitas baixas e na órbita geoestacionária.

Fonte: ESA (2016).

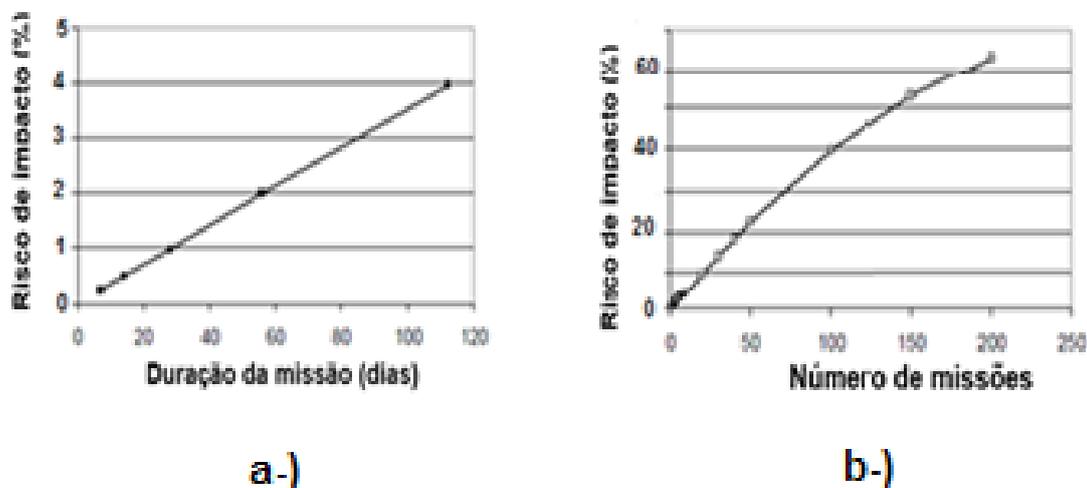
Logo, a presença de detritos e micrometeoroides é perigosa e prejudicial ao sucesso das missões espaciais (CHRISTIANSEN, 2003). Segundo a NASA, prover uma proteção adequada para os possíveis impactos de detritos em satélites são essenciais ao futuro das missões espaciais. Alguns eventos recentes catalogados pela NASA mostram o crescente número de danos a satélites em operação.

No ano de 2014 ocorreram dois eventos de colisão entre detritos e satélites da constelação *Iridium*. Ambos os eventos produziram novas nuvens de detritos nas órbitas dos satélites impactados. Alguns fragmentos possuem velocidades de até 80 km/s (ANZ-MEADOR2 et al., 2015).

Em fevereiro de 2015, um satélite do DMSP (*Defense Meteorological Satellite Program*) experimentou um evento de colisão com detritos. A colisão gerou uma nuvem de detritos com 67 partes (ANZ-MEADOR2 et al., 2015). Segundo o site da ESA, as consequências dos impactos com detritos de até 1 cm de diâmetro equivalente podem ser a perfuração da carcaça e a danificação da carga útil. Impactos de detritos acima de 10 cm são considerados catastróficos e podem ocasionar a desintegração do alvo. Essa energia destrutiva é consequência das altas velocidades de impacto. Os detritos atingem até 15 km/s e meteoroides podem atingir até 72 km/s (ESA, 2016). Algumas projeções calculadas pela NASA evidenciam a probabilidade de choques entre um corpo orbitando em órbitas baixas ou LEO (*Low Earth Orbit*).

A Figura 2.4a apresenta o risco comparado à duração da missão. Uma tendência linear de aumento do risco é observada. A Figura 2.4b apresenta o risco comparado ao número de missões realizadas. Neste gráfico a tendência é exponencial. Ambos apresentam um claro aumento do risco de impacto. (CHRISTIANSEN, 2009).

Figura 2.4 - Risco de impactos entre detritos e satélites artificiais.



Representações gráficas dos riscos efetivos de colisão entre satélites artificiais e detritos em relação a (a) duração da missão e (b) número de missões.

Fonte: Adptado de Christiansen (2009).

2.1.1. Modelos dos ambientes onde circulam os detritos e meteoroides

Os modelos do ambiente espacial são utilizados para dimensionar os riscos de impactos com meteoroides e detritos em missões futuras. Estes modelos também são utilizados para determinar o fluxo cumulativo de partículas de diâmetros que excedem os limites balísticos. A análise dos modelos indica que existem mais partículas de tamanho pequeno do que grandes. Deste modo, a *NASA* é capaz de dimensionar a capacidade de proteção das blindagens em função dos tamanhos dos detritos. Este monitoramento é feito por radares terrestres e por sistemas de rastreamento de detritos em órbita (CHRISTIANSEN, 2003; CHRISTIANSEN, 2009; ANZ-MEADOR1 et al., 2015). Para o monitoramento dos detritos em órbita, a *NASA* utiliza 10 fontes distintas de dados, utilizando uma rede de radares que cobre todo o volume de um setor esférico de 2100 km de altura, a partir do nível do mar.

Tabela 2.1 - Fontes de dados sobre as massas, alturas e as direções de movimento dos detritos monitorados pela NASA.

	FAIXA DE TAMANHO	FAIXA DE ALTITUDE (km)	ÂNGULO DE IMPACTO
USA-SSN	10 cm até 10 m	200 a 2000	Todos
Haystack	0,3 cm até 10 m	350 a 1100	40 a 140
	0,5 cm até 10 m	350 a 650	28 a 152
	0,5 cm até 10 m	350 a 650	32 a 148
	0,5 cm até 10 m	700 a 1100	32 a 148
	1 cm até 10 m	1200 a 2100	40 a 140
HAX	1 cm até 10 m	450 a 1050	40 a 140
	0,8 cm até 10 m	450 a 1050	40 a 140
LDEF	0,01 mm até 1 mm	330 a 480	Todos
HST-AS	0,01 mm até 1 mm	586 a 614	Todos
EuReCa	0,005 mm até 0,5 mm	502 a 508	Todos
Shuttle	0,1 mm até 1 mm	300 a 400	Todos
SFU	10 μ m até 1 mm	480	Todos
MIR	10 μ m até 100 μ m	170 a 300	Todos
Goldstone	2 mm até 2 cm	280 a 2000	32 a 148

USA-SSN: *United State Space Surveillance Network*; Haystack: *Long Range Imaging Radar*;

HAX: *Haystack Auxiliary Radar*; LDEF^a: *Long-Duration Exposure Facility - Space Debris Impact Experiment*; HST-AS: *Hubble Space Telescope*; EuReCa: *European Retrievable Carrier*; Shuttle: *Space transportation system*; MIR: *Russian Space Station*; Goldstone: *Goldstone Observatory (Goldstone Deep Space Communications Complex)*

Fonte: adaptado de Liou et al. (2002).

2.1.2. Modelo para o ambiente dos micrometeoroides

Meteoroides são partículas naturais que descrevem órbitas em torno do sol. A faixa de velocidade dos meteoroides é de 11 km/s a 72 km/s, enquanto os que descrevem órbitas em torno da Terra possuem velocidades de até 19 km/s. A maior parte dos impactos entre dispositivos artificiais em órbita e meteoroides que foram catalogados revelam que grande parte destas partículas são provenientes de cometas. Estas partículas apresentavam densidades relativas baixas. Entre 2 g/cm³ (para partículas de até 1 µg) até 0,5 g/cm³ (para partículas com massa de 0,01 g ou maiores). Estes dados são contrastantes com as altas densidades dos meteoros que caíram na Terra e sobreviveram a entrada na atmosfera. Antes do conhecimento deste fato, as blindagens eram dimensionadas levando-se em conta as densidades dos meteoros encontrados na superfície da Terra (Christiansen, 2003).

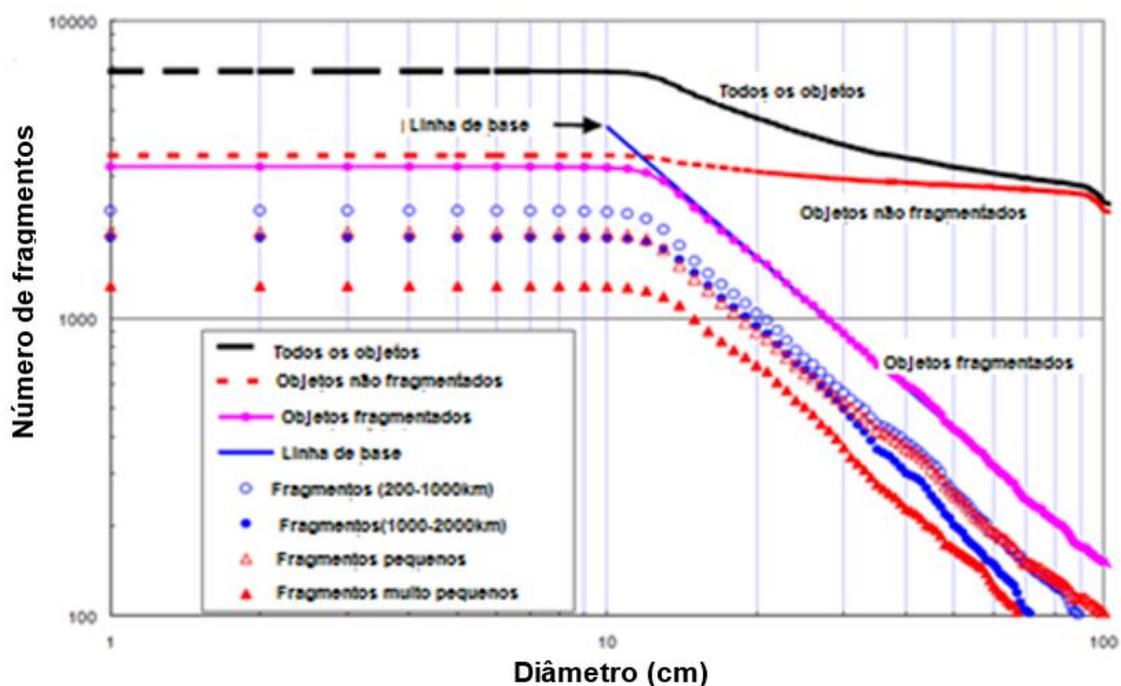
2.1.3. Modelo para o ambiente dos detritos

Os detritos orbitais incluem pedaços de lançadores, partes não funcionais de satélites e detritos provenientes de eventos de colisão. As velocidades de impacto são significativamente menores que as observadas em eventos de colisão com meteoroides. Geralmente, em órbitas baixas, as velocidades de impactos são da ordem de 1 km/s até 15 km/s. Em altitudes até 400 km as velocidades são menores, e atingem até 9 km/s. O ambiente dos detritos é composto de fragmentos metálicos, lascas de tintas e óxido de alumínio e outros 16 tipos de componentes. Tipicamente, os cálculos dos riscos de colisão assumem a densidade de 2,8 g/cm³, correspondente ao alumínio metálico. A proposta atual do modelo do ambiente dos detritos para propósitos de estudos de blindagens é o ORDEM2000, sigla para *Orbital Debris Engineering Model 2000*, descrito no documento NASA TP-2002-210780 (LIOU et al., 2002).

O cenário mostrado na Figura 2.5 evidencia a necessidade de proteção dos componentes vitais das missões dos satélites. O quadro crescente da

população de detritos e o aumento da probabilidade de impactos catastróficos fizeram com que agências espaciais como a ESA e a NASA compreendessem a necessidade do uso de dispositivos protetores como blindagens e escudos e considerarem seus usos fundamentais para a garantia de sucesso das missões futuras.

Figura 2.5 - Relação entre o número de fragmentos orbitando a terra e seu diâmetro aproximado.



Fonte: Adaptado de Liou et al. (2002).

2.2. Blindagens mecânicas

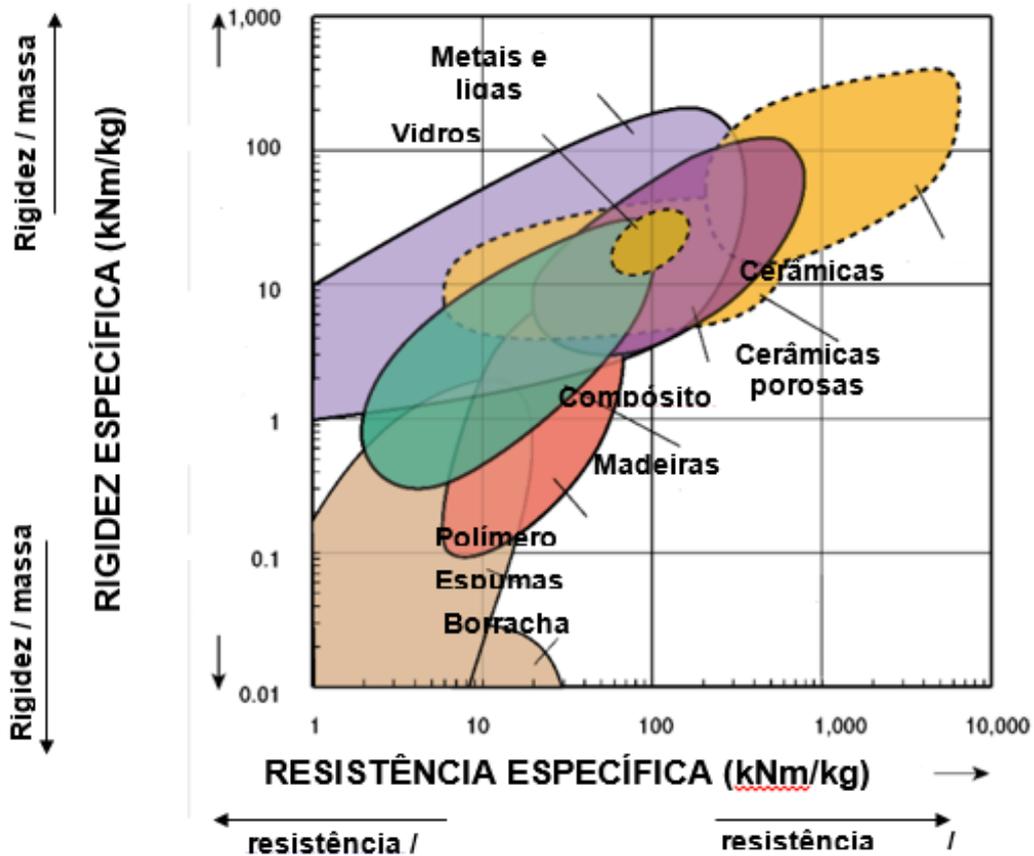
Materiais metálicos sólidos ou tecidos em malhas foram utilizados pelo homem desde os primórdios da civilização, para proteção do corpo em batalhas. As armaduras individuais para cavalaria ou infantaria eram confeccionadas com diferentes ligas como cobre e ferro fundido. Na segunda Guerra Mundial, os temidos tanques russos T-34 e os avançados tanques Tiger alemães utilizavam blindagem de aço maciça. Apenas em meados dos anos 60 os materiais cerâmicos se tornaram interessantes para aplicações como blindagens, devido a sua densidade baixa, resistência alta à compressão e

dureza. No início desse período aeronaves militares americanas utilizavam um sistema composto de carbetos de boro ligados às fibras de vidro ou poliaramida e recoberto por tecido de proteção. A substituição de materiais metálicos por materiais cerâmicos gerou redução de peso, que por sua vez implicou no aumento da autonomia, capacidade de transporte, além de maior capacidade de blindagem das aeronaves (KARANDIKAR et al., 2009).

O módulo de elasticidade específico (E/m), a rigidez específica, a relação à tensão de fratura específica (σ/m) e resistência específica são utilizados na área aeroespacial em que o peso deve ser o menor possível. O objetivo é selecionar materiais que apresentem os maiores valores de E/m e σ/m , ou seja, com os menores valores de massa.

A Figura 2.6 mostra diagramas de ilhas para módulo de elasticidade específico (E/m), ou rigidez específica, em relação à tensão de fratura específica (σ/m), ou resistência específica, dos materiais cerâmicos e metálicos típicos. Cerâmicas geralmente apresentam altas resistências específicas combinadas com alta rigidez, o que torna este material ideal para aplicações balísticas específicas como fragmentação do projétil e dissipação de energia mecânica. Por outro lado, os metais tem maior capacidade de modelagem, são normalmente processados de maneiras mais simples, podem ser soldados e são resistentes à vibração. Ambos apresentam vantagens e desvantagens e sua correta seleção está ligada às exigências particulares de cada projeto (ZHANG et al., 2007; Ashby, 2007).

Figura 2.6 - Diagrama de ilhas

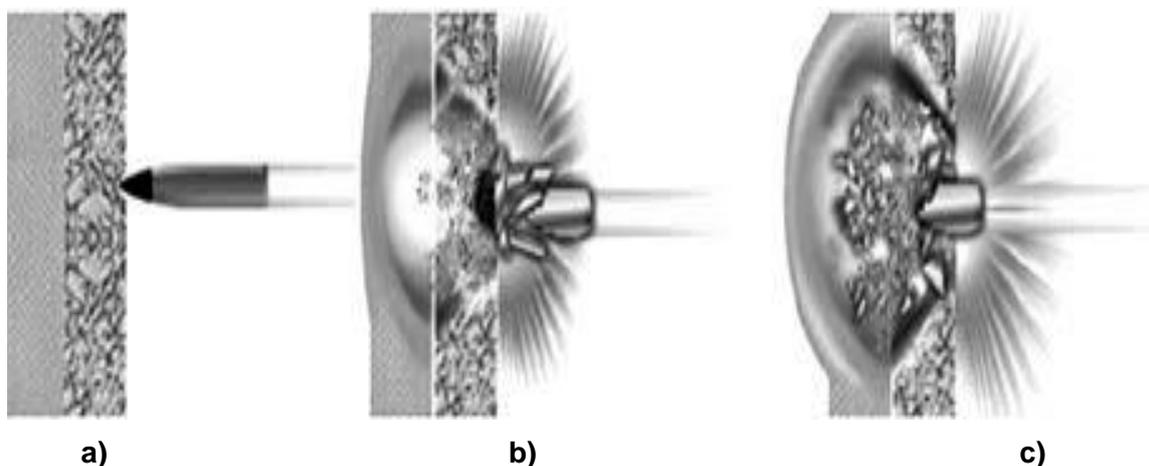


Os diagramas de ilhas correlacionam propriedades em função do tipo de material. Materiais cerâmicos apresentam elevadas combinações dessas propriedades. Fonte: Adaptado de Zhang et al. (2007).

Como nenhum material isolado possui as características requeridas para suportar a combinação de tensões mecânicas provenientes de um evento balístico, a combinação de materiais em multicamadas ou blindagens mistas se tornaram interessantes para prover uma proteção adequada. Materiais cerâmicos são aplicados na primeira camada com o intuito de receberem o impacto inicial do projétil. Sua função é fragmentar o projétil e diminuir a pressão do impacto sobre a segunda camada. A segunda camada da blindagem mista ou base é formada por materiais dúcteis. Desempenham o papel de absorção da energia cinética residual, dos estilhaços oriundos do projétil e da própria cerâmica, consumindo a energia cinética do projétil através

de sua deformação plástica, como observado na Figura 2.7 (Da SILVA et al, 2014).

Figura 2.7 - Esquema mostrando o evento de um impacto balístico.



a) antes da penetração do projétil, b) durante a penetração e início do estilhaçamento e c) após a penetração e dissipação dos estilhaços.

Fonte: Da Silva et al. (2014).

2.2.1. Cerâmicas utilizadas em blindagens mecânicas

As cerâmicas de engenharia são empregadas como componentes de sacrifício em anteparos de proteção. Suas principais funções são o estilhaçamento e o consumo da energia cinética dos projéteis. Materiais de engenharia fibrosos compostos por poliaramida ou polietileno de ultra-alta densidade são responsáveis pela frenagem dos estilhaços formados durante o evento de colisão do projétil no alvo. As cerâmicas utilizadas nestes compósitos devem apresentar altas durezas, altas tenacidades à fratura, altas resistências à ruptura, além de baixos módulos elásticos.

2.2.1.1. Blindagens de alumina

O óxido de alumínio, ou alumina, é utilizado como blindagem balística desde os anos 40. O conjunto de propriedades como dureza elevada e processamento relativamente simples aponta a alumina como o material

cerâmico de engenharia balística com relações custo/benefício interessantes entre as cerâmicas avançadas.

As matérias-primas utilizadas na produção desta cerâmica técnica são de fácil disponibilidade e de custo relativamente baixo. Assim, a alumina em sua fase α (coríndon) é considerada um material de excelência. Sua dureza, resistência à abrasão e inércia química fazem-na uma possível candidata a utilizações em ambientes agressivos, como no espaço.

Em aplicações balísticas, a alumina é utilizada na confecção de blindagens multicamadas para calibres leves devido à sua capacidade de fragmentação dos projéteis e versatilidade de processamento. (HEIMANN, 2003; MEDVEDOVSKI et al., 2002).

Devido a sua estrutura do tipo hexagonal compacta, a alumina apresenta densidade relativamente alta, quando comparada aos carbetos. No entanto, devido ao elevado peso atômico do íon zircônia quando comparado ao íon alumínio, a densidade da alumina é relativamente mais baixa quando comparada à zircônia.

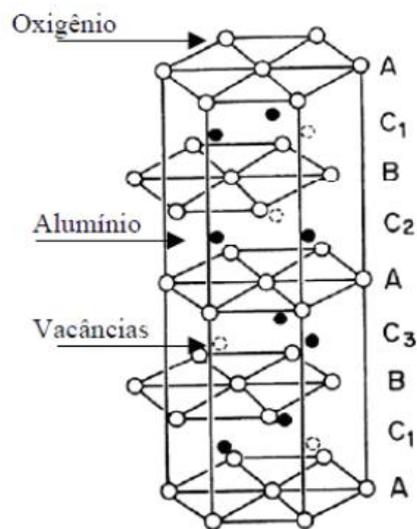
A Tabela 2.2 apresenta valores médios das principais propriedades mecânicas da alumina α . A estrutura cristalina hexagonal compacta da alumina α é apresentada na Figura 2.8.

Tabela 2.2 - Principais propriedades mecânicas da α -alumina.

Fórmula Química	α -Al ₂ O ₃
Densidade relativa (g/cm³)	3,4 - 3,7
Resistência à flexão (MPa)	280 - 420
Tenacidade à fratura (MPa·m^{1/2})	3 - 4
Módulo elástico (GPa)	350 - 400
Dureza (kg/mm²)	1400 - 1800

Fonte: Adaptado de Medvedovski et al. (2002).

Figura 2.8 - Estrutura cristalina da alumina α .



Estrutura da alumina alfa é composta por células unitárias hexagonais.

Fonte: Silva (2015).

2.2.1.2. Blindagens de zircônia

O óxido de zircônio ou zircônia é um material de engenharia que apresenta propriedades mecânicas interessantes para aplicações em blindagens. O processamento deste óxido é relativamente simples, pois não necessita de atmosferas especiais para sinterização, além de temperaturas relativamente mais baixas para sinterização em relação aos carbetos e à alumina. A maior desvantagem da zircônia é a sua densidade relativa ser alta, acrescentando peso à blindagem (Da SILVA et al., 2014; NAGLIERI, 2013).

As propriedades mecânicas relevantes em projetos de blindagem são apresentadas na Tabela 2.3.

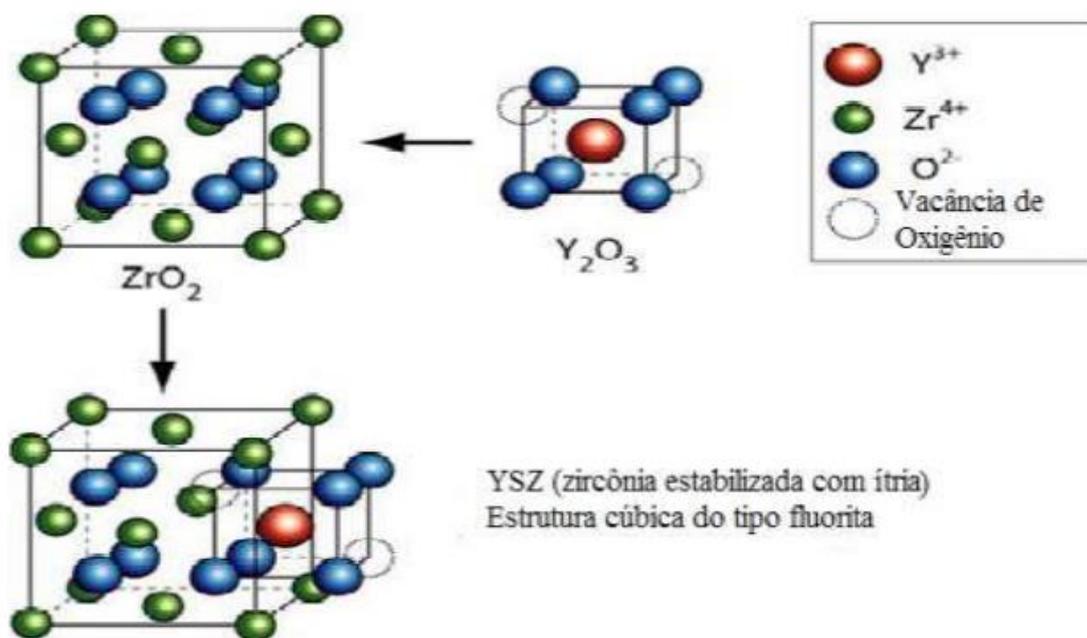
Tabela 2.3 - Principais propriedades mecânicas da zircônia estabilizada com 3 mols de ítria.

Fórmula Química	ZrO ₂
Densidade relativa (g/cm³)	6,05
Coefficiente de expansão térmica (m/°C)	10 ⁻⁵
Resistência à flexão (MPa)	404 - 1000
Tenacidade à fratura (MPa·m^{1/2})	4,29 – 9
Módulo elástico (GPa)	205
Microdureza (kg/mm²)	2800

Fonte: adaptado de Azo-zirconia (2016)

O óxido de zircônio é um material que apresenta transformações de fases com variações de volume nas faixas de temperaturas utilizadas em sua sinterização. Deste modo a obtenção de um corpo sinterizado em temperatura ambiente é impossível. Íons estabilizadores são adicionados à sua rede cristalina para a retenção da fase tetragonal durante o processo de densificação a quente dos pós. Íons de ítria, magnésio e cério são utilizados na estabilização desta fase e deste modo um corpo sinterizado pode ser obtido por processos convencionais de sinterização. A Figura 2.9 apresenta uma representação esquemática do posicionamento dos íons de ítria na estrutura da zircônia (CAMBRIDGE, 2016; MINEIRO, 2007).

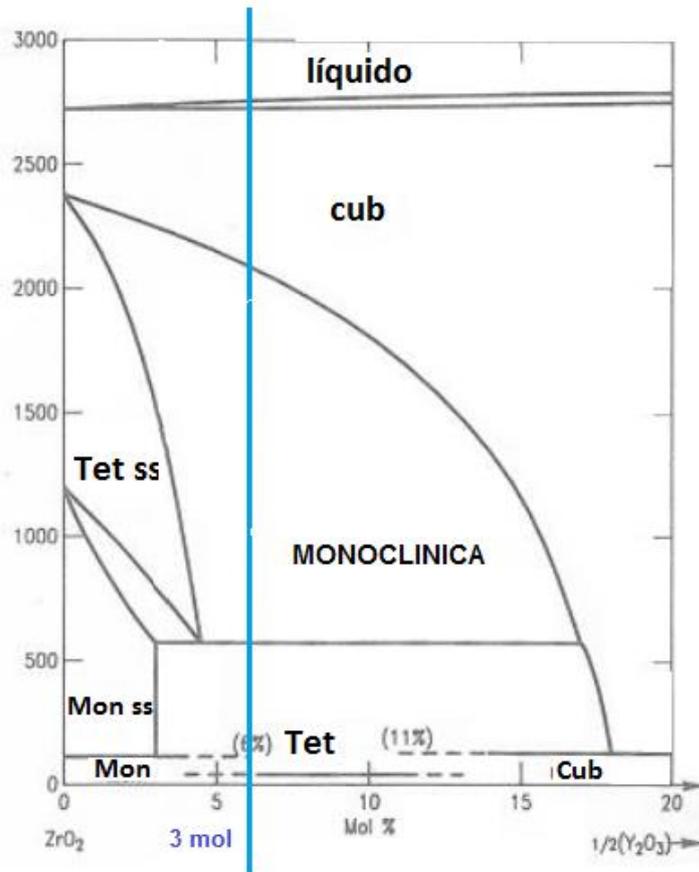
Figura 2.9 - Representação da estabilização da fase tetragonal da zircônia após a adição de ítria.



Fonte: adaptado de Cambridge (2016).

A zircônia estabilizada com 3 mols de Ítria. A quantidade 3 mols de ítria é adicionada à zircônia por ser apenas um pouco além do mínimo para a estabilização da fase tetragonal, como observado no diagrama de fases da Figura 2.10 onde o diagrama de fases do sistema zircônia ítria é apresentado.

Figura 2.10 - Diagrama de fases do sistema zircônia-íttria.



A linha em azul representa a quantidade de 3 mols de ítria, quantidade considerada mínima para a estabilização da fase tetragonal.

Fonte: Adaptado de Barcelona (2016)

2.2.1.3. Blindagens de carbetos de boro

O carbetos de Boro é um material de engenharia que apresenta altas resistências mecânicas, resistente mecanicamente. Apresenta baixas densidades relativas e é utilizado nas blindagens balísticas para calibres pesados. O carbetos de boro necessita de cuidados especiais em seu processamento, o que torna este material caro e de difícil processamento. Para a sua sinterização são comumente utilizadas temperaturas elevadas, atmosferas livres de oxigênio e condição sob pressão. As propriedades mecânicas relevantes para atuação como blindagens são apresentadas na Tabela 2.4. (LaSALVIA, 2013; Da SILVA et al., 2014)

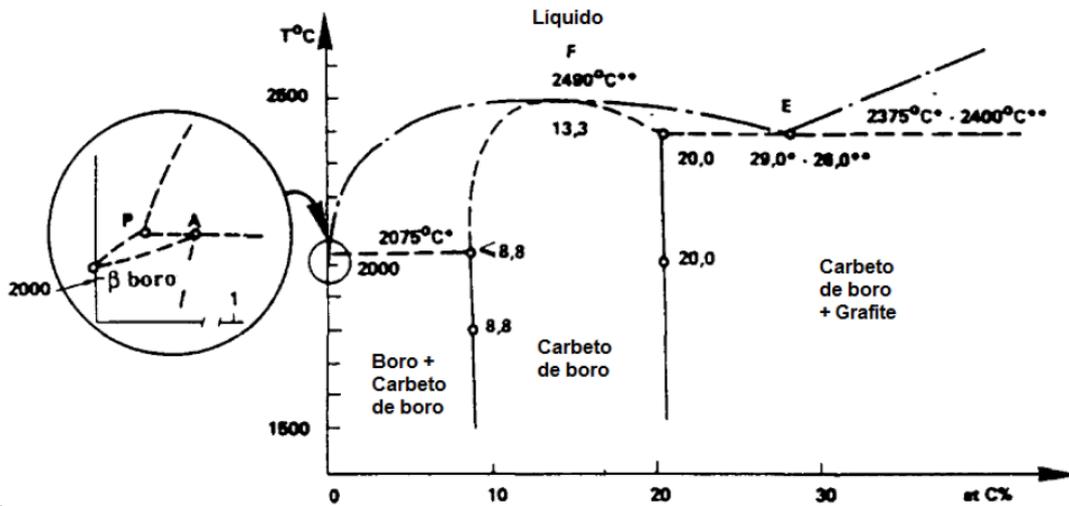
Tabela 2.4 - Principais propriedades mecânicas do carbeto de boro.

Fórmula Química	C ₄ B
Densidade relativa (g/cm³)	2,5 - 2,8
Resistência à flexão (MPa)	410 - 480
Tenacidade à fratura (MPa·m^{1/2})	2,5 – 3,1
Módulo elástico (GPa)	440 - 460
Módulo de cisalhamento (GPa)	140 - 160
Microdureza (kg/mm²)	2800 – 3200

Fonte: Adaptado de Da Silva et al. (2014).

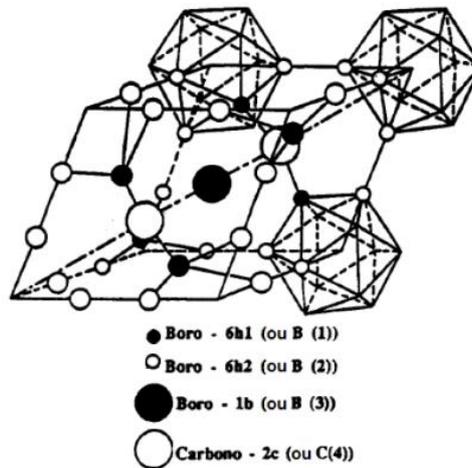
O diagrama de fases do carbeto de boro é apresentado na Figura 2.11. O carbeto de Boro de alta pureza é obtido entre composições de 8% à 22% de carbono e é nesta faixa de composição que atinge as melhores propriedades mecânicas e balísticas. Estrutura romboédrica do carbeto de boro, de interesse balístico é apresentada na figura 2.12.

Figura 2.11 - Diagrama de fases do carbeto de boro



Fonte: adaptado de Rigdway (1964).

Figura 2.12 - Estrutura Cristalina do carbeto de boro utilizado em aplicações balísticas.



Fonte: Adaptado de Rigdway (1964).

2.2.1.4. Blindagens de carbeto de silício

O carbeto de silício é um material de engenharia com uma boa relação de propriedades mecânicas em função da densidade. É um material utilizado em blindagens para calibres pesados. É considerado uma boa alternativa ao

carbeto de boro devido ao processamento relativamente mais simples (LaSALVIA, 2013; Da SILVA et al., 2014) O carbeto de silício é sinterizado em atmosfera livre de oxigênio para que o carbono não oxide. A Tabela 2.5 apresenta os valores típicos das propriedades mecânicas do carbeto de silício.

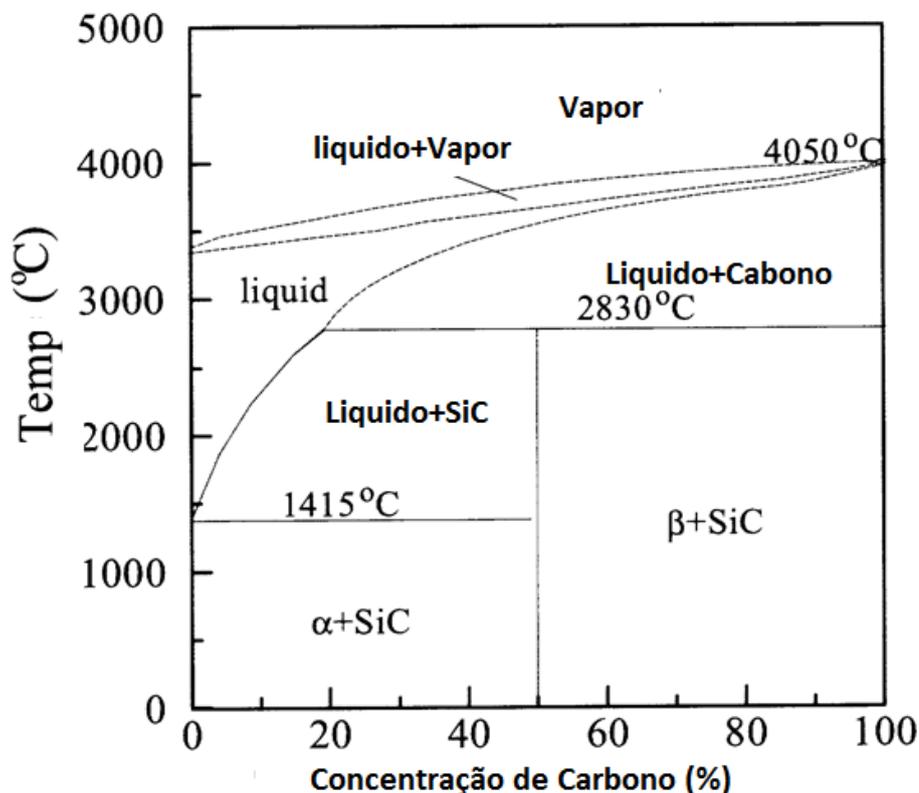
Tabela 2.5- Principais propriedades mecânicas do carbeto de silício.

Fórmula Química	SiC
Densidade relativa (g/cm³)	2,56 – 3,22
Resistência à flexão (MPa)	359 – 453
Tenacidade à fratura (MPa·m^{1/2})	3,4 – 6,4
Módulo elástico (GPa)	359 – 453
Microdureza (kg/mm²)	2300 - 2500

Fonte: Adaptado de DaSilva et al. (2014).

O diagrama de fases do carbeto de silício é apresentado na Figura 2.13. O carbeto de Silício puro é obtido através da mistura de 50% em mols em relação ao silício. Em toda faixa de composição é possível se obter carbeto de silício misturado a outras fases.

Figura 2.13 - Diagrama de fases do carbeto de silício.



Fonte: Adaptado de Karandikar et al. (2009)

2.2.1.5. Blindagens de compósitos alumina – zircônia

Os compósitos cerâmicos de alumina-zircônia são estudados como materiais para blindagens, pois apresentam propriedades mecânicas superiores a alumina pura. Alguns trabalhos relatam o aumento nos valores de tensão de fratura e de tenacidade à fratura da alumina devido à adição de zircônia tetragonal, Estes trabalhos tem mostrado que é possível aumentar a confiabilidade das propriedades mecânicas de compósitos de alumina-zircônia adotando misturas de materiais micro e nanoparticulados utilizando métodos de misturas que aumentem a homogeneidade da mistura dos pós. (MORAES, 2004; COUTO, 2010). As principais propriedades mecânicas desta família de compósitos cerâmicos são apresentadas na Tabela 2.6.

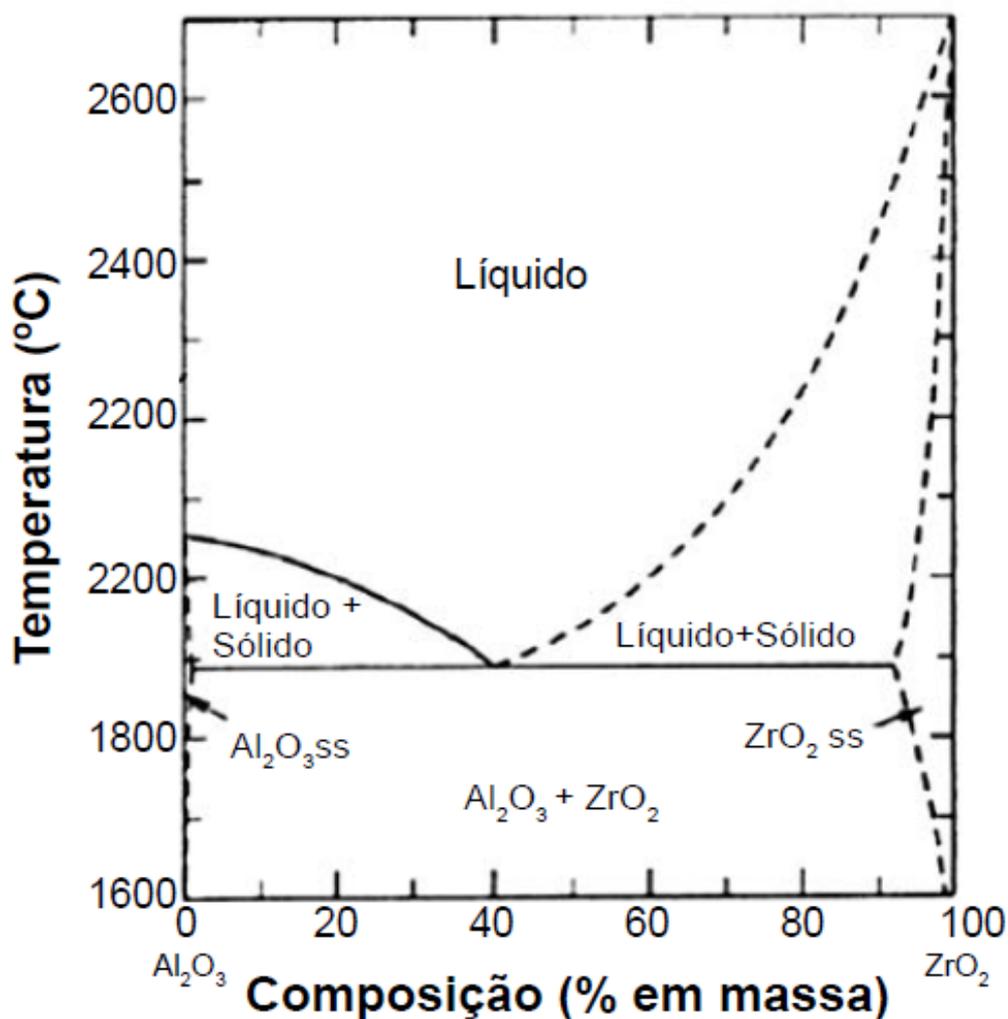
Tabela 2.6 - Principais propriedades mecânicas da família de compósitos cerâmicos de alumina e zircônia ítria tetragonal.

Fórmula Química	$\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{Y-ZrO}_2$
Densidade relativa (g/cm^3)	3,4 – 6,05
Coefficiente de expansão térmica ($\text{m}/^\circ\text{C}$)	7,5 – 10 ($\times 10^{-6}$)
Resistência à flexão (MPa)	280 – 1000
Tenacidade à fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	3,4 – 9
Módulo elástico (GPa)	359 – 453
Microdureza (kg/mm^2)	1400 – 2800

Fonte: Adaptado de Accuratus-ytzp (2016)

A Figura 2.14 apresenta o diagrama de fases do sistema alumina-zircônia. Por volta de 1900°C ocorre o aparecimento da fase líquida no compósito. Deste modo, para sinterizações via estado sólido não se deve exceder esta temperatura. Em temperatura ambiente são encontradas somente as fases alumina e zircônia, não sendo observados compostos provenientes da mistura das fases.

Figura 2.14 - Diagrama de fases do sistema alumina-zircônia.



Fonte: Da Silva et al. (2014).

Um levantamento embasado nos dados da literatura é apresentado na Tabela 2.7. Todos os trabalhos utilizaram suspensões de pós de alumina e zircônia em suas rotas de processamento. Segundo os autores, descritos na coluna à direita, este é o método mais eficaz para minimizar a dispersão dos valores de propriedades mecânicas estudadas.

Tabela 2.7 - Valores relatados na literatura para compósitos cerâmicos de alumina zircônia 3Y-TZP, obtidas a partir de alumina submicroparticulada e zircônia submicro/nanoparticulada.

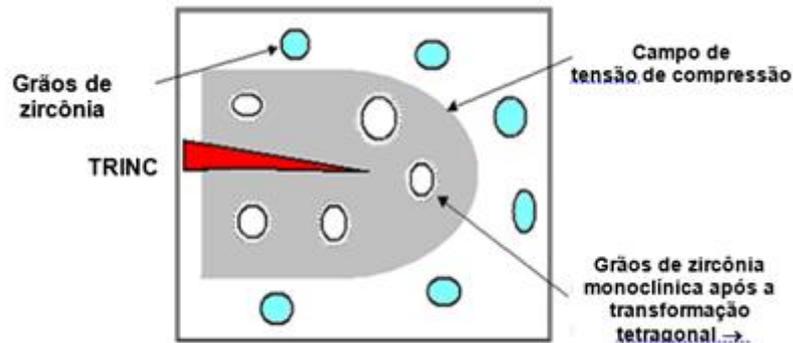
QUANTIDADE DE ZrO ₂ (% em massa)	TENSÃO DE FRATURA (MPa)	MÓDULO DE WEIBULL	DENSIDADE TEÓRICA (g/cm ³)	DUREZA VICKERS (GPa)	FONTE
5 (**) (***)	602 ± 68,95	-	4,027	-	(Pierri, 2008)
5 (**)	324,67 ± 67,13	6,8	4,027	17,5	(Moraes, 2004)
10 (**)	342,91 ± 75,73	5,7	4,114	17,4	(Moraes 2004)
15 (**)	323,77 ± 73,5	5,7	4,201	17,4	(Moraes 2004)
18,5 (**)	378 ± 45	8,4	4,262	16,8	(Silva 2014 e Nono 2015)
21(**)	315,67 ± 100,19	5,4	4,305	17,1	(Moraes, 2004)
80 (**)	477,62 ± 159,94	12,9	5,332	15,4	(Moraes, 2004)
100 (**)	385,08 ± 192,88	6,8	5,680	13,2	(Moraes, 2004)

(*) Cerâmicas obtidas via mistura convencional de pós em moinho de bolas.(**) Cerâmicas obtidas via misturas de suspensões defloculadas.(***) Ensaio de flexão em 3 pontos.

Fonte: Produção do autor

Nas cerâmicas de zircônia dopadas, as tensões internas que se originam trincas, estas absorvem energias de tensões externas aplicadas e melhoram as propriedades mecânicas (STEVENS, 1984). Este mecanismo, chamado de tenacificação induzida por tensão externa aplicada e é mostrado na Figura 2.15. Quando uma trinca encontra grãos de fase tetragonal, esta fase absorve energia da trinca e o material se transforma em monoclinica com um aumento de volume da cela unitária. Este aumento de volume gera um campo de tensão de compressão na região próxima da trinca que dificulta a sua propagação pelo material (STEVENS,1984).

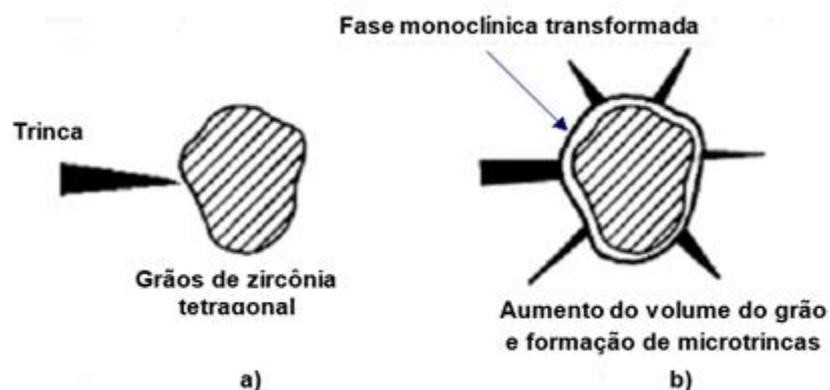
Figura 2.15 - Mecanismo de transformação de fases cristalinas induzida por tensão externa aplicada, em grãos de zircônia tetragonal em uma matriz de alumina.



Fonte: Adaptado de Stevens (1984) e Assis (2007).

A transformação martensítica da zircônia estabilizada com ítria induzida pelo campo de tensões da trinca cria microtrincas ao redor das partículas da zircônia que se encontra em uma matriz de alumina. Estas microtrincas podem ramificar a ponta da trinca dividindo e dissipando a energia de propagação (Stevens, 1984). O processo é mostrado de forma esquemática na Figura 2.16.

Figura 2.16 - Interação grão de zircônia - ponta da trinca.



a) trinca propaga até encontrar grão de fase tetragonal e b) transformação tetragonal → monoclinica absorve energia da trinca principal e resultando em trincas menores.

Fonte: Modificado de Stevens (1984).

2.2.2. Histórico das blindagens espaciais

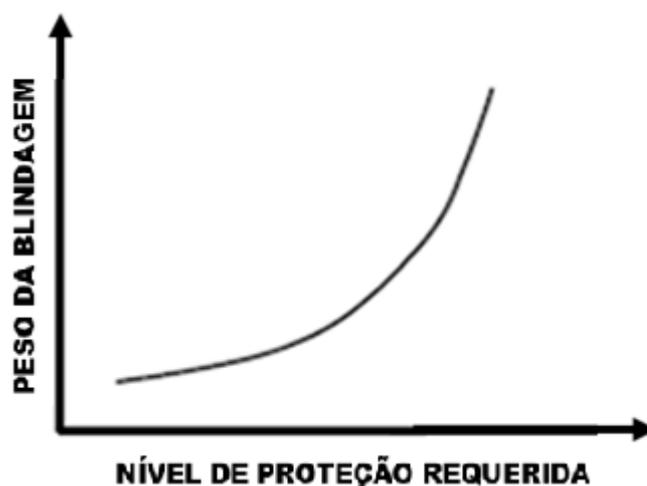
Blindagens mecânicas são utilizadas desde os anos 60, quando a inserção de laboratórios em órbita se iniciou. Uma grande variedade de tipos de blindagens foi testada até a determinação do sistema capaz de fornecer proteção real aos tripulantes e equipamentos. A Estação Espacial Internacional, *ISS*, possui escudos capazes de absorver os impactos de partículas de alumínio com tamanhos da ordem de 1,0 a 1,3 cm de diâmetro, com velocidade de impacto de 9 km/s e ângulo típico de incidência de 45°. Em comparação, a estação espacial russa, *MIR*, era capaz de absorver os impactos de partículas com tamanhos de até 0,3 cm de diâmetro. O Veículo Espacial *Orbiter* é capaz de absorver os impactos de partículas de 0,2 a 0,5 cm. A *Apollo* e a *Skylab* eram capazes de absorver os impactos de partículas de 0,15 a 0,2 cm em condições semelhantes de impacto (CHRISTIANSEN, 2003; CHRISTIANSEN et al. 2004; CHRISTIANSEN 2009).

Materiais com valores baixos de densidade e de tensão de fratura altos, como os carbetos cerâmicos, são eficientes na proteção de impactos com projéteis em velocidades de até 1km/s. No entanto não são eficientes na proteção de impactos com detritos à hipervelocidades, uma vez que a sua densidade baixa afeta a capacidade de estilhaçamento do projétil. Deste modo, a energia cinética se conserva em um único corpo de projétil, proporcionando maiores pressões de impactos e conseqüentemente afeta a capacidade de blindagem. Os níveis de proteção requeridos pelo projeto de blindagem são dependentes do tipo de missão, da órbita em que o satélite irá se estabelecer e do tempo em que a missão será executada. A NASA geralmente expressa os requisitos da blindagem em termos de (CHRISTIANSEN, 2009):

- a) Probabilidade mínima de falha da missão como resultado de um evento de colisão entre os detritos ou;
- b) Risco máximo aceitável ou probabilidade de não-falha dos equipamentos essenciais para o sucesso da missão.

A necessidade do aumento dos níveis de proteção acarreta na necessidade de blindagens de peso maior. As curvas de proteção em relação ao peso são descritas por curvas com comportamentos tipicamente exponenciais, conforme observado na Figura 2.17. A curva apresenta a probabilidade de não ocorrência de falhas e indica que maiores níveis de proteção resultam em aumentos consideráveis do peso do sistema.

Figura 2.17 - Representação gráfica dos níveis de proteção em relação vs peso da blindagem.



Fonte: Adaptado de Christiansen (2009).

2.2.3. Proteção em satélites brasileiros

Nos satélites brasileiros são utilizados painéis tipo *honey-comb*, confeccionados em alumínio aeronáutico e são estruturados de modo a apresentarem resistência mecânica mínima e peso baixo. Por estas razões estas estruturas são utilizadas no CBERS (*China-Brazil Earth Resources Satellite*). Painéis de 20 mm formam a estrutura geral do satélite e os mais espessos suportam as baterias do sistema de energia solar (COUTO, 2012; CBERS, 2004).

A especificação dos satélites CBERS prevê estatisticamente a possibilidade de impactos de meteoroides. Nesta especificação, a frequência de impacto aleatória (N - número de impactos por metro quadrado por ano) de

meteoroides com massa igual ou maior que m gramas numa superfície orientada aleatoriamente é dada pela equação abaixo e é válida para massas, em gramas, entre $10^{-6} < m < 10^{-12}$:

$$\text{Log } N = -0,063(\log m)^2 - 1,584(\log m) - 14,339 + \log (Ge) + \log (0,5 (1 + (1 - r^2)^{1/2})) + \log F \quad (2.1)$$

Para massas entre $1 < m < 10^{-6}$, em gramas, é utilizada a equação abaixo:

$$\text{Log } N = -1,22 (\log m) - 14,41 + \log (Ge) + \log (0,5 (1 + (1 - r^2)^{1/2})) + \log F \quad (2.2)$$

Onde:

$$Ge = 0,568 + (0,432/r) = 0,568 + (0,432/(778/6378)) = 4,1;$$

r = distância da Terra em unidade de raios da Terra ($6,378 \times 10^3$ km) e

F = fator sazonal

Os valores do fator sazonal para cada mês do ano são apresentados na Tabela 2.8.

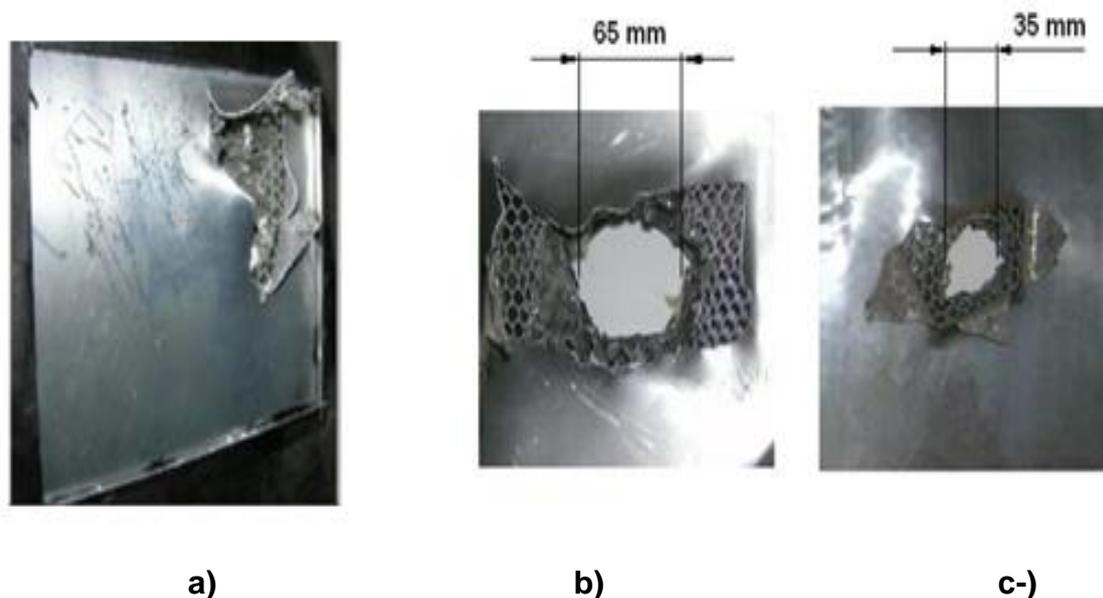
Tabela 2.8 – Fator sazonal utilizado na probabilidade de impacto da família de satélites CBERS.

Mês	Jan	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez
Fator F	0,6	0,4	0,5	0,6	1,1	1,6	1,8	1,6	1,1	1,1	0,9	0,7

Fonte: INPE1 (2015).

A Figura 2.18 apresenta ensaios balísticos realizados em um painel honey comb de alumínio. O teste foi realizado com um projétil calibre .44. A cratera de impacto projetou estilhaços e as deformações na chapa tarseira foram significativas, evidenciando a fragilidade do sistema ao evento de colisão com um detrito espacial de maior energia cinética.

Figura 2.18 - Crateras de impacto nos painéis do CBERS-4.



Fotografia dos painéis após o ensaio balístico com o calibre .44 aonde a) parte traseira do painel honey comb utilizado no CBERS e b) parte frontal do painel após o evento balístico. c) parte frontal do painel com calibre.38

Fonte: Couto (2012).

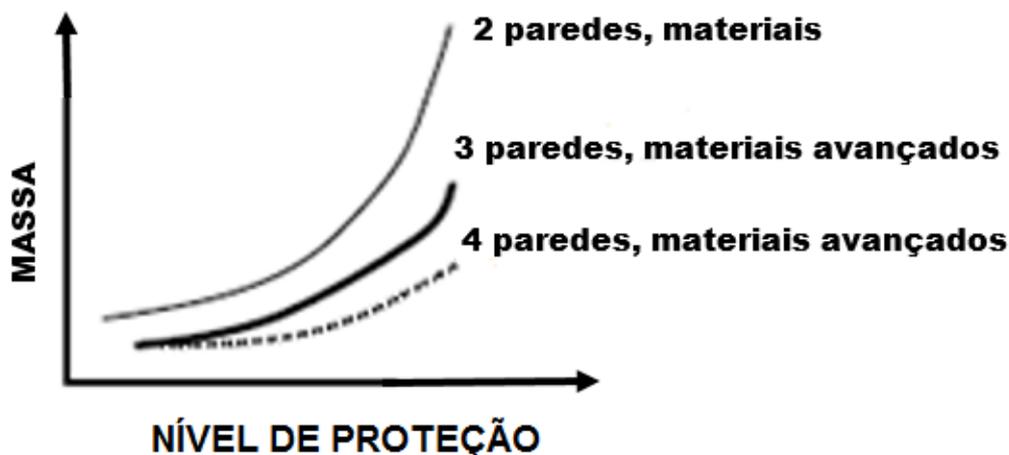
2.2.4. Tipos de blindagens espaciais

O tipo de proteção aplicada aos satélites é diretamente dependente do tipo órbita que descreve. Parâmetros como a altura e a inclinação da orbita são necessários devido à trajetória que os satélites irão percorrer. Para o correto dimensionamento das blindagens, a NASA propôs 3 classes de proteção para serem utilizadas em diversos casos, desde proteção para satélites até para o ônibus espacial e a ISS. Cada tipo é definido em função do número de camadas e do tipo de material empregado em cada uma delas (CHRISTIANSEN, 2009).

A Figura 2.19 ilustra a massa de diferentes tipos de blindagens em função dos níveis de proteção. Para níveis elevados de proteção, como os requeridos na estação espacial, a massa da blindagem Whipple de duas paredes é inviável devido à espessura requerida das chapas. Nesse caso são

adicionadas mais paredes e materiais mais avançados para que os níveis de proteção requeridos pelo projeto sejam atendidos.

Figura 2.19 - Efeito da massa da blindagem em função do nível de proteção requisitado para uma missão espacial.



Fonte: Adaptado de Christiansen (2009)

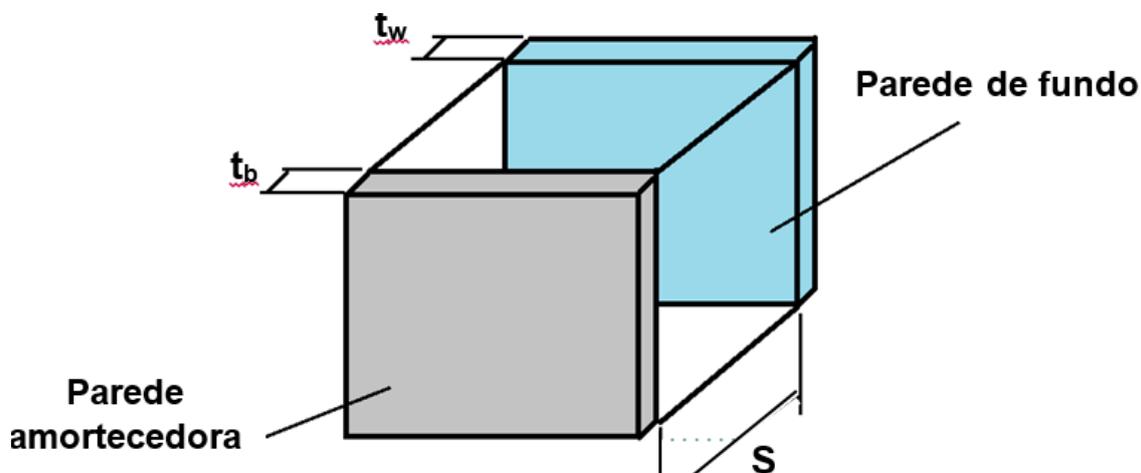
2.2.4.1. Blindagens com placas rígidas e camada única

Este tipo de blindagem é composta de uma única camada de material. A NASA investigou e equacionou o uso desse sistema para diferentes tipos de materiais. No entanto, devido às forças geradas no evento balístico de hipervelocidade, se torna inviável devido à capacidade limitada de proteção. Até o momento, não existe nenhum material de engenharia capaz de suportar um evento balístico em hipervelocidade. A NASA rapidamente abandonou a ideia e a solução encontrada, após inúmeras investigações, foi a utilização da blindagem Whipple (CHRISTIANSEN, 2009).

2.2.4.2. Blindagem tipo whipple

No final dos anos 1940, a *NASA* desenvolveu uma proteção contra meteoroides chamada de blindagem Whipple, em homenagem ao cientista Fred Whipple, autor da ideia (WHIPPLE, 1947). Este dispositivo de proteção era constituído por um anteparo de sacrifício fino e distanciados de outra parede posterior. O sistema é apresentado na Figura 2.20.

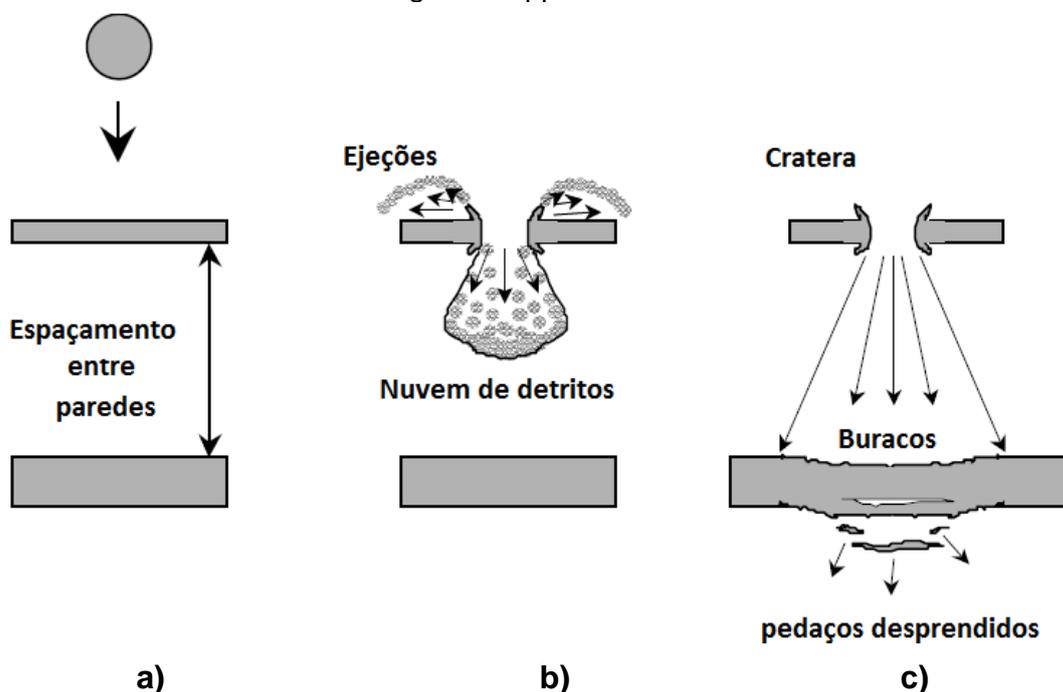
Figura 2.20 - Esquematização da Proteção Whipple.



Fonte: Adaptado de Christiansen (2009)

A primeira camada tem o objetivo de estilhaçar o projétil em uma nuvem de material contendo detritos de menor massa. Como a energia cinética é proporcional à massa e ao quadrado da velocidade, os corpos fragmentados perdem drasticamente a capacidade de causar danos à carga útil. Essa nuvem expande enquanto se movimenta através do espaço livre, resultando em pequenos choques que são distribuídos no painel traseiro. A parede de fundo deveria ser espessa o suficiente para suportar a pressão de carregamento da nuvem de detritos. O esquema ilustrativo do impacto em hipervelocidade de uma esfera contra uma blindagem Whipple é apresentado na Figura 2.21 (CHRISTIANSEN, 2009; WHIPPLE, 1947).

Figura 2.21 - Representação esquemática de um evento de colisão a hipervelocidades contra uma blindagem Whipple.

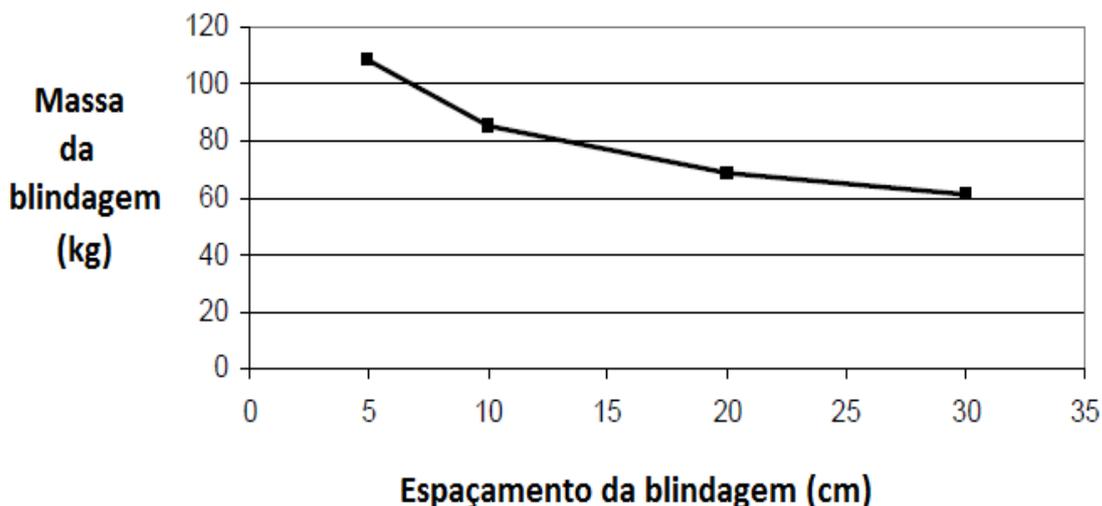


a) escudo Whipple consiste em um amortecedor, um espaçamento entre as placas e a parede de fundo, responsável pela contenção do detrito, b) impactos em hipervelocidade geram nuvens de detritos que contém fragmentos de partículas sólidas, líquidas e vapores e c) A parede de fundo deve suportar as pressões do carregamento imposto durante os impactos. Esta blindagem falhará caso algum fragmento atravessasse essa estrutura.

Fonte: Adaptado de Christiansen (2009).

A Figura 2.22 apresenta a massa das blindagens em função do espaçamento entre as paredes. A base de cálculos utilizou um escudo Whipple com 0,127 cm, de alumínio 6061-T6 na primeira camada e alumínio 2219-T87 na parede de fundo. A espessura da parede de fundo foi variada para suportar os impactos. Foram utilizadas esferas de alumínio 6061-T6 atiradas a 11 m/s. O gráfico mostra que é possível diminuir drasticamente a massa ao aumentar o espaçamento entre os escudos. O aumento do espaçamento provê um cone de detritos com a base mais larga, espalhando com maior eficácia as pressões de impacto pela parede de fundo (CHRISTIANSEN, 2009).

Figura 2.22 - Gráfico correlacionando a massa da blindagem em relação ao espaçamento entre as paredes para uma blindagem do tipo Whipple de 2 camadas.



Fonte: Adaptado de Christiansen (2009).

2.3. Impactos de projéteis em alvos

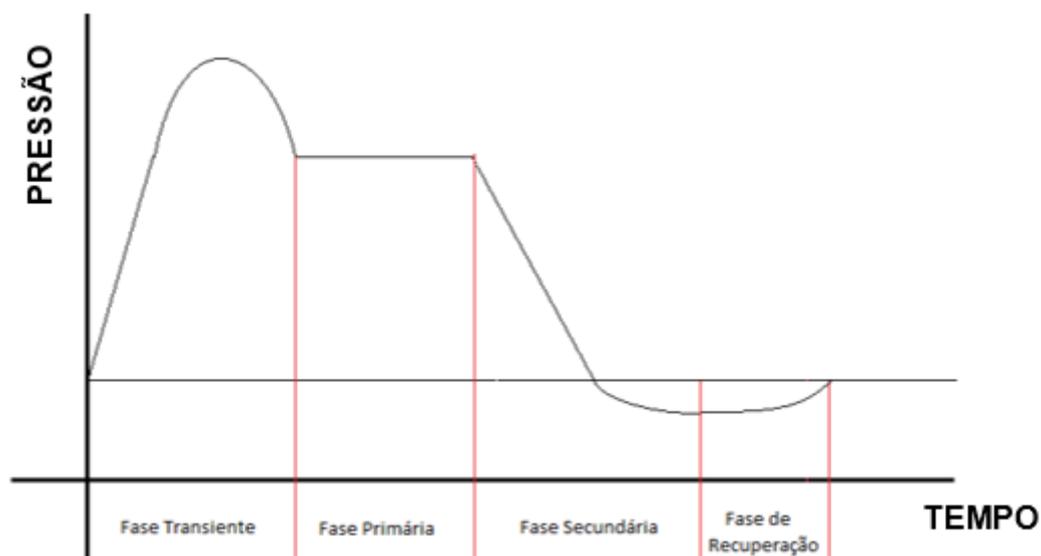
O equacionamento dos impactos de projéteis em alvos tem o intuito de identificar e quantificar as variáveis envolvidas em eventos balísticos. A determinação destas variáveis auxilia os projetistas a desenharem blindagens mais confiáveis e seguras. O choque de um satélite contra um detrito espacial que pode estar de velocidades quase nulas até algumas dezenas de km/s. Como os eventos em hipervelocidades são extremamente energéticos, tanto equações balísticas para altas quanto hipervelocidades devem ser analisadas para a correta seleção do material da blindagem, bem como sua espessura e geometria. (CHRISTIANSEN, 2009).

2.3.1. Impactos em altas velocidades

Impactos em altas velocidades são eventos aonde um projétil é atirado contra um determinado alvo em velocidades inferiores a 5 vezes a velocidade do som (CHRISTMAN et al., 1966). Nos processos de impactos em altas

velocidades ocorrem eventos distintos, divididos em um modelo que incorpora 4 fases, como descrito na Figura 2.23.

Figura 2.23 - Representação esquemática em quatro fases de impactos em alta velocidade de projéteis em alvos cerâmicos.



Fonte: Adaptado de Christman (1966).

2.3.1.1. Fase transiente

A fase transiente se inicia com quando o projétil tem seu primeiro contato com o alvo. A duração é apenas um breve período de tempo, geralmente inferior a alguns microssegundos, como observado em fotografias de impactos de alta velocidade. A Figura 2.20 mostra um pico de pressão nessa fase. O pico pode ser explicado se a interação alvo/projétil for embasada no comportamento microscópico como, por exemplo, a transmissão da onda de choque entre átomo-átomo, movimentos de deslocamento e interação entre os grãos, além da densidade e ponto de fusão. Um *flash* de luz de alguns microssegundos é gerado durante a fase transiente e pode ser atribuída à conversão da energia térmica em energia eletromagnética através da ionização e alteração dos níveis de energia dos elétrons dos átomos. De modo geral, a maior pressão que o alvo sofre ocorre na fase transiente. Uma onda de choque se inicia na interface entre o projétil se deformando e a cratera em crescimento

e se move para dentro do alvo a uma distância fixa da interface. Deste modo, a profundidade da cratera é função dos parâmetros de impacto. A cratera cresce até que a condição de equilíbrio com a fase primária seja atingida (CHRISTMAN et al., 1966).

2.3.1.2. Fase primária

A fase primária da penetração é o período de tempo aonde o projétil aplica a força sobre o alvo enquanto a sua energia cinética é transmitida em um processo hidrodinâmico. Durante esta fase, as densidades e compressibilidades dos materiais do alvo e do projétil, bem como a velocidade e as dimensões do projétil são parâmetros para a determinação da intensidade, forma e duração do campo de pressão induzido durante o evento balístico. A fase de penetração primária é caracterizada por um nível de pressão constante por trás da frente de choque. Projéteis com as razões de aspecto baixas (ex: discos) apresentam pouca contribuição na profundidade da cratera e apresentam a fase primária relativamente curta enquanto projéteis com razões de aspectos altas (ex: varas longas) contribuem mais para os diâmetros e profundidades finais das crateras. A razão de aspecto é calculada pela relação comprimento (L) dividido pelo diâmetro (d) de um projétil cilíndrico. Nesta fase ocorre a deformação completa do projétil (CHRISTMAN, 1966).

2.3.1.3. Fase secundária

A fase secundária da penetração, algumas vezes chamada de cavitação, inicia-se após o projétil ser completamente deformado e removido do sistema de fornecimento de energia. Nesta fase ocorre o crescimento da cratera. Tanto a fase secundária quanto a fase de recuperação podem existir simultaneamente durante o evento balístico. Durante a segunda fase, projéteis com altas relações de aspecto podem apresentar regiões ainda não completamente deformadas, ainda nas fases primárias e podem ser envolvidos por uma cratera com expansão radial já na segunda fase. Durante a segunda e a terceira fase esforços cisalhantes ocorrem paralelamente às paredes da

cratera em expansão e o projétil é ejetado da cratera. Com pressões suficientemente elevadas os conceitos hidrodinâmicos são adequados, mas quando o campo de pressões decai, a influência do material, da força do impacto e da velocidade devem ser consideradas. Diferenças brutas nos comportamentos dos materiais são observadas nessa fase. A fase secundária perdura até que a energia por detrás da onda de choque em expansão seja menor que a energia necessária para superar a resistência intrínseca do material à deformação (CHRISTMAN, 1966).

2.3.1.4. Fase de recuperação

A quarta fase ou fase de recuperação é definida como o período no qual ocorre a contração da cratera em materiais dúcteis, como metais e polímeros, ou a ruptura de corpos frágeis, como materiais cerâmicos. O coeficiente de recuperação, propriedade intrínseca do material é uma função dependente da tensão de ruptura, do coeficiente de Poisson e módulo elástico do alvo. Em matérias frágeis, as tensões de tração produzidas pela interação dos campos de tensão e as superfícies das crateras produzem trincas que tornam obscuras as predições sobre as profundidades e diâmetros finais das crateras.

Embora o modelo de formação das crateras seja apresentado em quatro fases, o processo completo de crescimento da cratera é contínuo. A equação abaixo considera a fluidez do material em determinada a velocidade do projétil, U , em cada ponto da deformação.

$$\rho \frac{\partial U}{\partial t} + \frac{\partial P}{\partial x} + \frac{\partial \sigma}{\partial x} = 0 \quad (2.3)$$

Onde:

ρ = densidade do alvo (g/cm^3);

t = tempo (s);

P = pressão e (kgf/mm^2)

σ = tensão de escoamento do alvo. (MPa)

Para alvos dúcteis atingidos por projéteis em altas velocidades, $\sigma \ll P$ (fase secundária) e o termo $\partial\sigma/\partial x$ é desprezível. O mesmo ocorre em materiais frágeis. No caso dos materiais cerâmicos o termo é desprezado, pois materiais cerâmicos não apresentam escoamento (CHRISTMAN, 1966).

2.3.2. Impactos em hipervelocidade

Testes de impactos em hipervelocidade são uma parte fundamental de análise dos sistemas de blindagem contra detritos. Este tipo de testes não só estabelece os limites de velocidade, como também testa os diferentes modelos dos sistemas protetores. Deste modo, estes testes podem fornecer dados extremamente úteis para a validação numérica das simulações. Para a simulação dos impactos em hipervelocidade, um canhão específico foi projetado. Esse canhão é composto de armas leves de gás com dois estágios, capazes de acelerar projéteis acima dos 7 km/s. Este tipo de dispositivo é capaz de lançar uma grande variedade de formas e massas. A desvantagem é que os canhões de gás são capazes de disparar projéteis em uma pequena faixa de velocidade. Sendo assim são capazes de cobrir apenas uma fração do espectro de velocidades dos detritos. As velocidades médias dos detritos em órbitas baixas é da ordem de 9 km/s e o canhão é capaz de simular até 40% do espectro. Existem outras técnicas existentes para o lançamento de projéteis acima de 10 km/s. No *Southwest Research Institute*, nos EUA, há um sistema capaz de lançar projéteis esféricos de alumínio de 0,25 à 2 g de massa.

Outro lançador de projéteis em altas velocidades foi desenvolvido pela *Sandia National Laboratories* e é capaz de exceder velocidades de 10 km/s e é capaz de lançar diferentes geometrias e materiais.

As simulações numéricas de eventos de impacto em altas velocidades são normalmente equacionadas com considerações hidrodinâmicas (*hydrocodes*). Estas simulações resolvem todas as equações fundamentais da conservação como a de energia, a de massa e a de momento, que são

importantes. Estas equações foram resolvidas por volta dos anos 50. Foi verificado que eventos de impacto em altas velocidades produzem campos de pressão locais que excedem drasticamente a resistência mecânica dos materiais e estes se comportam com modelos descritos pela mecânica dos fluidos.

A Figura 2.24 mostra o canhão utilizado pela NASA em testes balísticos em hipervelocidades (CHRISTIANSEN, 2009; LEVIN et al., 1997).

Figura 2.24 - Canhão utilizado pela NASA em testes balísticos em hipervelocidades.



Fonte: Christiansen (2009).

2.3.2.1. Física do impacto na blindagem whipple

O fator chave que governa a performance das blindagens espaciais é a forma da nuvem de detritos, gerada após um teste de impacto em hipervelocidade. Os projetos da parede amortecedora e da parede de fundo dependem diretamente desse parâmetro. A nuvem de detritos contém a mistura de sólidos, líquidos e/ou vapores proveniente da parede amortecedora

e do projétil e o formato e o estado dos materiais contidos na nuvem são dependentes das pressões de impacto geradas no evento balístico. Tanto propriedades térmicas quanto mecânicas estão envolvidas no modelamento desta blindagem. Durante o impacto em hipervelocidades, os fragmentos sólidos são geralmente mais penetrantes que os materiais líquidos e vaporizados formados no impacto. A pressão de impacto aumenta com o aumento da velocidade de impacto e com a diminuição do ângulo de impacto em relação à normal. O aumento da densidade do projétil e do alvo também são considerados como variáveis na pressão de impacto. A variação da pressão cria ondas de choque no material que podem ser de caráter destrutivo, dependendo da energia que carregarem e da capacidade do material de absorver esta energia.

As ondas de choque que ocorrem no impacto inicial do projétil contra a parede amortecedora são eventos complexos. A onda de choque inicial na parede amortecedora comprime os materiais do alvo elevando a densidade e a temperatura. Ondas compressivas são refletidas como uma onda de tensão ou rarefação nas superfícies da parte traseira da parede amortecedora e dos lados dos projéteis. Se os esforços de flexão na superfície traseira da parede amortecedora excederem a tensão de ruptura do material, lascas planas podem ser formadas. As ondas de choque se movimentam com velocidades maiores em sólidos ultradensos. Deste modo, materiais muito densos, com maiores concentrações de ligações químicas por unidade de volume, ao serem sujeitos ao evento balístico de hipervelocidade podem ser liquefeitos ou vaporizados. Energias envolvidas na quebra das ligações são consumidas de forma térmica elevando a temperatura do sistema. Tanto os projéteis (ou detritos) quanto alvos (ou blindagens) podem ser sujeitos a este tipo de evento (CHRISTIANSEN, 2009).

2.3.3. Equacionamento para testes em hipervelocidade

2.3.3.1. Equações de limite balístico (elb)

As ELBs definem as condições do impacto que resultam em falha das blindagens. São definidas através de parâmetros como tamanho da partícula, densidade da partícula, velocidade de impacto, ângulo de impacto e propriedades mecânicas dos materiais utilizados nas blindagens. As combinações dos resultados dos testes de impactos em altas velocidades são utilizadas pela *NASA* para determinar as ELBs. Algumas ELBs são semiempíricas, combinando resultados dos testes de impacto além de resultados dos modelos analíticos ou simulações numéricas. Dois tipos de ELBs são tipicamente definidos para um sistema de blindagem (CHRISTIANSEN, 2009):

- a) Equações de projeto: São utilizadas para determinar as dimensões do escudo como espessura, densidade real e volume em função do design do impacto cujos parâmetros são diâmetro e densidade do projétil, velocidade e ângulo de impacto e
- b) Equações de desempenho: Essas equações relacionam o tamanho e velocidade das partículas com a falha das blindagens.

2.3.3.2. Equações de projeto para blindagens whipple

Para a compreensão deste modelo, deve-se observar a Figura 2.20 que mostra uma montagem de blindagem do tipo Whipple de 2 camadas, utilizadas para projetos de blindagens. As equações abaixo são frutos de estudos desenvolvidos pela *NASA* e apresentam equações que podem ser utilizadas preliminarmente para o projeto da blindagem Whipple para impactos com detritos espaciais. A *NASA* recomenda análises de suporte posteriores como testes de impactos em hipervelocidade para verificar se a blindagem suporta ou não os níveis de requisitos. A espessura das paredes do amortecedor e da

parede de fundo podem ser determinadas pela Equação 2.4, assumindo a velocidade normal ao plano de impacto $N_v \geq 7$ km/s (CHRISTIANSEN, 2009).

$$t_b = c_b m_p / \rho_b = c_b d \rho_p / \rho_b \quad (2.4)$$

Onde

t_b = espessura da parede amortecedora (cm);

c_b = coeficiente 0.25, quando $S/d < 30$ e $c_b = 0.2$, quando $S/d \geq 30$;

d = diâmetro do projétil (cm);

m_p = densidade real do projétil (g/cm^2);

ρ_p = densidade do projétil (g/cm^3);

ρ_b = densidade da parede amortecedora (g/cm^3) e

S = espaçamento entre a parede amortecedora e a parede de fundo (cm).

O modelo proposto para o equacionamento da parede de fundo, proposto pela NASA é apresentado na Equação 2.5:

$$t_w = c_w \cdot d^{0.5} \cdot (\rho_p \cdot \rho_b)^{1/6} \cdot M_p^{1/3} \cdot V_n / S^{0.5} \cdot (70/\sigma)^{0.5} \quad (2.5)$$

Onde:

t_w = espessura da parede de fundo (cm);

c_w = coeficiente 0.16 [$cm^2 \cdot sec / (g^{2/3} km)$];

d = diâmetro do projétil (cm);

M_p = massa do projétil (g);

ρ_p = densidade do projétil (g/cm³);

ρ_b = densidade da parede amortecedora (g/cm³);

V = Velocidade do projétil (km/s);

V_n = componente da velocidade, normal ao plano de impacto (km/sec);

S = espaçamento entre a parede amortecedora e a parede de fundo (cm) e

σ = tensão de fratura da parede de fundo (ksi).

2.3.3.3. Equações balísticas em função do diâmetro crítico da partícula para blindagem whipple

As equações apresentadas nesta seção definem a capacidade de proteção das blindagens Whipple em função do tamanho crítico de partículas que causam a falha da blindagem (CHRISTIANSEN, 2009). A falha é atingida quando ocorre a completa penetração do projétil no alvo. As equações assumem que a espessura da parede amortecedora é adequada para que ocorra o estilhaçamento do projétil. A Equação 2.6 é satisfeita para valores de velocidade do projétil de até 7 km/s e é dada por:

$$d_c = 3.918 t_w^{2/3} \rho_p^{-1/3} \rho_b^{-1/9} (V \cos \theta)^{-2/3} S^{1/3} (\sigma / 70)^{1/3} \quad (2.6)$$

Onde:

d_c = diâmetro crítico da partícula (cm);

ρ_p = densidade do projétil (g/cm³);

ρ_b = densidade do material da parede amortecedora (g/cm³);

σ = tensão de ruptura da parede de fundo (kgf.cm²);

S = espaçamento entre as paredes (cm);

t_w = espessura da parede de fundo (cm);

θ = ângulo de impacto em relação à normal ao alvo (note que o impacto em $\theta = 0$ grau é normal ao alvo);

V = velocidade do projétil (km/s) e

V_n = componente normal da velocidade do projétil (km/s).

Para velocidades menores que 3 km/s a Equação 2.7 é válida e satisfaz as condições de contorno do sistema.

$$d_c = \left[\left(t_w (\sigma/40)^{0.5} + t_b \right) / \left(0.6 (\cos^{5/3} \theta) \rho_p^{0.5} V^{2/3} \right) \right]^{(18/19)} \quad (2.7)$$

Onde:

d_c = diâmetro crítico do projétil para ocasionar falha da blindagem (cm);

ρ_p = densidade do projétil (g/cm³);

σ = tensão de ruptura da parede traseira (ksi);

t_b = espessura da parede amortecedora (cm);

t_w = espessura da parede de fundo (cm);

θ = ângulo de impacto em relação à normal do alvo (graus);

V = velocidade do projétil (km/s) e

V_n = componente normal ao alvo da velocidade = $V \cos \theta$ (km/sec).

2.4. Propriedades mecânicas e seus efeitos no desempenho na proteção dos satélites

O desempenho das blindagens espaciais é diretamente correlacionado as propriedades mecânicas dos materiais utilizados nos alvos e nos projéteis. Os equacionamentos propostos pela NASA para o projeto das blindagens utilizam como entradas para as funções estas propriedades mecânicas, além das velocidades e ângulos de impacto. A Tabela 2.9 apresenta algumas propriedades mecânicas e seus efeitos no desempenho balístico. A densidade é a propriedade mais importante dos materiais para o alto desempenho em impactos balísticos e influencia o peso do sistema de proteção (RÖSLER, 2007).

Tabela 2.9 – Algumas propriedades mecânicas e seus efeitos no desempenho balístico.

.PROPRIEDADE	EFEITO NO DESEMPENHO
Densidade	Variação de peso do sistema de proteção
Dureza	Variação do dano no projétil (efeito de estilhaçamento)
Módulo de elasticidade	Variação da proteção contra as ondas de choque
Tensão de flexão	Variação da resistência a impactos múltiplos e absorção de energia cinética
Tenacidade à fratura	Variação da resistência a impactos múltiplos e absorção de energia cinética.
Modo de fratura (inter ou intragranular)	Variação da absorção de energia cinética
Tolerância à radiação	Variação da difração de energia eletromagnética

Fonte: Adaptado de Karandikar (2009) e Christiansen (2009).

A tolerância à radiação, principalmente, aquelas ionizantes tem sido considerada também como requisito aos materiais para blindagem em aplicações espaciais. A incidência de radiações altera a estrutura atômica destes materiais e, conseqüentemente, afetam as suas propriedades.

2.5. Processamento das cerâmicas

O processamento das cerâmicas e o controle dos parâmetros dos processos envolvidos são de importância fundamental para a obtenção das propriedades almejadas (RING 1996; REED, 1995; CARTER et al, 2007; RAHAMAN,1995; CHIANG et al.,1995).

2.5.1. Métodos de mistura dos pós precursores

A mistura dos pós componentes é uma etapa importante no processamento dos pós cerâmicos. O método escolhido determina a homogeneidade da dispersão dos pós na microestrutura e conseqüentemente das propriedades das cerâmicas. Deste modo, a mistura deve alterar minimamente a morfologia e o tamanho das partículas.

As misturas realizadas em moinho de bolas rotatório são muito utilizadas para moagem de pós (RING, 1996, GERMAN, 2008; BRISTOT, 1996). Para ter uma maior eficiência de moagem, a quantidade de esferas deve ocupar de 35 a 55 % do volume útil. Considerando-se que o volume real ocupado pelo meio de moagem, a quantidade do meio de moagem a ser colocada no moinho pode ser calculada pela Equação 2.8 (GERMAN, 2008; BRISTOT, 1996):

$$Q = \frac{Vu.d.p.0,60}{100} \quad (2.8)$$

Onde:

Q = quantidade do meio de moagem (kg);

V_u = volume útil do moinho (l); cm^3

d = densidade do meio de moagem (g/cm^3) e

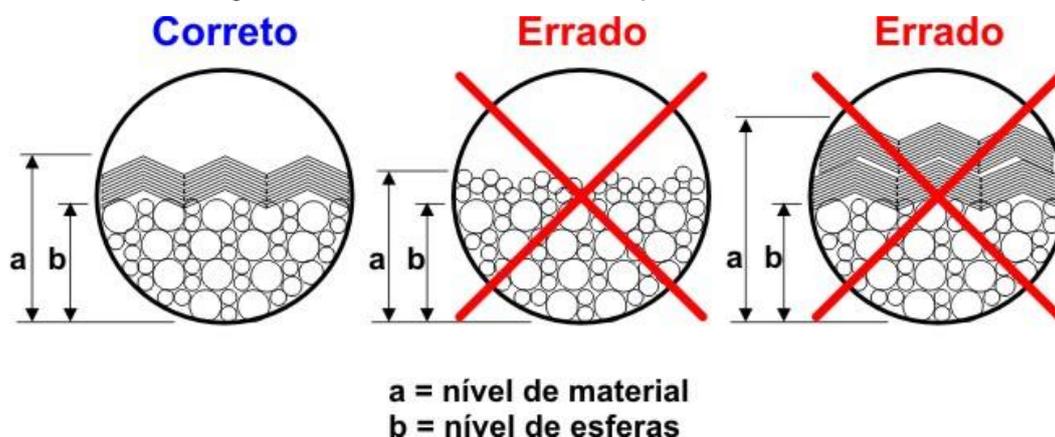
p = porcentagem de ocupação aparente do meio de moagem (%).

Caso o objetivo do processamento é a mistura e não a moagem, a massa de bolas deve ser inferior à estimada pela Equação 2.8. para minimizar a possibilidade de que o material não seja moído. Deste modo é possível estimar uma quantidade mais apropriada de esferas para que a mistura se torne eficiente, mas a moagem não.

Não há uma regra geral sobre a quantidade ótima de produtos misturados e sim indicações gerais. O material a misturar será tal que a barbotina formada cubra ligeiramente as bolas. Uma quantidade menor deixaria as bolas fora da barbotina sofrendo um desgaste desnecessário e alterações na morfologia e tamanho das partículas seriam observados. Um excesso de material retardará demasiadamente o tempo de mistura. Em geral o conteúdo máximo de barbotina deve ser tal que deixe livre 25 % do volume útil do moinho (BRISTOT, 1996).

A Figura 2.25 Apresenta um esquema simples para boas práticas ao preencher o jarro de moagem. Tais práticas podem ser aproveitadas nas técnicas de misturas.

Figura 2.25 - Preenchimento dos jarros de mistura.



Excessos de bolas ou líquidos podem interferir no tamanho das partículas ou na capacidade de desaglomeração do sistema.

Fonte: Bristot (1996).

2.5.2. Quantidade de água e densidade da barbotina

A densidade da barbotina dependerá do peso específico dos materiais a misturar, porém, é ideal que seja a mais alta possível para minimizar os processos de secagem e desperdícios de meios líquidos caros como o álcool etílico. O meio liquefeito deverá ser o mais puro possível (RING, 1996).

2.5.3. Velocidade crítica de mistura

A velocidade crítica de mistura pode ser determinada indiretamente pela velocidade crítica de início da moagem. Para uma mistura eficaz, sem alterações de morfologia e tamanho das partículas do pó, a velocidade de rotação do jarro deve ser ligeiramente menor que a utilizada num processo de cominuição (BRISTOT, 1996).

A velocidade crítica de cominuição é dada pela Equação 2.9:

$$V_c = 423 / (D-d)^{1/2} \quad (2.9)$$

Onde:

D = diâmetro interno do moinho (cm);

d = diâmetro médio das bolas (cm) e

V_c = velocidade crítica (rpm).

2.5.4. Desaglomeração do pó

Nos pós, as partículas com tamanhos na escala nanométrica (nanopartículas) tendem a aglomerar, devido as suas áreas superficiais específicas serem elevadas, originando defeitos oriundos do processamento. A energia de superfície das nanopartículas atrai as partículas vizinhas e forma ligações secundárias fracas com menor energia. A união de muitas dessas nanopartículas por ligações secundárias fracas dá origem aos chamados aglomerados. Outro tipo de partículas que podem estar presentes em pós são os agregados. Neles, ocorrem ligações químicas secundárias fortes, tornando a separação dos nanogrãos muito mais difícil ou até impossível pelos métodos atuais de desaglomeração. Vários métodos distintos foram propostos para desaglomerar e dispersar as partículas das misturas de pós com diferentes granulometrias. Os mais utilizados são métodos químicos que utilizam soluções organometálicas de zircônio sendo transformadas em zircônia (ZrO_2) durante o tratamento térmico. Apesar dos resultados serem satisfatórios, estes métodos são caros devido aos altos custos dos reagentes. Recentemente, PIERRI propôs um método mais barato e simples que a rota química para se obter a homogeneidade da mistura. Neste processo, partículas de alumina comercial foram dispersas em uma suspensão com defloculante PABA (ácido 4-Aminobenzóico) em álcool etílico. Outra suspensão também defloculada com PABA de ZrO_2 nanométrica foi preparada separadamente. Esta foi gotejada na suspensão de alumina. Deste modo, Pierri, conseguiu obter resultados satisfatórios de dispersão (RING, 1996; REED, 1995).

2.5.5. Curvas de defloculação

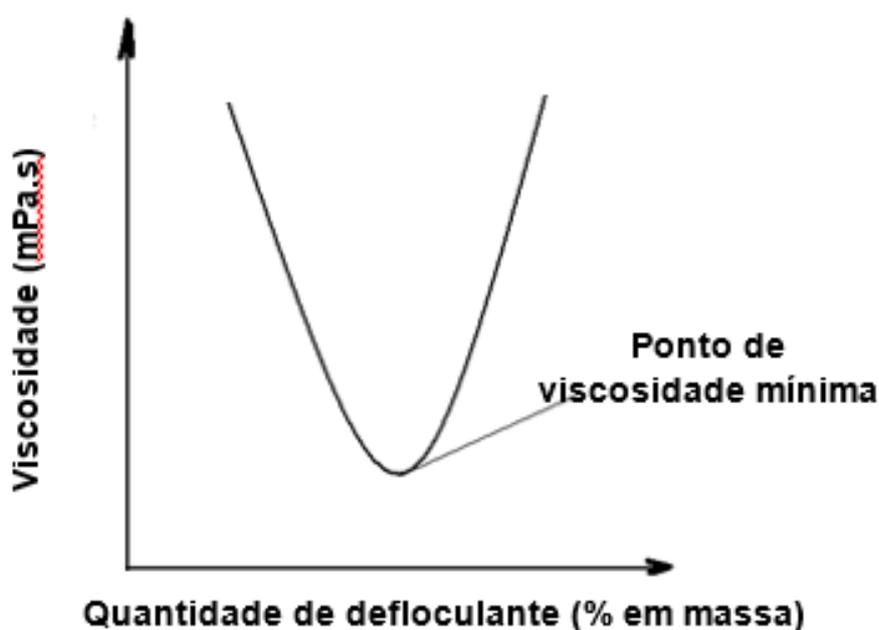
Suspensões cerâmicas são produzidas com o objetivo de obter corpos verdes com menor ocorrência de defeitos de compactação (BERGSTRÖM, 2001; ORTEGA, 1997; OLIVEIRA, 2000). A redução destes defeitos maximiza a propriedade mecânica, pois diminui a quantidade de concentradores de tensão na estrutura. Outro fator benéfico ao sistema é a separação de aglomerados, promovendo uma grande dispersão das partículas no sistema e formando grãos com tamanho médio pequeno dentro da microestrutura do corpo sinterizado. A adição de defloculante auxilia na dispersão das partículas, pois as suas moléculas interagem com a superfície da alumina gerando forças repulsivas entre as partículas e tornando-as suspensas no meio líquido. A adsorção das moléculas do polímero sobre a superfície da partícula leva à estabilização estérica e o resultado é o distanciamento entre as partículas. O aumento das distâncias das partículas diminuem as forças atrativas de Van der Walls. A utilização de sistemas particulados resolve o problema da conformação de peças cerâmicas, porém, esses sistemas apresentam elevada área superficial em relação ao volume. Sendo assim, se tornam suscetíveis a interações entre forças superficiais como a força atrativa de Van der Walls que é a principal causadora a agregação das partículas (OLIVEIRA, 2000). A conformação adotada pelo polímero na interface será determinada primeiramente pela afinidade da ligação polímero-superfície e pela repulsão polímero-polímero.

Em pH ácido a superfície da alumina está positivamente carregada e o mecanismo de estabilização é principalmente eletrostático (BERGSTRÖM, 2001).

A adição de grandes quantidades de defloculante promove a reaglomeração do sistema, pois surgem interações entre os polímeros, principalmente pontes de hidrogênio, acarretando em atração e consequente reaglomeramento. Pós diferentes apresentam granulometrias diferentes com

áreas superficiais diferentes, e logo, torna-se necessário um método eficiente para a obtenção da quantidade ideal de defloculante a ser utilizado. Uma técnica simples e confiável, empregada para se obter essa quantidade é a medida da viscosidade da suspensão em função da massa de defloculante adicionada. A curva normalmente esperada é esquematizada na Figura. 2.26:

Figura 2.26 - Esquematização de uma curva típica de defloculação de partículas de pós.



Fonte: Adaptado de Oliveira (2000).

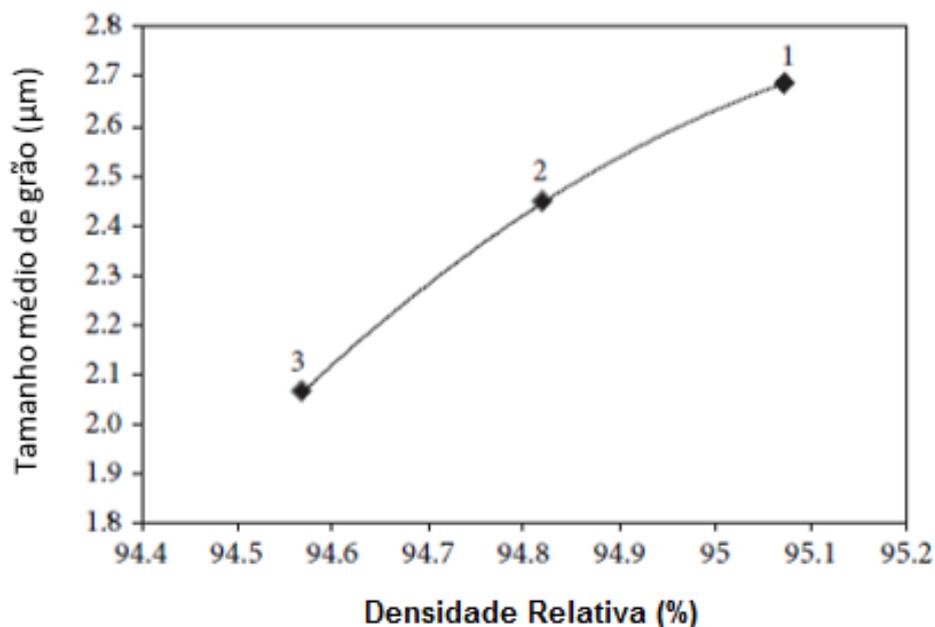
2.6. Aditivos de processamento

2.6.1. Controlador de crescimento de grãos - MgO

O óxido de magnésio, ou magnésia (MgO), é utilizado como aditivo de processo na Alumina (CHIANG et al., 1995; DADKHAH et al., 2014). Em quantidades reduzidas é capaz de conter o crescimento dos grãos devido principalmente à formação de espinélios alumina-magnésia na interface de difusão atômica do sistema. O espinélio atua como barreira física, devido ao tamanho relativamente maior da estrutura, dificultando a difusão atômica entre

os grãos da matriz de alumina. A Figura 2.27 apresenta a influência de pequenas adições do MgO em relação ao tamanho do grão obtido após sinterização de uma alumina (DADKHAH et al., 2014).

Figura 2.27 - Gráfico da densidade relativa vs tamanho médio de grão para uma matriz de alumina dopada com MgO.

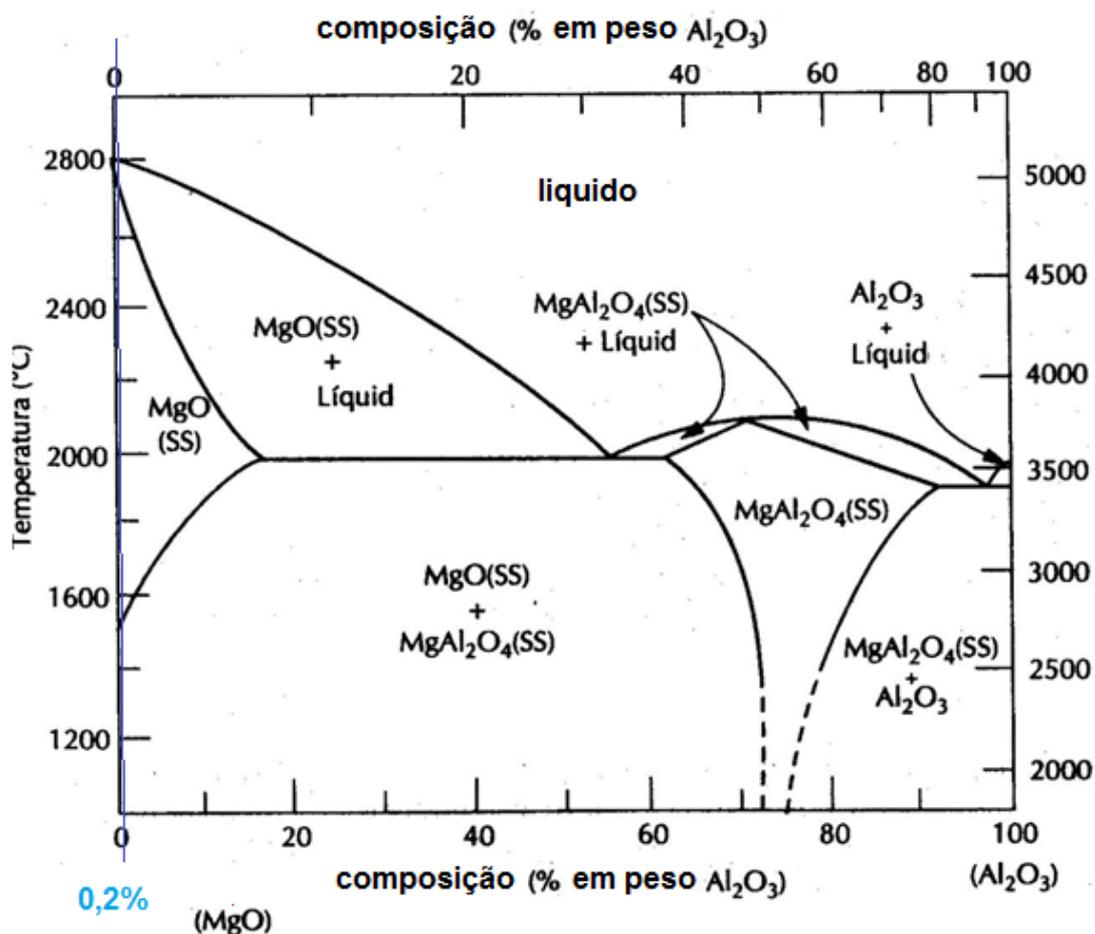


(1) Al_2O_3 sem MgO; (2) Al_2O_3 com 0,1 % de MgO e; (3) Al_2O_3 com 0,5 % de MgO.

Fonte: Dadkhah et al. (2014).

O diagrama de fases do sistema binário alumina-magnésia é apresentado na Figura 2.28. Para pequenas quantidades de magnésio, apenas as fases magnésia e o espinélio estão presentes até temperaturas próximas de 2000 °C. Deste modo, durante uma etapa de sinterização da alumina, nenhuma fase fora as descritas acima deverão estar presentes nos corpos sinterizados.

Figura 2.28 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema binário alumina-magnésia.



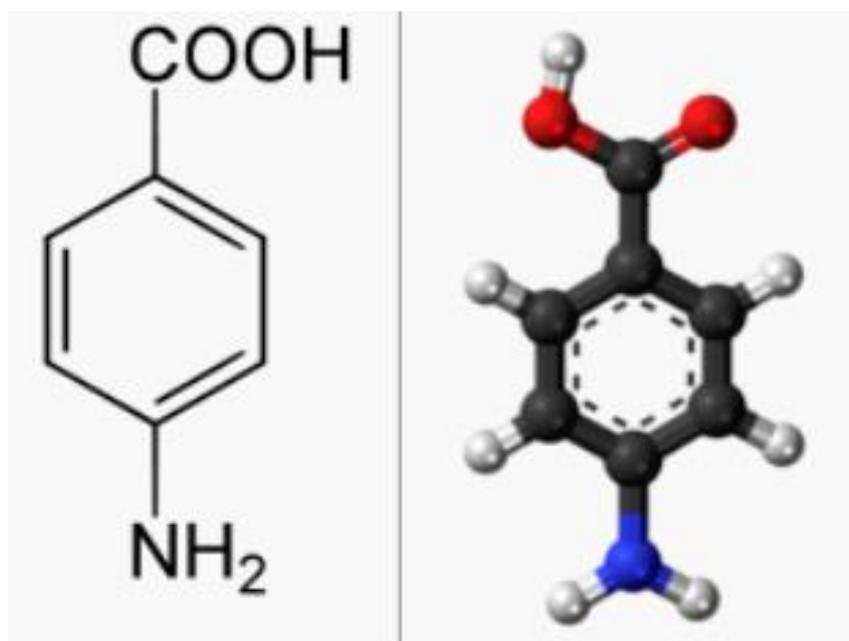
Fonte: Adaptado de Unibar (2016).

2.6.2. DEFLOCULANTE PABA (ÁCIDO 4-AMINOBENZÓICO)

O ácido 4-aminobenzóico ou PABA é um composto orgânico cuja fórmula molecular é $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$. É caracterizado por tratar-se de um pó cristalino de cor branca ou branco-amarelado, inodoro, de sabor amargo e ligeiramente solúvel em água, porém altamente solúvel em álcool etílico. A sua molécula consiste de um anel de benzeno ligado a um grupo amina e a um grupo carboxila. Deste modo o PABA é classificado como um polieletrólito [CRC 1994; PABA 2016]. Moléculas polares como o PABA adsorvem na superfície da alumina, reduzindo seu potencial de superfície e alterando o pH da suspensão,

até um ponto de saturação (SUMITA, 1991; KITAYAMA, 1996). Neste ponto, as moléculas de PABA em solução englobam todas as partículas até atingir o ponto em que permanecem em suspensão (OLIVEIRA, 2000). A molécula de PABA é apresentada na Figura 2.29.

Figura 2.29 - Representações esquemáticas da molécula de PABA (ácido 4-aminobenzóico).

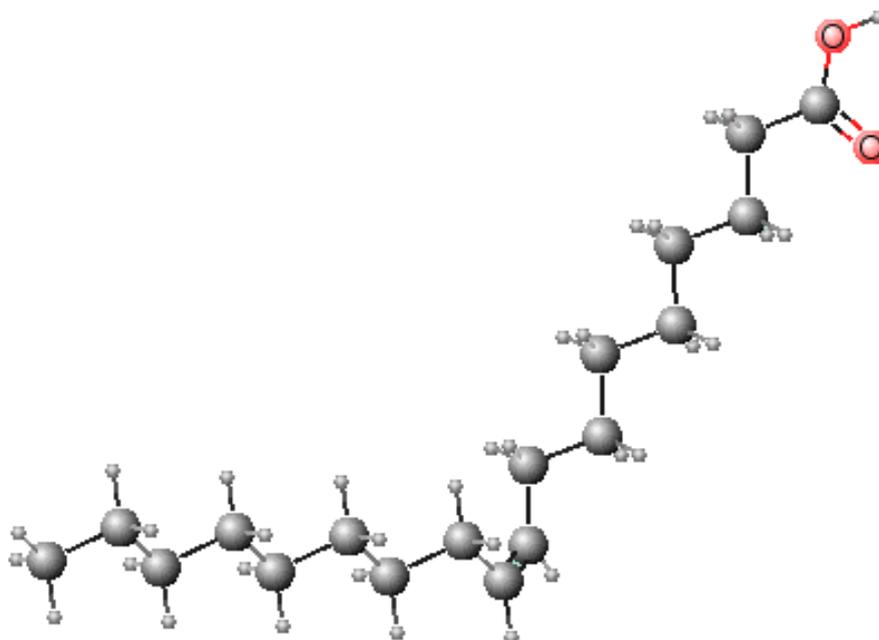


Fonte: Adaptado de Paba (2016).

2.6.3. Ácido oleico

O ácido oleico é uma molécula orgânica alongada cujas extremidades são diferentes. Um dos lados é constituído por carbonos e hidrogênio, ausente de alguma função orgânica. A outra extremidade contém uma função ácido carboxílico. Este tipo de ácido, ao ionizar, libera o íon hidroxônio e consequentemente a ponta da cadeia adquire carga negativa. Deste modo o ácido oleico é pertencente ao grupo dos monoeletrólitos (CRC, 1994; PABA 2016). A molécula de ácido oleico é apresentada na Figura 2.30.

Figura 2.30 - Representação esquemática de uma molécula de ácido oleico



A função ácido carboxílico é apresentada em vermelho.

Fonte: Herbolaria (2015).

2.6.4. O mecanismo de estabilização eletroestérico

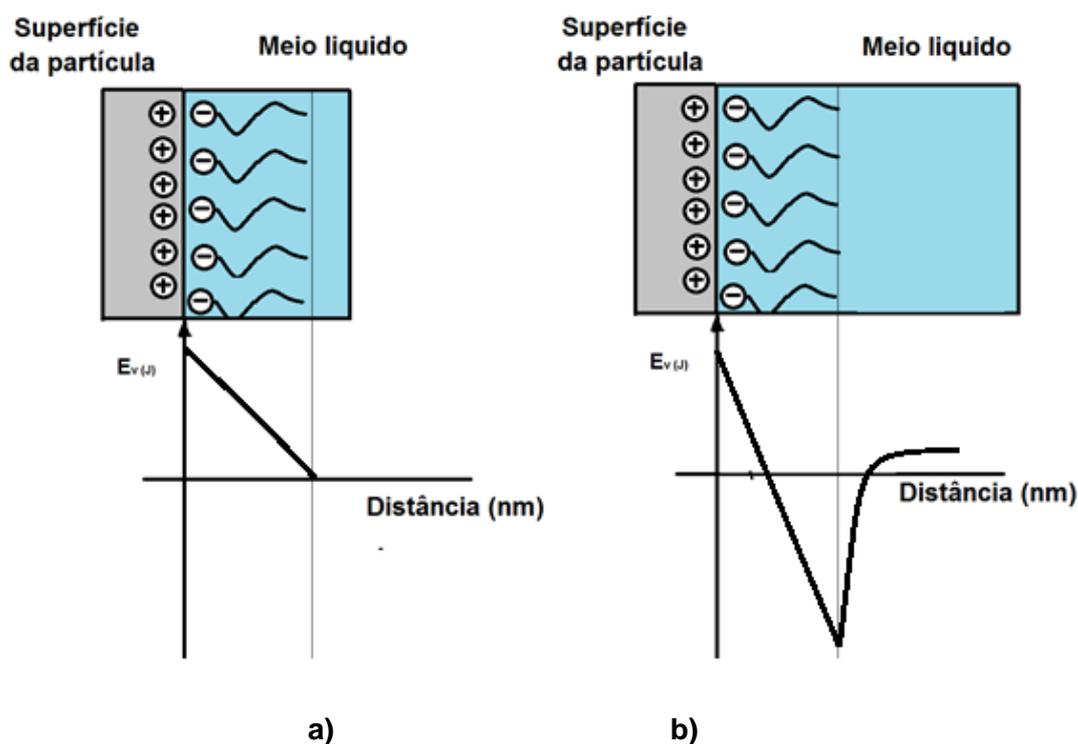
A estabilização eletroestérica é caracterizada pela adsorção à superfície de moléculas com grupos ionizáveis, como por exemplo, citratos, fosfatos, sulfatos, ou moléculas poliméricas, como poliacrilatos e polimetacrilatos, denominados genericamente por polieletrólitos. No caso dos polieletrólitos, o efeito estérico é o mais significativo (Oliveira, 2000). As funções químicas ionizáveis se dissociam em fase líquida e os íons provenientes dessa dissociação somam ao efeito estérico como uma barreira eletrostática. Assim, produzem uma película que impede a aglomeração do sistema pelo aumento da distância mínima de separação entre as partículas. Os polieletrólitos também estabilizam as suspensões pela interação de caráter elétrico repulsivo entre as cadeias.

A interação entre a superfície da partícula e as moléculas portadoras de carga ocorre quando o polieletrólito adsorve na superfície de uma partícula e

altera a energia superficial resultante. Após a adsorção, a carga superficial passa a ser determinada pela soma entre a carga originada pela reação entre a superfície da partícula, o meio e as moléculas adsorvidas. Supondo que a molécula ionizada contenha cargas negativas, a condição de neutralidade da partícula é atingida pela indução de cargas elétricas positivas na superfície da partícula pela reação da superfície com os íons hidrônio presentes no meio líquido.

Este sistema é apresentado na Figura 2.31. Caso o meio esteja com pH negativo. Quando o excesso de cargas negativas ocorre, o meio apresenta uma carga elétrica residual, como demonstrado na Figura (2.31b). A diferença é exatamente o somatório das cargas dos íons H^+ do meio (Oliveira, 2000).

Figura 2.31 - Energia de atração eletrostática entre as moléculas de defloculante e a superfície das partículas.



Onde, (a) Meio sem cargas residuais e (b) meio com cargas residuais
 Fonte: Oliveira (2000).

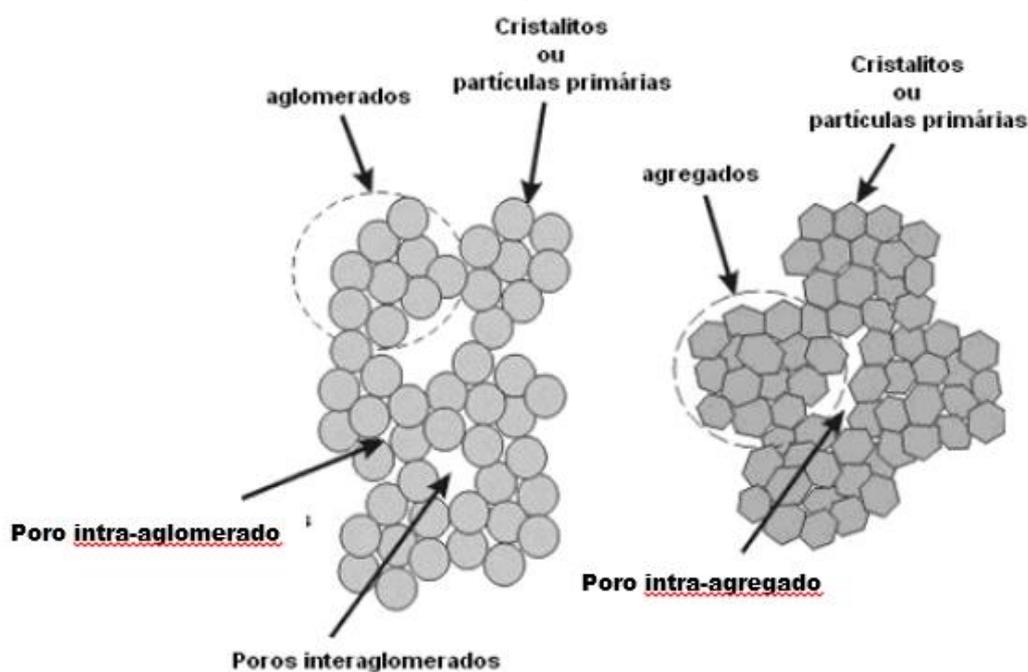
2.7. Conformação por prensagem uniaxial

O processo de compactação dos pós é uma etapa muito importante e consiste na prensagem do pó em um molde, originando um corpo no formato desejado e com resistência suficiente para o manuseio. É necessário que a compactação seja adequada para minimizar os gradientes de densidade, devido às próprias características do processo e ao estado de aglomeração/agregação dos pós.

A compactação é praticada com objetivo de minimizar a distância das partículas do pó. O objetivo é reduzir ao máximo a porosidade residual durante a densificação em altas temperaturas ou sinterização. Caso a pressão de compactação seja demasiadamente baixa, o corpo cerâmico apresenta a densidade final menor que a prevista na teoria. Pressões em excesso podem introduzir defeitos na microestrutura, como planos de cisalhamento e falta de homogeneidade. A prensagem uniaxial é comumente utilizada devido à simplicidade do maquinário e moldes envolvidos no processo. A aplicação da pressão sobre o pó pode ser de caráter uni ou bidirecional. Quanto maiores forem as quantidades de direções que as cargas são aplicadas, melhores serão as compactações e conseqüentemente melhores serão as propriedades mecânicas dos corpos densificados. Caso a pressão aplicada seja unidirecional, causará grande atrito entre o pó e as paredes da matriz, dificultando a movimentação do pó e distribuindo de forma irregular a pressão. Este efeito pode fornecer compactos com densidade não uniforme e, como consequência, introduzir defeitos no compactado. A utilização de matrizes com dupla ação dos pistões de compressão, aplicando uma pressão uniaxial e bidirecional, fornece um compacto com melhor distribuição de densidade. Na dupla ação dos pistões são aplicadas pressões iguais na parte superior e inferior da matriz diminuindo os gradientes de densidade durante a compactação. O uso de lubrificantes diminui as perdas de energia de compactação e facilita a ejeção do corpo cerâmico (MINEIRO, 2007).

Durante a compactação do pó, as amostras formadas resultam em duas diferentes populações de poros: os formados entre os aglomerados no compacto à verde são chamados de poros interaglomerados, enquanto que os espaços internos das partículas unidas são chamados de porosidade intra-aglomerado ou interpartículas, como mostrado na Figura 2.32 (FERKEL, 1999; GROZA, 1999).

Figura 2.32 - Representação esquemática dos tipo de defeitos gerados na prensagem uniaxial.



Fonte: Adaptado de FerkeL (1999) e Groza (1999).

2.8. Conformação por prensagem isostática

A etapa da prensagem isostática objetiva um compacto de alta uniformidade. O pó pode ser previamente conformado por diversas técnicas para conferir a forma da peça, com resistência mecânica adequada ao manuseio. A técnica mais corriqueiramente utilizada para obtenção de corpos de provas é a prensagem uniaxial. A compactação isostática acontece dentro de um vaso de pressão, sendo que o compacto encapsulado fica imerso em

um fluido. Como a pressão é distribuída uniformemente por toda a superfície do compacto, o gradiente de pressão é quase que totalmente eliminado, resultando numa alta densidade e homogeneidade do corpo cerâmico. A incorporação de lubrificante ao pó minimiza os efeitos devido ao atrito entre partículas, provocado por seus movimentos relativos, facilitando o seu deslizamento e rearranjo durante a prensagem (MINEIRO, 2007).

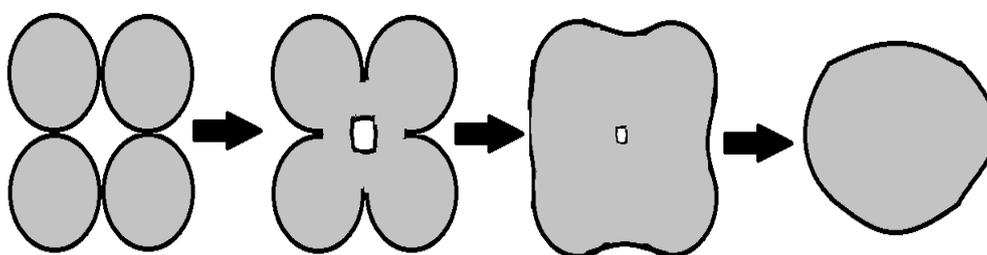
2.9. Processo de sinterização

A sinterização é um tratamento térmico que objetiva a densificação de um dado corpo constituído de pós. Os pós são submetidos a temperaturas abaixo de sua temperatura de fusão até suas partículas aderirem umas às outras pelo fenômeno conhecido como empescoamento. Este fenômeno acarreta uma mudança na microestrutura desse material por meio de um ou mais mecanismos de transporte, que podem ser concorrentes ou consecutivos. Três fases distintas são observadas no processo de sinterização de sistemas unários. A primeira fase é a de sinterização via estado sólido, seguida da sinterização via estado líquido e da sinterização via estado vaporizado. Na maioria dos sistemas cerâmicos é utilizada apenas a sinterização pelo estado sólido devido à economia de energia utilizada pelo processo.

Na sinterização via estado sólido ocorrem reações que são termicamente ativadas somente entre as partículas em contato. A temperatura, o tamanho de partícula e a área de contato entre elas são fatores que influenciam diretamente a taxa de difusão atômica entre as partículas. Em geral as reações no estado sólido envolvem três processos subsequentes: o transporte de (íons) e a própria reação entre os componentes em contato e o transporte dos produtos das reações. Esse transporte de matéria leva o sistema à densificação e contração volumétrica preenchendo a região de contato interpartículas. A densificação máxima do material é atingida pela mudança na forma dos grãos constituintes. A força motriz fator do processo de sinterização é a redução da energia livre de superfície do sistema. Este estado

de menor energia é assistido por uma redução nas áreas das superfícies e interfaces dos pós compactados. A densificação ocorre através da conversão da maioria de pequenas partículas para uma menor quantidade de partículas maiores, envolvendo crescimento de grão e a substituição das interfaces gás-sólido por interfaces sólido-sólido de menor energia (CHIANG et al., 1995). A Figura 2.33 abaixo exemplifica o processo de densificação de um corpo cerâmico submetido ao tratamento térmico de sinterização.

Figura 2.33 - Representação esquemática do processo de densificação de um sistema cerâmico monocomponente.

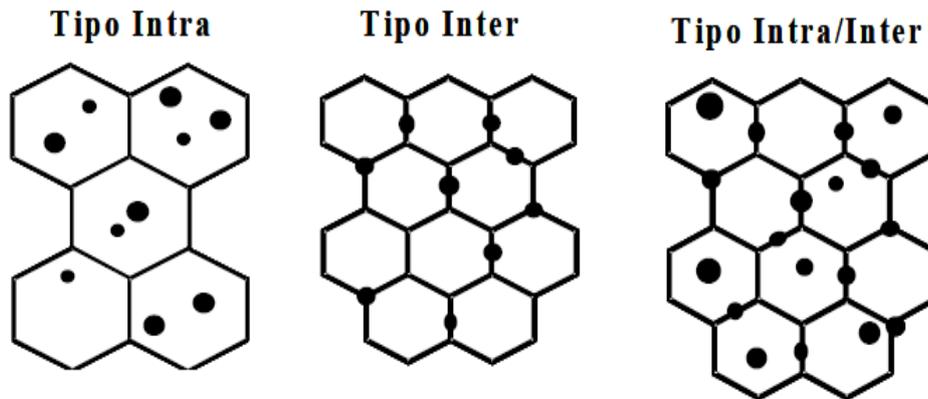


Fonte: Adaptado de Chiang et al. (1995).

2.10. Microestrutura micro e nanoestruturada

Com o aumento da capacidade de ampliação das imagens, através do desenvolvimento de microscópios eletrônicos mais sensíveis, foi possível a observação mais detalhada da microestrutura. Com a capacidade de aumento maximizada foi observado que materiais cerâmicos densos que são frutos da mistura de pós micrométricos e nanométricos também apresentam nanoestruturas. Grãos formados pelos aglomerados de nanopartículas foram observados nesse tipo de sistema. Porosidades e inclusões intragranulares são observadas, além das inclusões e porosidades do tipo intergranular, que já são bem conhecidas e estudadas. Compósitos formados por partículas micrométricas e nanométricas normalmente apresentam os dois tipos de defeitos sendo classificados como intra/intergranular, conforme a Figura. 2.34 (PALMERO, 2015; STERNITZKE, 1997).

Figura 2.34 - Representação esquemática dos tipos de defeitos comumente observados num sistema de partículas com tamanhos nano-micro.



Fonte: Adaptado de Sternitzke (1997).

O tamanho reduzido das partículas de uma cerâmica sinterizada promove o aumento da fração volumétrica dos contornos de grãos no sistema policristalino. Em geral, nas matrizes de alumina tenacificadas com zircônia, as trincas são preferencialmente conduzidas pelos contornos (quando são pequenos). Deste modo, o caminho médio percorrido pela trinca tende a aumentar com a diminuição do tamanho médio dos grãos da matriz (MORRIS, 2016; ARZT, 1998). Hall e Petch investigaram a correlação entre o tamanho dos grãos em função da tensão de fratura e uma expressão foi formulada para correlacionar os valores como apresentado na Equação 2.10 (MORRIS, 2016):

$$\sigma_f = \sigma_o + k_1 \cdot d^{1/2} \quad (2.10)$$

onde:

σ_f = tensão de fratura (MPa);

σ_o = tensão de fratura de corpos com grãos extremamente grandes;

k_1 = constante relacionada à textura dos cristais e à concentração de solutos e

d = tamanho médio dos grãos na microestrutura.

2.11. Propriedades mecânicas e ensaios

2.11.1. Dureza

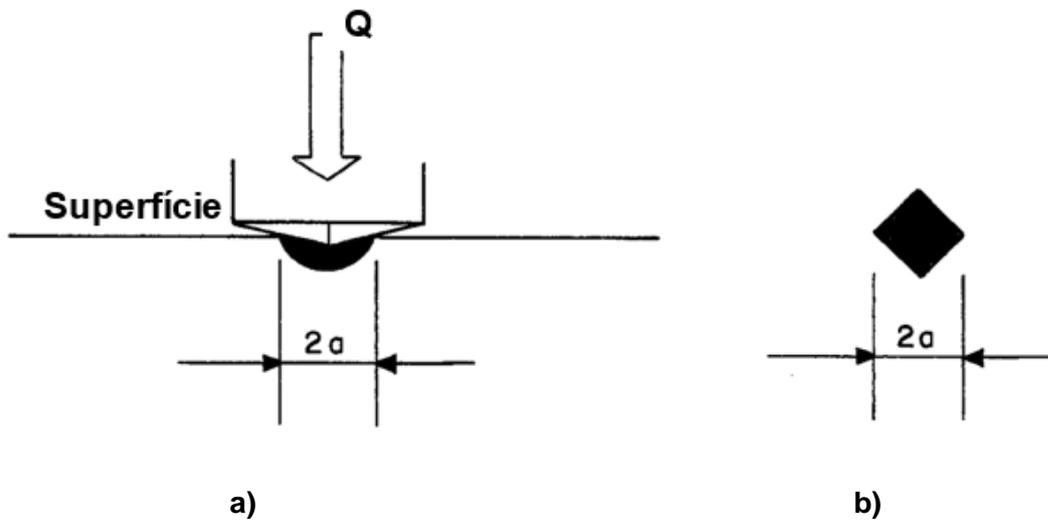
A dureza é uma propriedade que relaciona diretamente a resistência à deformação (ASHBY, 2007; WACHTMAN, 2009). Tanto em materiais dúcteis quanto materiais frágeis a dureza está intimamente relacionada à capacidade de proteção em eventos balísticos. Em materiais cerâmicos o mesmo conceito é aplicado.

A dureza está intimamente ligada a capacidade de estilhaçamento dos projéteis. Quanto mais duro for o material do alvo em relação ao material do projétil, maiores serão os danos ao projétil e maior será a capacidade de contenção da energia cinética pelas camadas posteriores. A dureza também é parâmetro para algumas formulações de cálculo da tenacidade à fratura. Quanto maior for a dureza maior é a tenacidade à fratura e conseqüentemente a capacidade de absorção de energia cinética do evento balístico (STEMBERG, 1989).

A determinação da dureza pode ser feita através da medida da resistência do material de teste à penetração de uma ponta de diamante. Tanto a carga aplicada quanto a geometria da ponta penetradora são variáveis utilizadas nos cálculos da dureza. Dentre os modelos propostos, o ensaio de penetração Vickers é muito utilizado devido à simplicidade do seu equacionamento (PIORINO, 1990).

O esquema do ensaio de dureza é mostrado na Figura 2.35.

Figura 2.35 - Representação esquemática do ensaio de dureza



Onde a) a marca sendo executada e b) marca deixada no corpo de testes
Fonte: Adaptado de Piorino (1990).

A expressão que calcula a dureza Vickers é apresentada na equação 2.11.

$$H_v = \frac{2Q \operatorname{sen}\Theta/2}{a^2} \quad (2.11)$$

Onde:

H_v = dureza Vickers (GPa);

Q = carga aplicada pelo penetrador (kgf);

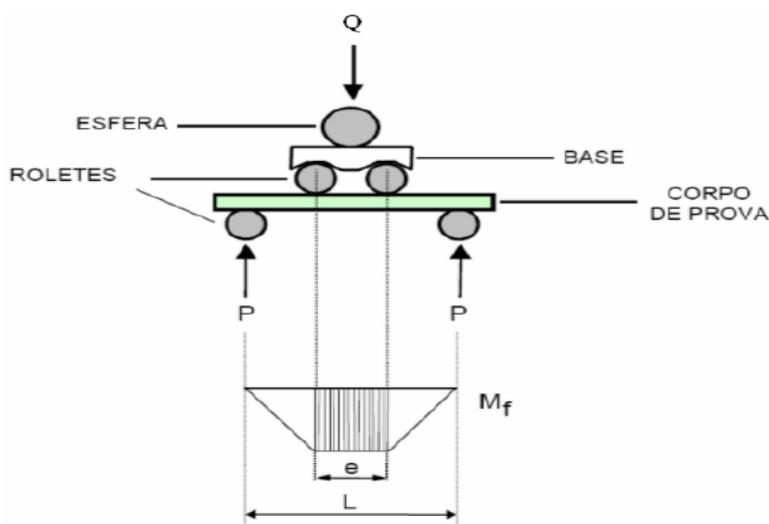
Θ = ângulo de inclinação do penetrador e

a = comprimento médio da diagonal da impressão (m)

2.11.2. Tensão de fratura

A resistência à ruptura reflete a capacidade de um material suportar carregamentos mecânicos. Quanto maior for esta propriedade, mais resistente é o material ao impacto balístico e maior é a capacidade do material de absorver parte da energia do impacto. Para a determinação desta propriedade são utilizados ensaios de resistência à flexão devido a sua simplicidade e ao grande número de informações que podem ser obtidas. A tensão de ruptura, o módulo elástico e tenacidade à fratura podem ser estimados com este tipo de ensaio. Para o estudo de materiais cerâmicos é recomendado a utilização do ensaio de resistência à flexão em quatro pontos. Neste ensaio o corpo de prova é apoiado entre dois roletes e a carga é aplicada através de outros dois roletes permitindo que um volume maior do corpo seja submetido ao carregamento máximo. Deste modo uma região maior é solicitada aumentando a confiabilidade dos dados. A Figura 2.36 apresenta um desenho esquemático da montagem para ensaio de flexão em quatro pontos, mostrando também a distribuição das tensões mecânicas ao longo do corpo de prova (ASHBY, 2007; WACHTMAN, 2009; PIORINO, 1990).

Figura 2.36 - Representação esquemática do modo de carregamento em um ensaio de flexão em 4 pontos.



Fonte: Mineiro (2007).

A tensão de fratura, em flexão em 4 pontos, é calculada através da Equação 2.12:

$$\sigma = \frac{3Q}{2bh^2}(L - e) \quad (2.12)$$

Onde:

σ = tensão de flexão (MPa);

Q_3 = carga aplicada (kgf);

b = largura do corpo de prova (mm);

h = espessura do corpo de prova (mm);

L = espaçamento dos apoios (mm) e

e = espaçamento dos pontos de aplicação da carga (mm).

2.11.3. Análise estatística de weibull

Devido à grande quantidade de defeitos provenientes das etapas de processamentos dos pós, foi necessária a introdução de ferramentas de análises de estatísticas para quantificar a qualidade dos corpos sinterizados obtidos após os processamentos. A etapa de compactação é vista como crítica, pois é a etapa de maior chance de ocorrerem defeitos de empacotamento. Várias ferramentas foram propostas para colher e tratar os dados estatísticos nos materiais cerâmicos; Dentre elas, uma das mais utilizadas devido principalmente a sua simplicidade é a estatística de Weibull. Esta ferramenta tem se mostrado bastante adequada e sua utilização já é bastante difundida no campo da pesquisa de materiais. Weibull propôs a Equação 2.13 para a probabilidade de fratura acumulativa, considerando os volumes das amostras constantes (COUTO, 2010; PIORINO, 1990).

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_o}\right)^m} \quad (2.13)$$

Onde:

P = probabilidade da fratura;

m = módulo de Weibull;

σ = tensão de ruptura do material;

σ_o = parâmetro de ajuste e

σ_u = tensão abaixo da qual a probabilidade de fratura é zero.

As constantes m , σ_o e σ_u são conhecidas como parâmetros de Weibull. A determinação destes parâmetros é feita considerando primeiramente $\sigma_u = 0$ e depois linearizando a expressão de forma a transformá-la na equação de uma reta segundo um sistema de eixos $\ln[\ln(1/(1-P))] \times \ln \sigma$. Assim, a Equação 2.14 permite o cálculo do módulo de Weibull. O estimador foi proposto por Bergman (1984).

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-P} \right) \right] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_o \quad (2.14)$$

Onde:

P = probabilidade da fratura;

m = módulo de Weibull;

σ = tensão de ruptura do material e

σ_o = parâmetro de ajuste.

2.11.4. Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade é a medida do material à deformação elástica. Materiais com valor baixo módulo elástico tendem a fletir mais em ensaios de flexão que materiais com valor alto módulo. Esta propriedade é calculada através da Lei de Hooke. Hooke observou que para deformações pequenas, a flecha de deformação cresce em proporção ao aumento da tensão. A Lei de Hooke é apresentada na Equação 2.15 (ASHBY, 2007; WACHTMAN, 2009):

$$\sigma = E\varepsilon \quad (2.15)$$

Onde:

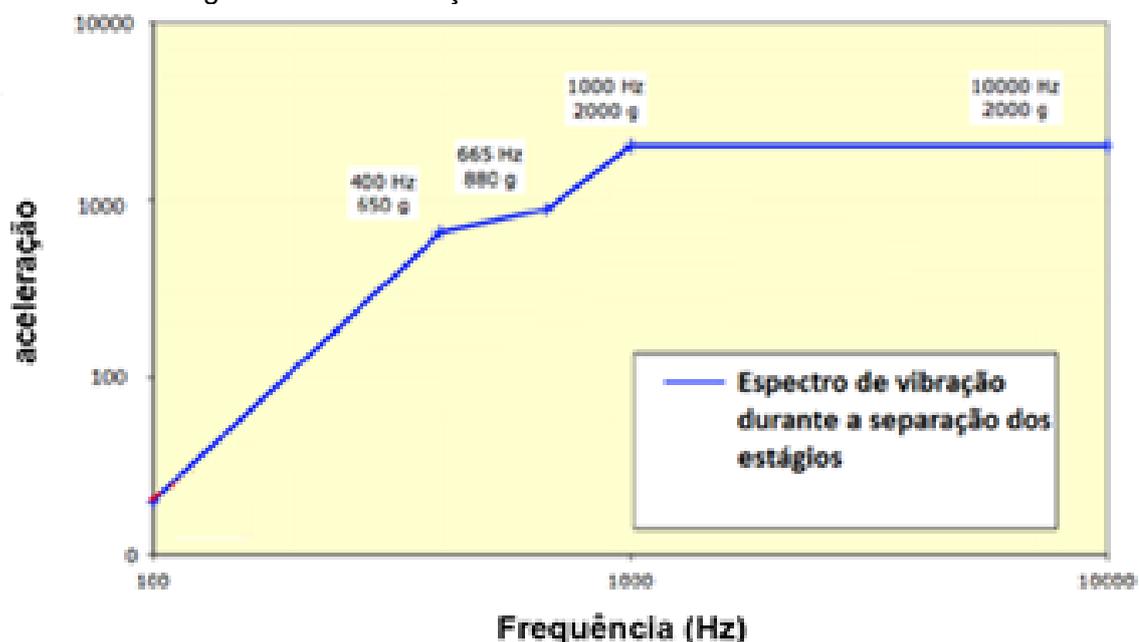
σ = tensão aplicada (MPa);

E = módulo de elasticidade (MPa) e

ε = comprimento da deformação (mm/mm).

O módulo de elasticidade também influencia diretamente a frequência natural de vibração das estruturas. Materiais com valores de módulo de elasticidade maiores vibram em frequências maiores, conhecidas como frequências naturais. Em sistemas espaciais a frequência natural tem grande importância durante o lançamento. Uma faixa de vibração especificada é atingida durante o lançamento e todos os materiais utilizados devem ter sua frequência natural de vibração fora desta faixa. Esta faixa de frequência é característica do veículo lançador, como mostrado na Figura 2.37 para o Ariane 5 (ARIANE5, 2016).

Figura 2.37 - Espectro de vibrações durante o lançamento e as separações dos estágios do veículo lançador Ariane 5.



Fonte: Adaptado de Ariane5 (2016).

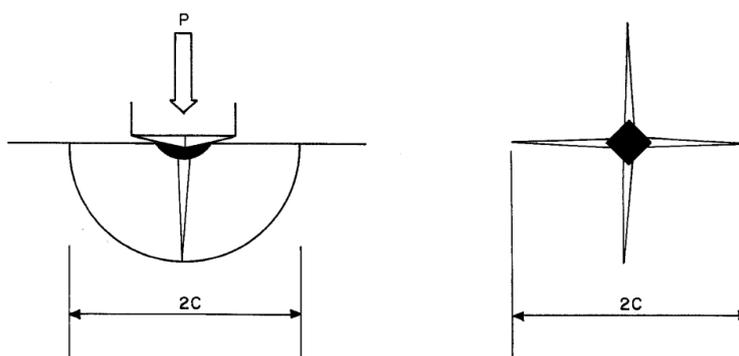
2.11.5. Tenacidade à fratura por penetração vickers

A tenacidade é uma medida da habilidade de um material em absorver energia até a sua fratura. Os fatores determinantes para definir esta propriedade são a forma do corpo de prova, o tempo e a maneira com que a carga é aplicada. Para uma elevada taxa de deformação e a presença de um entalhe no corpo de prova, a tenacidade ao entalhe é verificada com o uso de um ensaio de impacto. A tenacidade à fratura é também uma propriedade indicativa da resistência do material a fratura quando este possuir uma trinca. Uma medição confiável de tenacidade à fratura é um pré-requisito para o projeto de componentes estruturais com base nos princípios da Mecânica da Fratura. Para situações onde o processo é estático a tenacidade pode ser avaliada a partir dos resultados de um ensaio tração-deformação em tração. Ela representa a área sob a curva obtida até o ponto de fratura. Esta propriedade é desejável para peças sujeitas a choque e impactos como cerâmicas balísticas, engrenagens e correntes (RÖSLER 2007; Da SILVA et al 2014; CALLISTER 2002; ASHBY, 2007).

Uma grande variedade de ensaios foram propostos para se estimar a tenacidade à fratura. A maioria necessita de um corpo de provas com entalhes elaborados e complexos de serem feitos. No entanto, alguns ensaios propostos utilizam a marca deixada por uma indentação produzida durante o ensaio de penetração de uma ponta de diamante com geometria conhecida. Dentre as técnicas a impressão Vickers é um método utilizado para a determinação da tenacidade à fratura em materiais frágeis. (ASHBY, 2007; STEVENS, 1984; WACHTMAN, 2009; PIORINO, 1990; ANSTIS, et al., 1981; EVANS et al 1976).

Neste ensaio, um penetrador Vickers é utilizado para produzir uma impressão na superfície da cerâmica com trincas radiais, como mostrado na Figura 2.38.

Figura 2.38 - Desenho esquemático das microtrincas radiais originadas na superfície de uma cerâmica resultantes da impressão Vickers.



Fonte: Adaptado de Evans et al. (1976) e Anstis et al. (1981)

Para o cálculo da tenacidade à fratura (K_{1c}), o valor médio do comprimento das duas trincas radiais que se originam do vértice da diagonal de cada impressão Vickers é determinado de acordo com a Equação 2.16:

$$K_{1c} = \frac{0.0726 \times Q}{c^{3/2}} \quad (2.16)$$

Onde:

K_{1C} = tenacidade à fratura (MPa. m^{1/2});

Q_4 = carga aplicada (kgf) e

c = metade do comprimento da trinca provocada pela penetração (mm).

Outros autores propuseram expressões para a obtenção dos valores calculados de tenacidade à fratura. A Equação 2.17 foi desenvolvida por Evans e Charles (EVANS et al., 1976) e é dada por:

$$K_{1C} = 0,036 E^{0,4} Q^{0,6} a^{-0,7} (c/a)^{-1,5} \quad \text{para } c/a > 2,5 \quad (2.17)$$

Onde:

E = Módulo de elasticidade (MPa/mm);

a = tamanho da marca impressa (m);

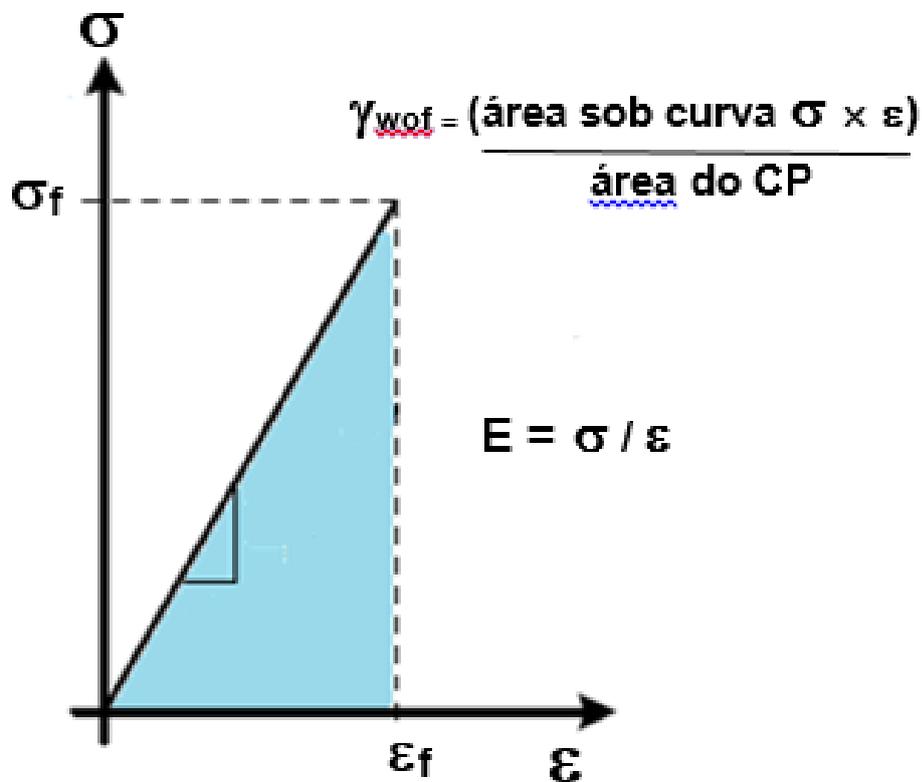
c = tamanho da trinca aberta (m) e

Q = Força aplicada pela ponta Vickers (kgf).

2.11.6. Energia de fratura

A área sob a curva tensão x deformação (G_f) representa a energia de fratura específica. Essa é a energia necessária para que seja criada uma fissura completa de área unitária. Diversos métodos de ensaio podem ser empregados para a determinação da energia de fratura. O método depende do modo de fratura que se deseja analisar. Para o denominado modo I ou modo de abertura, pode-se adotar o ensaio de tração simples. Entretanto, um ensaio mais fácil de ser realizado é o de flexão de uma viga biapoiada. Na Figura 2.39 é apresentada uma curva típica de ensaio de flexão para materiais cerâmicos (CALLISTER, 2002; ASHBY, 2007; BRADT et al., 2005).

Figura 2.39 - Curva típica de tensão × deformação de materiais cerâmicos.

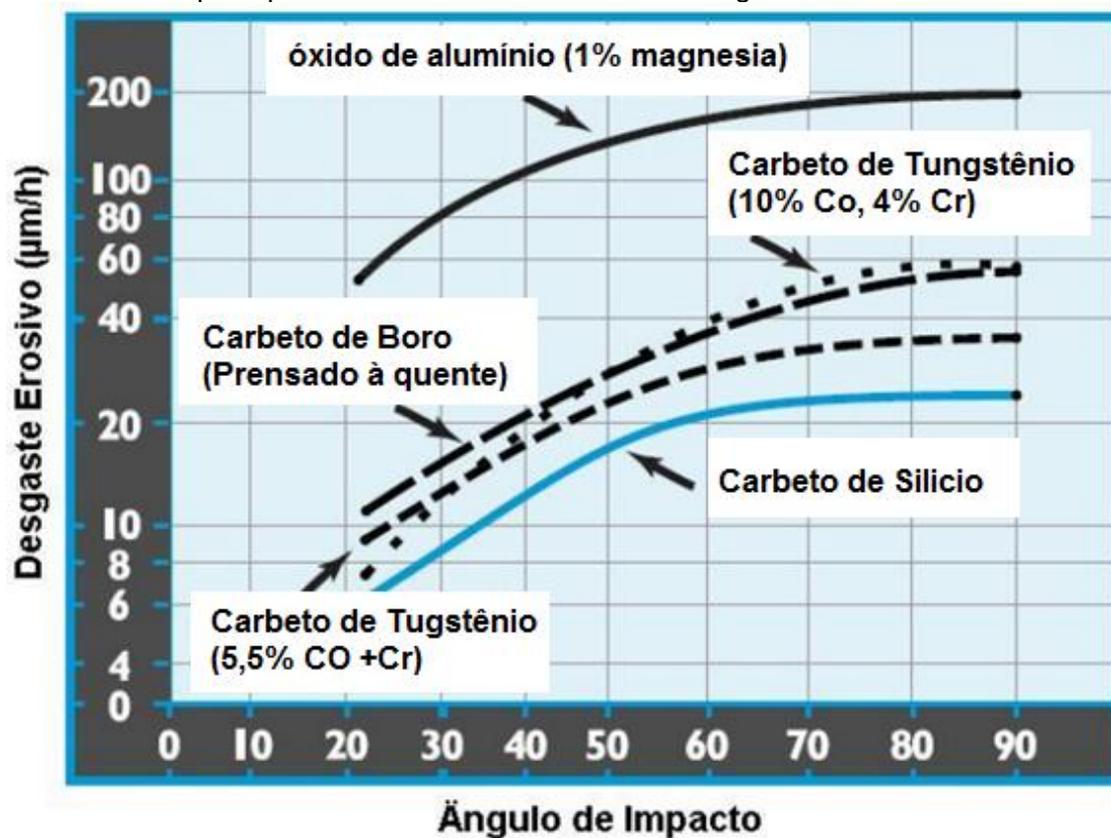


Fonte: Adaptada de Callister (2002).

2.11.7. Resistência ao desgaste mecânico

O material a ser utilizado em uma blindagem espacial necessita ser resistente ao desgaste mecânico. O motivo é a grande quantidade de detritos microparticulados provenientes da oxidação dos combustíveis sólidos utilizados pelos lançadores. Com o comportamento similar a um jateamento com areia, a nuvem de detritos microparticulados promove o desgaste das estruturas externas dos satélites como carcaças, antenas e painéis solares. Na Figura 2.40 são apresentadas curvas comparativas de resistência à erosão das principais cerâmicas balísticas. Dentre os materiais utilizados, o Carbetto de silício apresenta a melhor propriedade, seguido do carbetto de boro e da alumina (CHRISTIANSEN, 2009).

Figura 2.40 - Curvas de desgaste por erosão em função do ângulo de impacto para as principais cerâmicas usadas como blindagem balística.



Fonte: Adaptado de Tungstek (2016).

3 MATERIAIS E METODOLOGIA

O trabalho experimental foi desenvolvido no INPE e no AMR-DCTA. As infraestruturas disponíveis nestas duas Instituições propiciaram a execução deste trabalho. Os parâmetros de processamento das cerâmicas produzidas neste trabalho foram baseados em dados experimentais obtidos para a alumina α , OP 1000, produzida pela Alcan e estudada por Inácio e Couto. (INACIO, 2010 e Couto, 2010). Este pó apresenta características semelhantes ao pó de alumina α CT 3000 SG, produzida pela Almatis, utilizado nos experimentos desta obra.

A mistura com 81,5 % em massa de alumina α e 18,5 % de zircônia 3Y-TZP foi selecionada, pois é a composição que melhor satisfaz os requisitos de compósito cerâmico para a aplicação objetivo deste trabalho, conforme demonstrado por Couto, Silva e Nono (COUTO, 2005; SILVA, 2014; NONO, 2014). As misturas dos pós de alumina e de zircônia foram feitas utilizando três rotas de misturas, visando um estudo comparativo. Foram estudados os pós das matérias primas como recebidos, obtidos a partir suspensões defloculadas da alumina CT 3000 SG e da zircônia 3Y-TZP, da mistura alumina-zircônia como recebido (via úmida); mistura alumina+zircônia defloculada e também a mistura das suspensões defloculadas (mistura via dispersa), orientada pelo procedimento desenvolvido por (PIERRI 2005; PIERRI 2008). No entanto, os parâmetros de processo que serão utilizados neste trabalho foram obtidos em trabalhos anteriores (SILVA, 2014; NONO, 2014) e ajustados para a alumina utilizada neste trabalho. Em todas estas composições, exceto aquelas com zircônia 100 %, foi adicionado MgO para atuar como inibidor de crescimento de grãos da alumina.

Neste trabalho, foi utilizada apenas a mistura dos pós com o objetivo de desaglomerar (destruir aglomerados). Não foi utilizada a técnica convencional que consiste na mistura/moagem, que promove a mistura, mas pode alterar as

distribuições granulométricas dos pós com a destruição também de agregados, além do risco de contaminação química do pó.

Os pós e as suas misturas foram caracterizados por MEV (microscopia eletrônica de varredura de alta resolução ou FESEM - *Field emission scanning electronic microscopy*), EDX (espectroscopia por espalhamento de raios X) e difratometria de raios X (DRX).

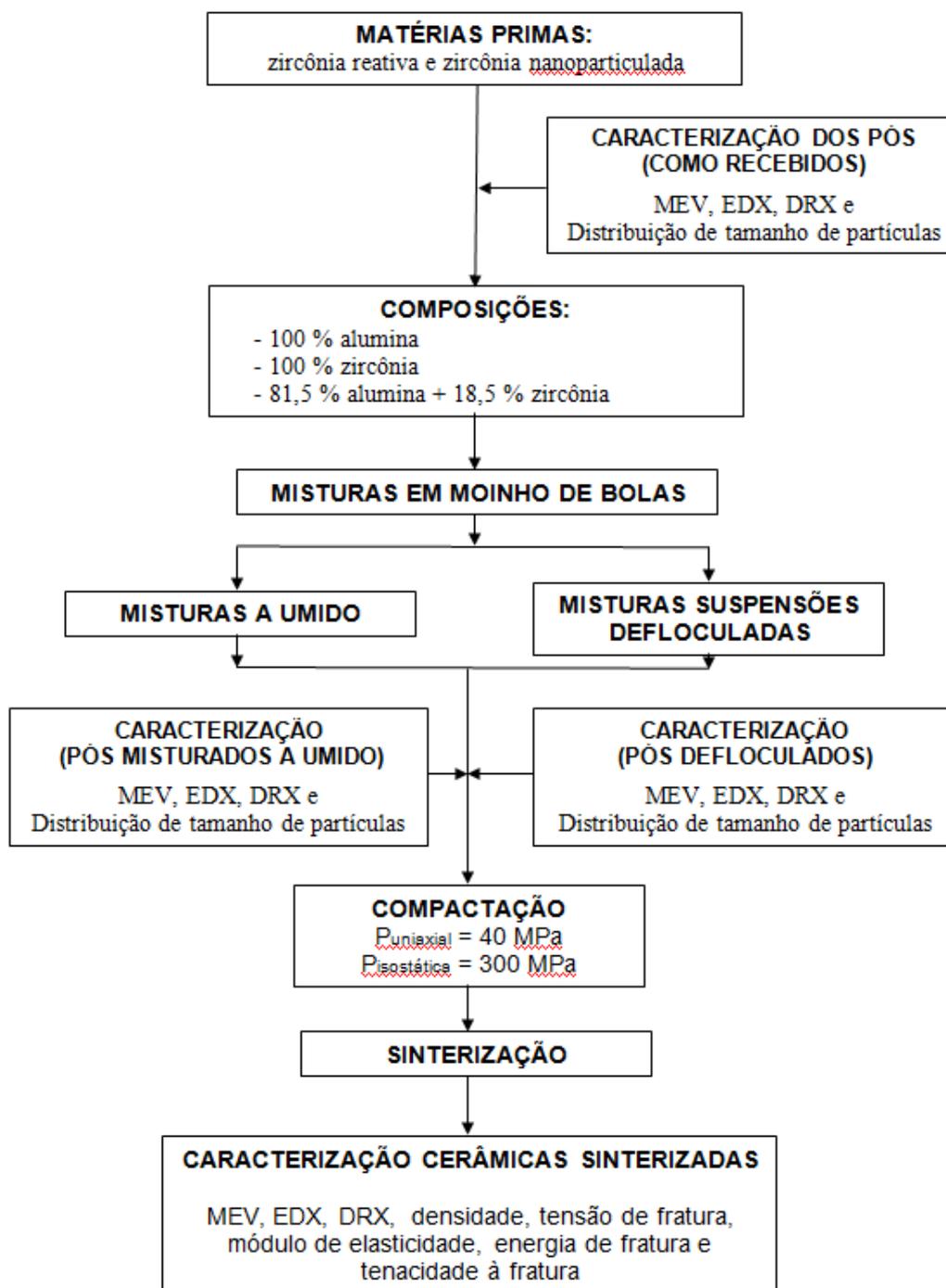
Os pós foram conformados por prensagem uniaxial e isostática. As temperaturas de sinterização de cada composição foram determinadas considerando informações fornecidas pelos fabricantes dos pós e resultados obtidos por outros autores para os mesmos materiais (TONELLO, 2013; BRANDES et al., 2014).

As cerâmicas de alumina, de zircônia e dos compósitos cerâmicos foram caracterizadas por MEV, EDX e DRX. As cerâmicas foram submetidas ao ensaio de flexão em 4 pontos, teste de dureza por penetração Vickers e tenacidade à fratura por penetração Vickers.

No ensaio de flexão em 4 pontos foram obtidas curvas de tensão \times deformação utilizadas para a determinação da tensão de fratura, módulo de elasticidade e energia de fratura. Os valores de energia de fratura média, obtidos pelo uso das curvas de tensão \times deformação, foram utilizados para comparação com energia média de um detrito espacial para a análise de impactos destes objetos.

O fluxograma experimental do trabalho é apresentado na Figura 3.1.

Figura 3.1 - Fluxograma experimental do processo de obtenção dos corpos cerâmicos.



Fonte: Produção do autor

3.1. Materiais

Os materiais que foram utilizados neste trabalho são:

- Alumina alfa reativa CT 3000 SG, fabricada pela Almatís, Alemanha;
- Zircônia Y-TZP nanoparticulada, do tipo Nano-zirconic powder ZS-1, fabricada pela Shandong Zhongshun Sci. & Tech. Devel. Co. Ltd., China;
- PABA (ácido 4-amino benzoico), fabricado pela Sigma-Aldrich;
- Álcool etílico, fabricado pela LabSynth Produtos Laboratórios Ltda;
- Nitrato de magnésio hexahidratado, fabricado pela LAFAN Química Fina Ltda;
- Ácido oleico, fabricado pela LabSynth Produtos para Laboratórios Ltda.
- Álcool polivinílico, fabricado pela LabSynth Produtos Laboratórios Ltda.

3.1.1. Descrição da alumina α reativa

O pó de alumina utilizado neste trabalho, do tipo CT 3000 SG e fabricado pela Almatís (Alemanha), foi obtido via processo Bayer, calcinado para transformação na fase cristalina α e posteriormente moído. Este material possui pureza química de 99,9 % em massa e concentração baixa de Na_2O , conforme a Tabela 3.1. Este óxido, quando em quantidade maior, promove o crescimento de grãos alongados nas cerâmicas de alumina.

Tabela 3.1 Análise química típica das impurezas presentes no pó alumina α CT 3000 SG, conforme informada pelo fabricante.

COMPONENTE QUÍMICO	QUANTIDADE (% em massa)
Na₂O	0,08
Fe₂O₃	0,02
SiO₂	0,03
CaO	0,02
MgO	0,07

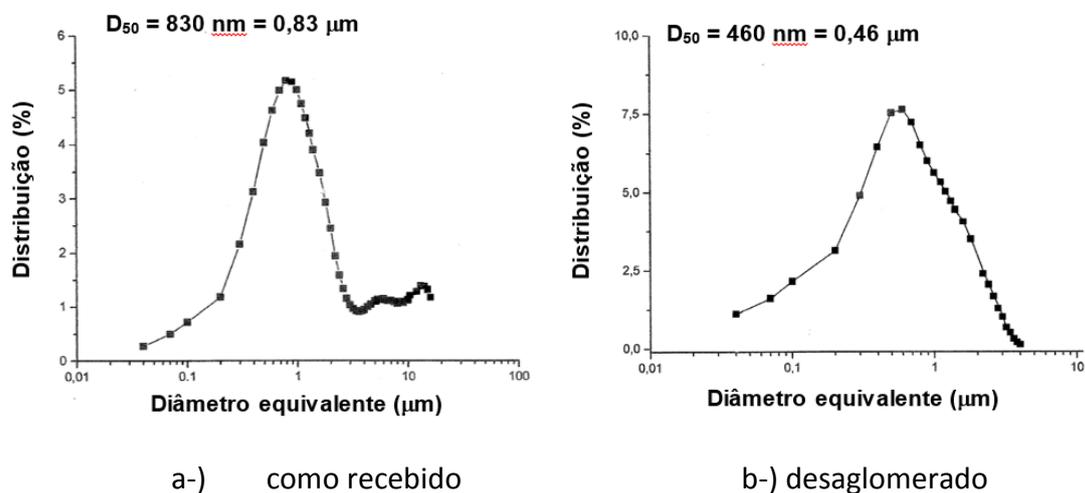
Fonte: adaptado de CT3000 (2016)

A curva de distribuição de tamanhos de partículas mostrada na Figura 3.1, obtida por Tornello (Tonello, 2013), indica que o pó de alumina CT 3000 SG, como recebido, é composto de partículas com tamanhos na faixa de 0,02 a 11 μm e com tamanho médio de 880 nm, conforme apresentado na Figura 3.1a. No entanto, após desaglomeração em moinho de bolas (desaglomeração mecânica) esta alumina apresentou partículas com tamanhos na faixa de 0,2 a 2,0 μm e com tamanho médio de 460 nm ou 0,46 μm , conforme a Figura 3.1b. Estes valores mostram que as partículas deste pó, com tamanhos acima de 2,0 μm é formado, na sua maioria, por aglomerados. A alumina CT 3000 SG utilizada por Brandes (Brandes et al., 2014), após a desaglomeração mecânica, apresentou uma distribuição de tamanho de partículas na faixa de 0,13 e 1,1 μm , com tamanho médio de 494 nm ou 0,49 μm conforme apresentado na Figura 3.3. Estes dados mostram que as partículas deste pó, após a desaglomeração mecânica, possuem tamanhos médios com valores próximos e a curva de distribuição de tamanhos de partículas, obtida por Tonello, apresenta cerca de 20 % de partículas com tamanhos menores que o obtido por Brandes et al. (2014). Estes dados são coerentes com os valores fornecidos pelo fabricante e apresentados na Tabela 3.1.

A imagem do pó obtida por MEV, apresentada na Figura 3.4, foi fornecida pelo fabricante e mostra que a maioria das partículas possui tamanhos menores que 2 μm e também a presença de aglomerados destas

partículas, que são coerentes com a curva de distribuição de tamanho de partículas mostrada na Figura 3.2a.

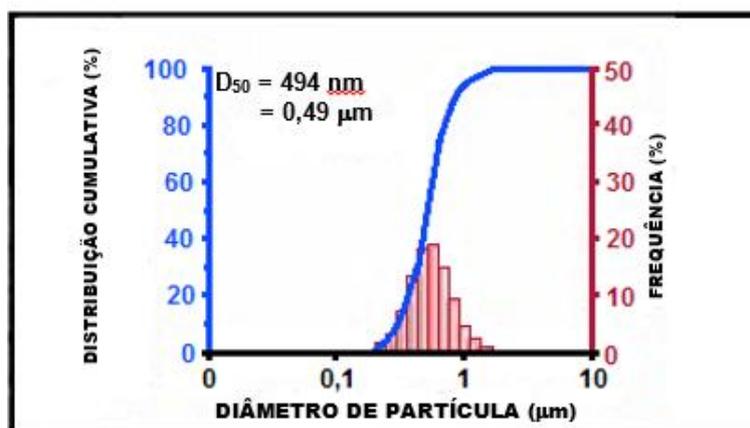
Figura 3.2 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do pó de alumina CT 3000 SG.



Fonte: Adaptada de Tonello (2013)

A curva de distribuição de tamanho de partículas é apresentada na Figura 3.3.

Figura 3.3 - Curva de distribuição de tamanho de partículas do pó de alumina CT 3000 SG.



Fonte: Adaptado de Brandes et al., (2014)

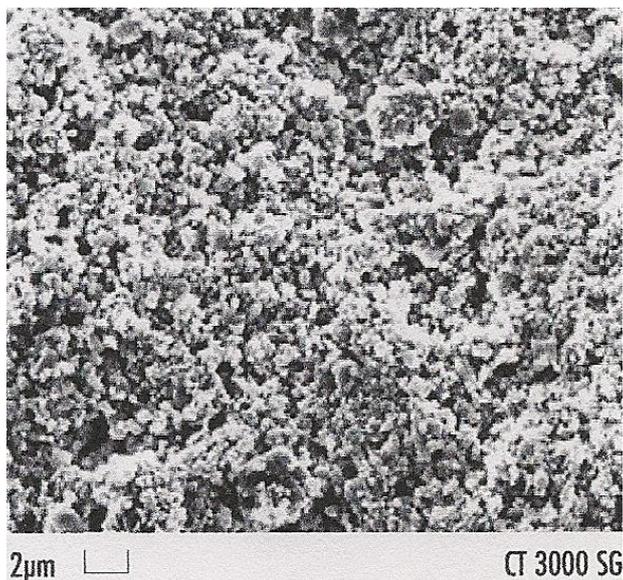
Tabela 3.2 Características típicas do pó de alumina α CT 3000 SG, conforme informada pelo fabricante.

CARACTERÍSTICA	VALOR TÍPICO
Área superficial específica - B.E.T. (m ² /g)	7,5
Tamanho de partículas - D50 (μm)	0,5
Tamanho de partículas - D90 (μm)	2,0

Fonte: adaptado de CT3000 (2016).

A imagem de MEV fornecida pelo fabricante é apresentada na Figura 3.4.

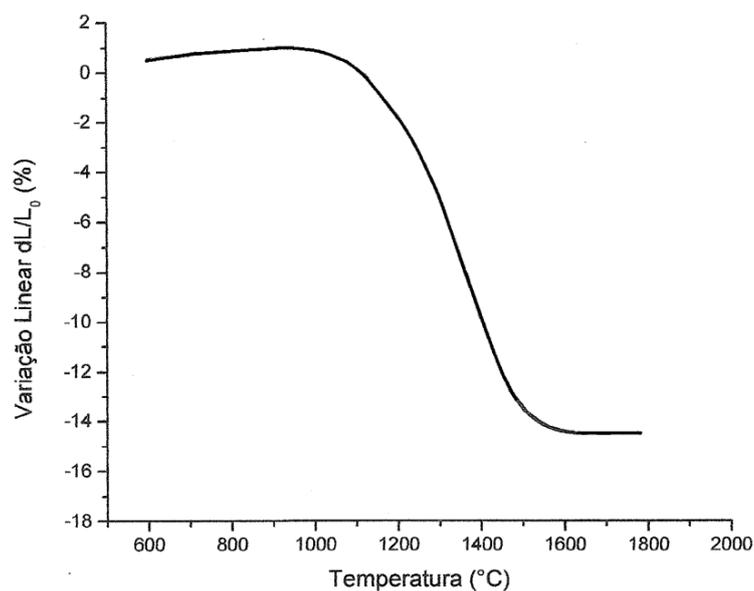
Figura 3.4 - Imagem obtida por MEV do pó de alumina CT 3000 SG, fornecida pelo fabricante.



Fonte: adaptado de CT3000 (2016).

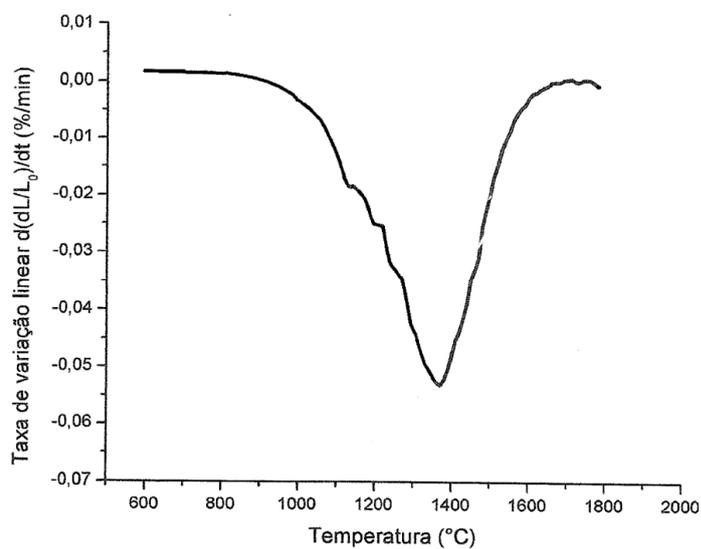
Nas Figuras 3.5 e 3.6 são mostradas curvas de variação de dimensão e derivada, respectivamente, obtidas por Tonello (2013). De acordo com estas figuras, a densificação do material é alcançada em temperatura próxima de 1570 °C, com retração de 14,4 %. O início da retração ocorre em aproximadamente 1100 °C e termina em cerca de 1550 °C, sendo a retração máxima em 1390 °C.

Figura 3.5 - Variação da dimensão em função da temperatura da cerâmica de alumina CT 3000 SG, sinterizada até 1800 °C.



Fonte: Adaptada de Tonello (2013)

Figura 3.6 - Taxa da variação da dimensão em função da temperatura da cerâmica de alumina CT3000 SG, sinterizada até 1800 °C.



Fonte: Adaptada de Tonello (2013)

Na Tabela 3.3 são mostradas algumas propriedades das cerâmicas, associadas aos parâmetros de processo de pressão de compactação e temperatura de sinterização da alumina.

Tabela 3.3 Propriedades típicas da alumina α CT 3000 SG, obtidas.

PROPRIEDADE/PROCESSO	VALOR TÍPICO
Densidade a verde ($P_{\text{uniaxial}} = 50 \text{ MPa}$ e $P_{\text{isostática}} = 200 \text{ MPa}$) (g/cm^3)	2,25
Densidade cerâmica sinterizada (g/cm^3)	3,90
Temperatura de sinterização ($^{\circ}\text{C}$)	1600
Tempo de sinterização (min)	30
Densidade relativa (%)	94,10
Retração linear (%)	14.40

Fonte: Adaptada de Tonello (2013)

3.2.2. Descrição da zircônia (3Y-TZP)

A zircônia 3Y-TZP nanoparticulada utilizada neste trabalho apresenta composição química típica e características do pós fornecidas pelo fabricante como mostradas nas Tabelas 3.4 e 3.5 respectivamente.

Tabela 3.4 - Composição química do pó nanoparticulado de zircônia (3Y-TZP), conforme informado pelo fabricante.

COMPONENTE QUÍMICO	QUANTIDADE (% em massa)
Zr(Hf)O ₂	94,8
Y ₂ O ₃	5,2
SiO ₂	0,005
Al ₂ O ₃	0,02
Fe ₂ O ₃	0,006
TiO ₂	0,002

Fonte: Adaptado de ZS2 (2016)

Tabela 3.5 Características do pó de zircônia nanoparticulado comercial ZS2, fornecidas pelo fabricante.

D_{BET} (nm)	20 - 30
D_{TEM} (nm)	20 - 30
S_{BET} (m²/g)	> 45
Estrutura cristalina	Monoclínica + tetragonal

D_{BET} = Diâmetro de partículas determinado por B.E.T.

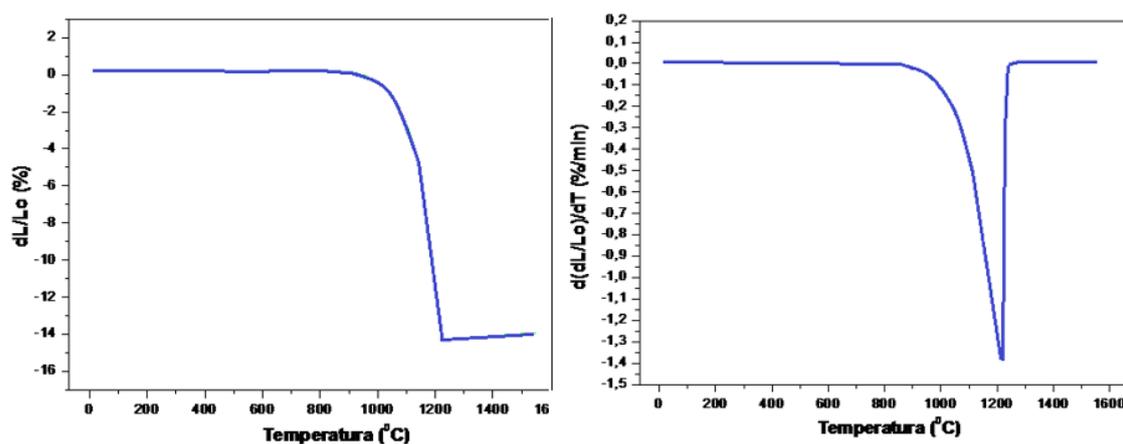
D_{TEM} = Diâmetro de partículas medido por microscopia eletrônica de transmissão

S_{BET} = Superfície específica das partículas do pó medida por B.E.T.

Fonte: adaptado de ZS2 (2016).

Anteriormente, Mineiro (2007) obteve o valor de superfície específica, de 42 m²/g para este pó de zircônia, além das curvas de dilatométrica para a cerâmica de zircônia compactada com 300 MPa (prensagem isostática). O resultados indicam que a densificação final desta zircônia ocorreu na temperatura de 1230 °C, como apresentado na Figura 3.7. Porém, a densidade relativa experimental da cerâmica obtida foi de 89,2 % (Tabela 3.6).

Figura 3.7 - Variação dimensional em função da temperatura da zircônia 3Y-TZP nanoparticulada, até 1580 °C.



Fonte: Adaptada de Mineiro (2007)

Tabela 3.6 - Características e propriedades do pó de zircônia nanoparticulada 3Y-TZP comercial ZS2.

CARACTERÍSTICAS/PROPRIEDADES	VALOR
Pressão compactação uniaxial (MPa)	60
Pressão compactação isostática (MPa)	300
Temperatura de sinterização (°C)	1230
Densidade relativa (%)	89,2
Retração linear (%)	13,9
Fases cristalinas presentes	Tetragonal e monoclinica
Tensão de fratura (MPa)	344
Dureza Vickers (GPa)	14,0
Tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2})*	5.6

* - Penetração Vickers

Fonte: Adaptada de Mineiro (2007)

Considerando as informações dadas pelo fabricante e outros autores foram selecionados os parâmetros de processamento (conformação e sinterização) para todos os pós preparados neste trabalho. Estes valores são mostrados na Tabela 3.7.

Tabela 3.7 - Parâmetros de processamento das cerâmicas estudadas neste trabalho

PARÂMETROS	VALOR
Pressão de compactação uniaxial (MPa)	50
Pressão de compactação isostática (MPa)	300
Temperatura de sinterização (°C)	1550
Tempo de sinterização (h)	2

Fonte: Produção do Autor

3.2. Procedimento experimental

Neste trabalho utilizou-se 3 rotas distintas de processamento e foram obtidas 8 composições distintas, como descrito na Tabela 3.8.

Tabela.3.8 - Designação das amostras, de acordo com a composição química, estudadas neste trabalho.

NOME DA AMOSTRA	QUANTIDADE Al₂O₃ (% em peso)	QUANTIDADE ZrO₂ (% em peso)
Al₂O₃ - CR	100	0
Al₂O₃-MgO - CR	100	0
Al₂O₃ - Def	100	0
Al₂O₃-MgO - Def	100	0
ZrO₂ - CR	0	100
ZrO₂ - Def	0	100
Mistura (Al₂O₃-MgO + ZrO₂) - CR	81,5	18,5
Mistura (Al₂O₃-MgO + ZrO₂) - Def	81,5	18,5
Mistura (Al₂O₃-MgO - Def + ZrO₂ - Def)	81,5	18,5

CR: pó como recebido

Def: pó defloculado, em forma de suspensão

Mistura (Al₂O₃-MgO + ZrO₂) - Def: mistura de pós e defloração simultânea

Mistura (Al₂O₃-MgO - Def + ZrO₂ - Def): mistura das suspensões defloculadas de alumina e zircônia.

Fonte: Produção do Autor

3.2.1. Caracterização das matérias-primas

Os pós de alumina e zircônia 3Y-TZP, como recebidos, foram previamente secos em estufa em 100 °C e caracterizados por:

- a) MEV - Análise da morfologia das partículas dos pós (aglomerados e agregados) (LAS/CTE/INPE);
- b) EDX - Composição semiquantitativa dos elementos químicos (LAS/CTE/INPE) e
- d) DRX - Identificação de fases cristalinas (LAS/CTE/INPE).

Para a obtenção das imagens de MEV e análises por EDX foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução, Marca TESCAN, modelo MIRA 3, alocado no LAS/CTE/INPE.

Os difratogramas de raios X foram obtidos em um difratômetro da marca PANalytical, modelo Xpert Pro, alocado no LAS/CTE/INPE. Os valores dos ângulos (2θ) e as intensidades relativas dos picos mostrados nos difratogramas foram comparadas com as fichas do JCPDS, para as identificações das fases cristalinas presentes nos pós cerâmicos.

3.2.2. Curvas de defloculação da alumina e da zircônia

As suspensões dos pós de alumina e de zircônia foram preparadas com o uso de álcool etílico como fase líquida. Foram utilizadas as proporções de 40 % de massa de sólidos em relação à massa dos líquidos. Curvas de viscosidade \times quantidade de defloculante (PABA) foram obtidas em um viscosímetro da marca Brookfield, modelo LVT, com *spindle* número 2 e velocidade de rotação de 0,3 rpm (AMR/IAE/DCTA). As análises destas curvas permitiram obter as quantidades mínimas de defloculante necessárias que cada suspensão atingisse o menor valor de viscosidade. Estes valores foram utilizados para as obtenções das suspensões defloculadas de alumina e de zircônia utilizadas neste trabalho.

3.2.3. Processamento dos pós

O moinho de bolas e os jarros de *nylon* utilizados neste trabalho foram projetados e construídos pelos membros do Grupo de Pesquisas TECAMB, pertencente ao LAS/CTE/INPE. Para os procedimentos de desaglomeração e misturas/desaglomeração dos pós utilizados neste trabalho, foram determinados os parâmetros de moagem baseados nas Equações 2.8 e 2.9. Estes cálculos e considerações estão detalhados no Apêndice A. Neste trabalho foram utilizados jarros de 1 litro para desaglomeração da alumina e de 500 ml para a desaglomeração da zircônia. Os valores da velocidade crítica de

rotação foram 32 rpm para o jarro de 1 litro, com relação de massas bolas:pó de 5:1 para alumina e de 25 rpm para o jarro de 500 ml, com relação de massas bolas:pó de 4:1 para zircônia. Os parâmetros utilizados para o carregamento de cada material são apresentados a seguir.

3.2.3.1. Processamento do pó Al_2O_3 - CR (sem MgO)

Ao pó de Al_2O_3 , como recebido, foi adicionado o álcool etílico na proporção 50 % em volume, em relação ao volume dos sólidos.

Os parâmetros de carregamento do jarro utilizados são mostrados na Tabela 3.9. O pó de alumina foi submetido à desaglomeração em moinho de bolas por 8 horas.

Tabela 3.9 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de alumina como recebido, sem adição de MgO.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)***	1:6,75
Relação (massa bolas / massa pó)**	5:1

Líquido: álcool etílico

Fonte: * German et al. (2008); Carvalho et al. (2007) e** Pierri (2005). *** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.2. Processamento do pó Al_2O_3 -MgO - CR (com MgO)

Para a preparação deste pó foram utilizados os parâmetros mostrados na Tabela 3.9, com a adição nitrato de magnésio hexahidratado, solúvel em álcool etílico, na quantidade suficiente para obtenção 0,20 %, em massa, de MgO na alumina como mostrado na Tabela 3.10 e no Apêndice A (Pierri, 2005 e Dadkahah 2014).

Tabela 3.10 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de alumina como recebido, com adição de MgO.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)****	1:6,75
Relação (massa bolas / massa pó)**	5:1
Quantidade de MgO na Al ₂ O ₃ (% em massa)** e ***	0,20

Líquido: álcool etílico

Fonte: *German (2008); Carvalho et al., (2007); ** Pierri (2005) e *** Dadkahah (2014). **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.3. Processamento do pó Al₂O₃ - CR - DEF (SEM MgO)

Os parâmetros utilizados para a obtenção deste pó de alumina como recebida e defloculada, são aqueles mostrados na Tabela 3.9, com a adição de 0,40 %, em massa, de PABA.

O procedimento de defloculação e mistura foi realizado em moinho de bolas com bolas de 3mm de diâmetro, por 8 horas. Foi adicionado ao conteúdo do jarro 0,5 % (em massa) de ácido oleico e misturados por 30 min (PIERRI, 2005), com o objetivo de inibir o crescimento da cadeia do PABA.

Os principais parâmetros são apresentados na Tabela 3.11.

Tabela 3.11 - Parâmetros de processo para defloculação do pó de alumina como recebido, sem adição de MgO.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)****	1:6,75
Relação (massa bolas / massa pó)**	5:1
Quantidade de PABA na Al ₂ O ₃ (% em massa)****	0,40
Quantidade de ácido oleico na Al ₂ O ₃ (% em massa)***	0,50

Líquido: álcool etílico

Fonte: * German (2008); **Carvalho et al. (2007); *** Pierri (2005) e **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.4. Processamento do pó Al₂O₃-MgO - DEF (COM MgO)

Para obter este material foi adicionado ao pó de alumina o nitrato de magnésio hexahidratado na quantidade suficiente para obtenção 0,20 %, em massa, de MgO na alumina (PIERRI, 2005; DADKAHAH, 2014).

Os demais parâmetros adotados foram os mesmos utilizados para a alumina defloculada sem MgO. A mistura/defloculação foi realizada em moinho de bolas, com bolas de zircônia com 2,5 mm de diâmetro, por 8 horas. Foi adicionado o ácido oleico e misturado por mais 30 min.

Os parâmetros adotados neste procedimento são apresentados na Tabela 3.12.

Tabela 3.12 - Parâmetros de processo para defloculação do pó de alumina como recebido, com adição de MgO.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)*	1:6,75
Relação (massa bolas / massa pó)****	5:1
Quantidade de MgO na Al ₂ O ₃ (% em massa)** e ***	0,20
Quantidade de PABA na Al ₂ O ₃ (% em massa)****	0,40
Quantidade de ácido oleico na Al ₂ O ₃ (% em massa)**	0,50

Líquido: álcool etílico

Fonte: *German (2008); Carvalho et al. (2007); ** Pierri (2005); *** Dadkahah (2014) e **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.5. Processamento do pó ZrO₂ - CR

Ao pó de ZrO₂, como recebido, foi adicionado o álcool etílico na proporção 50 % em volume, em relação ao volume do pó. Os parâmetros de carregamento do jarro utilizados são mostrados na Tabela 3.13. O pó de alumina foi submetido à desaglomeração em moinho de bolas, com bolas de zircônia de 2,5 mm de diâmetro, por 8 horas.

Tabela 3.13 - Parâmetros de processo para desaglomeração do pó de zircônia 3Y-TZP, como recebido.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)***	1:8,35
Relação (massa bolas / massa pó)**	4:1

Líquido: álcool etílico

Fonte: *German (2008); Carvalho et al. (2007); ** Pierri (2005) *** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.6. Processamento do pó ZrO₂ - DEF

A suspensão de zircônia defloculada utilizando os parâmetros mostrados na Tabela 3.14. A quantidade de PABA na ZrO₂ % em massa, foi obtida utilizando dado experimental obtido neste trabalho.

A defloculação deste material foi realizada em moinho de bolas, com bolas de zircônia com 2,5 mm de diâmetro, por 8 horas. Após este procedimento foi adicionado à suspensão de zircônia 0,5 %, em massa de ácido oleico e misturado por 2 horas, de acordo com procedimento relatado por Pierri (2005).

Tabela 3.14 - Parâmetros de processo para obtenção de suspensão defloculada do pó de zircônia 3Y-TZP.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)****	1:8,35
Relação (massa bolas / massa pó)**	4:1
Quantidade de PABA na ZrO ₂ (% em massa)****	0,60
Quantidade de ácido oleico na ZrO ₂ (% em massa)***	0,50

Líquido: álcool etílico

Fonte: *German (2008); **Carvalho et al., (2007); *** Pierri (2005) e **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.7. Processamento do pó mistura ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO} + \text{ZrO}_2$) - CR

Para a obtenção da mistura dos pós de alumina e de zircônia foram utilizados os parâmetros de processamento utilizado para a alumina, apresentados na Tabela 3.9, uma vez este material possui 81,5 %, em massa, do total da composição.

Assim, para esta mistura os parâmetros utilizados são mostrados na Tabela 3.15.

Tabela 3.15 - Parâmetros de processo para desaglomeração/mistura dos pós de alumina e zircônia, como recebidos.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)****	1:8,1
Relação (massa bolas / massa pó)**	5:1
Quantidade de MgO na Al_2O_3 (% em massa)** e ***	0,20

Fonte: * German (2008), ** Pierri (2005), ***Dadkahah (2014) e **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.8. Processamento do pó mistura ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO} + \text{ZrO}_2$) - DEF

A mistura dos pós de alumina e zircônia, na composição 81,5 %, em massa de Al_2O_3 e 18,5 %, em massa de ZrO_2 . O processo de defloculação dessa mistura foi executado com os dois componentes juntos.

Foram adotados os parâmetros utilizados para a produção da alumina defloculada, pois este material entra na composição em quantidade muito maior do que a zircônia. A defloculação e mistura destes pós foi feita por 8 horas em moinho de bolas, com bolas de zircônia de 2,5 mm de diâmetro.

Após este procedimento foi adicionado à suspensão da mistura 0,5 % em massa de ácido oleico e misturados por 2 horas, de acordo com relato de Pierri (Pierri, 2005).

Tabela 3.16 - Parâmetros de processo para a defloculação e mistura simultâneas dos pós de alumina e de zircônia 3Y-TZP, como recebido e com adição de MgO.

PARÂMETRO	VALOR
Volume total ocupado no interior do jarro (%)*	75
Relação (volume de sólidos/volume de líquido)****	1:7,5
Relação (massa bolas / massa pó)**	5:1
Quantidade de MgO na Al ₂ O ₃ (% em massa)** e ***	0,20
Quantidade de PABA na Al ₂ O ₃ + ZrO ₂ (% em massa)****	0,40
Quantidade de ácido oleico na Al ₂ O ₃ (% em massa)**	0,50

Fonte: * German (2008), Carvalho et al. (2007) ** Pierrri (2005); ***Dadkahah (2014) e **** Determinado experimentalmente neste trabalho (Apêndice A).

3.2.3.9. Processamento do pó mistura (Al₂O₃-MgO - DEF + ZrO₂ - DEF)

Este pó foi obtido pela mistura das suspensões previamente defloculadas de alumina e de zircônia, nas quantidades mássicas adequadas para produzir uma mistura dos pós com a composição de 81,5 % (em massa) de Al₂O₃ e 18,5 % (em massa) de ZrO₂. Foram misturadas as suspensões defloculadas dos pós de alumina e de zircônia, obtidas conforme os parâmetros mostrados nas Tabelas 3.12 e 3.14, respectivamente. A mistura destas suspensões foi feita por 8 horas em moinho de bolas, com bolas de zircônia de 2,5 mm de diâmetro. Após este procedimento foi adicionado à mistura das suspensões 0,5 % (em massa) de ácido oleico.

Após a execução dos processamentos descritos, os materiais foram secos em estufa na temperatura de 100 °C. Os pós foram desaglomerados em um almofariz e posteriormente peneirado na peneira com espaçamento de trama de 150 *mesh*. Em todos os pós foram adicionados 5 % em massa de uma solução de 5 % de álcool polivinílico em água, como aditivo de compactação.

3.2.4. Caracterização dos pós de alumina, zircônia e das misturas

As técnicas empregadas para a caracterização deste o pó obtido foram as mesmas utilizadas para as matérias primas e descritas no item 3.2.1.

3.2.5. Conformação e sinterização das cerâmicas

A pressão de compactação da mistura defloculada foi obtida experimentalmente, utilizando 40 e 50 MPa de pressão uniaxial. Foram avaliadas a tensão de fratura e a microestrutura das cerâmicas sinterizadas. As cerâmicas conformadas com pressão de compactação de 50 MPa apresentaram evidências de laminação nas suas microestruturas. Portanto, foi selecionada a pressão de compactação uniaxial de 40 MPa para a obtenção de todas as cerâmicas de alumina, zircônia e mistura alumina-zircônia.

Desta forma, a conformação das cerâmicas foi realizada pela compactação do pós com 40 MPa de pressão. Posteriormente, os corpos de provas foram compactados com 300 MPa de pressão, em uma em uma prensa isostática automática da marca Paul Weber, modelo D7064, no AMR-IEAE-DCTA.

A escolha da temperatura de sinterização das cerâmicas de alumina e do compósito foi baseada no apresentado no item 3.1.1, em que o fabricante recomenda a temperatura de 1540 °C e os dados obtidos por dilatométrica por Tonello (Tonello, 2013) indicam 1550 °C. Para a sinterização da zircônia, foi selecionada a temperatura de 1550 °C e tempo de 2 horas para a sinterização das cerâmicas de alumina, zircônia e da mistura.

As amostras foram sinterizadas em um forno fabricado pela CARBOLITE modelo HTF1800 na temperatura de 1550 °C por 2 horas, com taxa de aquecimento constante de 10 °C/min, no LAS/CTE/INPE.

3.2.6. Caracterização das cerâmicas sinterizadas

As cerâmicas sinterizadas foram caracterizadas por:

- a) MEV e EDX - Análise das microestruturas das superfícies de fratura e polida (tamanho, forma de grãos, poros, distribuição e posicionamento de alumina e zircônia na microestrutura) no LAS/INPE;
- b) DRX - Fases cristalinas (LAS/INPE)
- c) Densidade - segundo a norma ASTM C20.1207686-1 (LAS/INPE).

Os equipamentos utilizados foram os mesmos citados no item 3.2.1.

3.2.6.1. Densidade

Os valores de densidade das cerâmicas sinterizadas foi determinada a partir das dimensões e da massa das amostras.

3.2.6.2. Fases presentes

A identificação das fases presentes nas cerâmicas sinterizadas foi realizada usando a técnica de difratometria de raios X. O equipamento utilizando um difratômetro de raios X da marca PANalytical, modelo Xpert Pro, no LAS/CTE/INPE.

Os valores dos ângulos (2θ) e as intensidades relativas dos picos mostrados nos difratogramas foram comparados com as fichas do JCPDS, para as identificações das fases cristalinas presentes nas cerâmicas.

3.2.6.3. Microestruturas

As análises das microestruturas das superfícies de fratura e superfícies polidas das cerâmicas sinterizadas foram analisadas utilizando imagens obtidas por MEV de alta resolução.

Para a preparação das superfícies polidas foram obtidas seções transversais dos corpos de prova de cerâmica sinterizada, na forma de barras (fabricados para o ensaio de flexão). Para a obtenção destas amostras foi utilizado uma cortadeira metalográfica de precisão, da marca Buehler, modelo ISOMET 1000 com disco de diamante da marca, no LAS/CTE/INPE.

As amostras das cerâmicas sinterizadas foram embutidas em baquelite e polidas em lixas d'água de granulometria 300, 600, 900 e 1200. Posteriormente, foram lixadas e polidas com pasta de diamante de 5 μm , 1 μm e 0,25 μm .

Para a revelação dos grãos nas microestruturas, as amostras das cerâmicas sinterizadas polidas foram submetidas ao tratamento térmico ao ar na temperatura de 1400 °C, por 10 minutos, com taxa de aquecimento e resfriamento de 10 °C/min.

Todas as superfícies das amostras receberam uma camada condutora elétrica de ouro, depositada por *sputtering*.

Foram obtidas imagens das superfícies de fratura e polidas das cerâmicas em um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução da marca TESCAN, modelo MIRA 3, no LAS/CTE/INPE.

As imagens obtidas por elétrons secundários foram utilizadas para a observação da morfologia dos grãos, poros e defeitos de compactação. Para as análises da distribuição de zircônia na matriz de alumina foram utilizadas imagens obtidas por elétrons retroespalhados. As análises semiquantativas das cerâmicas foram obtidas por EDX acoplado ao MEV.

3.2.7. Propriedades mecânicas

3.2.7.1. Dureza

A obtenção dos valores de dureza Vickers utilizou as superfícies polidas, sem tratamento térmico, obtidas no item 3.2.5.3.

Neste ensaio, um penetrador de diamante piramidal com base quadrada foi comprimido sobre a superfície da cerâmica, com pressão de 20 kgf de pressão, por 10 segundos.

O valor da dureza foi dado automaticamente pelo microdurômetro, após o posicionamento manual das barras de alinhamento das extremidades da indentação. Para este ensaio foi usado um microdurômetro da marca Instron, modelo Tukon 2100 B, do Laboratório de Caracterização de Materiais do AMR/IAE/DCTA.

Os valores de dureza Vickers foram fornecidos pelo próprio equipamento, que usa um programa pra fazer os cálculos, utilizando a Equação 2.11.

3.2.7.2. Tensão de fratura e módulo de elasticidade

As curvas de tensão \times deformação foram utilizadas para as determinações dos valores de tensão de fratura e módulo de elasticidade (AMR/IAE/DCTA).

O ensaio de flexão seguiu a norma ASTM C1161 – 02c com utilização de corpos de prova com dimensões menores, conforme ajuste relatado por Piorino (1990).

O equipamento utilizado foi uma máquina de ensaios mecânicos universal da marca Instron, modelo 4301, acoplada a um microcomputador, para o controle dos parâmetros do ensaio e aquisição dos dados, no Laboratório de Ensaios Mecânicos, no AMR/IAE/DCTA.

3.2.6.3. Energia de fratura por unidade de área

Foram utilizadas as curvas tensão \times deformação, obtidas para estudo da tensão média de fratura, para determinar o valor da energia de fratura por unidade de área. A área abaixo da curva foi aproximada à um triângulo com um

dos vértices posicionado na origem. Os cálculos foram feitos em planilhas levando-se em conta todas as amostras ensaiadas.

3.2.7.3. Tenacidade à fratura por indentação *Vickers*

As impressões foram feitas em um microdurômetro, com penetrador *Vickers* e as medições da diagonal da impressão e o comprimento da trinca realizadas no mesmo equipamento. A carga utilizada foi de 20 kgf adequada para trincas visíveis na ampliação de 20 vezes. O equipamento utilizado foi o mesmo usado para obter dados de dureza *Vickers*.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Seleção dos materiais candidatos

A abordagem do problema iniciou com o desenvolvimento dos conceitos primitivos necessários. Primeiramente foram avaliados os riscos inerentes de colisões em função das massas dos projéteis. Deste modo, a faixa crítica de massa dos projéteis com risco de colisão com o CBERS foi proposta. Um outro modelo foi desenvolvido para avaliar a mudança da velocidade de órbita do CBERS e o gasto de propelente em função das massas dos projéteis. As informações foram interpretadas e a massa crítica do projétil foi calculada. Posteriormente os materiais tradicionalmente utilizados como componentes cerâmicos de blindagens balísticas foram avaliados com a utilização de ferramentas de seleção de materiais semelhantes às propostas em projetos de escudos da NASA (CHRISTIANSEN, 2009). Deste modo, os materiais com as maiores capacidades de proteção foram determinados. Os detalhes são apresentados a seguir.

4.2. Estimativa da massa crítica do detrito, para os satélites cbers 3, 4 e 4b

4.2.1. Estimativa da massa do detrito - abordagem estatística

Para essa análise foram calculados os números de impactos por metro quadrado por ano possíveis na rota do CIBERS 4B, conforme as equações 2.1 e 2.2 (CBERS, 2004). Os resultados mostram que partículas de massas muito pequenas, da ordem de 10^{-12} g são as mais prováveis, ocorrendo aos milhares por ano. Estas partículas são apontadas pela literatura como provenientes principalmente de produtos da oxidação do alumínio sólido utilizado como combustível pelos lançadores. Já os choques com detritos maiores, da ordem de 10^{-6} g até 1g tem a probabilidade de ocorrência estimada em centenas por ano e foi apontado como uma faixa crítica de massa. Os impactos com

projéteis de maiores massas foram considerados raros e os riscos muito pequenos.

A Equação 2.1 prevê o número de choques por metro quadrado com detritos com massa entre $10^{-6} < m < 10^{-12}$ e para detritos com massas entre $1 < m < 10^{-6}$, em gramas, foi utilizada a Equação 2.2. O cálculo dos números de choques levando-se em conta o fator sazonal é apresentado na Tabela.4.1.

Da análise da tabela se concluiu que a massa crítica de detritos a serem protegidos nos satélites da família CBERS foi determinada como aquela pertencente à faixa de 10^{-6} a 1 g.

Tabela 4.1 – Estimativa de número de choques em função dos meses do ano para a órbita descrita pelos satélites da família CBERS.

Fator Sazonal	Mês	Número de choques por mês de massa < 10^{-6} e 10^{-12} g	Número de choques por mês de massa entre 10^{-6}	Número de choques por mês de massa entre 10^{-6} e 1 g	Número de choques por mês de massa de 1 g
0,6	Jan	326,99	1638,83	33,69	$1,61 \times 10^{-4}$
0,4	Fev	217,99	1092,55	22,46	$1,08 \times 10^{-4}$
0,5	Mar	272,49	1365,69	28,07	$1,34 \times 10^{-4}$
0,6	Mai	326,99	1638,83	33,69	$1,61 \times 10^{-4}$
1,1	Abr	599,48	3004,52	61,76	$2,96 \times 10^{-4}$
1,6	Jun	871,97	4370,22	89,84	$4,3 \times 10^{-4}$
1,8	Jul	980,97	4916,5	101,07	$4,84 \times 10^{-4}$
1,6	Ago	871,97	4370,22	89,84	$4,3 \times 10^{-4}$
1,1	Set	599,48	3004,52	61,76	$2,96 \times 10^{-4}$
1,1	Out	599,48	3004,52	61,76	$2,96 \times 10^{-4}$
0,9	Nov	490,48	2458,25	50,53	$2,42 \times 10^{-4}$
0,7	Dez	381,48	1911,97	39,30	$1,88 \times 10^{-4}$

Fonte: Produção do autor

4.2.2. Estimativa da massa do detrito - abordagem newtoniana

O objeto desse cálculo foi o de estimar a massa limite que a blindagem deve suportar. A condição de contorno imposta foi que após uma determinada massa do projétil, o impacto fornece tanto empuxo que o satélite desviará da órbita e os atuadores não serão capazes de corrigir a altitude. Para este cálculo foram utilizados os dados apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Massa dos satélites da família CBERS.

CARACTERÍSTICA	CBERS 1, 2 e 2B	CBERS 3 e 4
Massa total (kg)	1450	2080

Fonte: Adaptado de Inpe3 (2016) e Inpe4 (2016).

A primeira avaliação foi a da massa que ao colidir com o satélite, dentro das condições de contorno de impacto propostas abaixo, deslocaria o satélite de sua órbita de modo irrecuperável. Para essa avaliação o cálculo da velocidade de escape do CBERS foi feito, utilizando a equação da mecânica clássica newtoniana, onde o raio da órbita foi calculado somando ao raio da terra, 6380 km com a altura da órbita em relação ao nível do mar, 760 km

Equação 4.1:

$$V_{\text{cir}} = 631,3481 \cdot (1/a_1)^{1/2} \quad (4.1)$$

Onde:

V_{cir} = Velocidade tangencial (km/s) e

a_1 = raio da órbita a partir do centro de massa da terra (km).

O valor da velocidade tangencial (V_{cir}) obtido foi 7,48 km/s.

A velocidade mínima de escape necessária para o satélite escapar do campo gravitacional em uma curva parabólica. É dada por:

$$V_{\text{esc}} = (\mu \cdot (2/r_a))^{1/2} \quad (4.2)$$

Onde:

V_{esc} = velocidade mínima de escape da órbita (m/s);

μ = Constante da gravitação universal ($m^3/kg.s^2$) e

r_a = raio da órbita a partir do centro de massa da terra (m).

Logo, a velocidade de escape do CBERS 4B é 11,47 km/s.

Os cálculos mostram que o CBERS precisa de uma variação de velocidade, ΔV , de 3,99 km/s para ser retirado da sua órbita. A massa necessária para promover este evento foi estimada em aproximadamente 10.000 kg, como descrito abaixo. Esse tipo de impacto seria completamente destrutivo para o satélite. Em eventos de colisão com massas menores a órbita do satélite pode ser corrigida através do uso de atuadores. Logo o foco foi a faixa crítica de massa determinada anteriormente.

O modelamento do impacto em função da massa do detrito considerou algumas condições de contorno:

- a) primeiramente, o detrito colidiu no centro de massa do satélite.
- b) o detrito não penetra o alvo.
- c) o choque apresentou coeficiente elástico 1, condição necessária para utilizar a equação de quantidade de movimento. Deste modo foi assumida a condição de contorno que toda a energia cinética do detrito foi transferida para o centro de massa do satélite.

Admitidas as condições de contorno acima, a equação da quantidade de movimento pode ser aplicada a Equação 4.3:

$$Q_i = M_s.V_{si} + M_d.V_d \quad (4.3)$$

Onde:

Q_i = Quantidade de movimento inicial do sistema. (kg.m/s);

M_s = Massa do satélite (kg);

V_{si} = Velocidade inicial do satélite (m/s);

M_d = Massa do detrito (kg) e

V_{di} = Velocidade inicial do detrito (7 km/s = 7000 m/s).

Os resultados das quantidades de movimento calculados é apresentado na Tabela 4.3

Tabela 4.3 Valores obtidos para as quantidades de movimento.

MASSA DO DETRITO (kg)	QUANTIDADE DE MOVIMENTO (kg.m/s)
10-15	15462675,07
10-9	15462675,07
10-3	15462668,07

Fonte: Produção do Autor

A figura 4.1 ilustra a representação gráfica utilizada para o cálculo das quantidades de movimento.

Figura 4.1 - Evento de colisão do detrito com o satélite.



Fonte: Produção do autor

Após o cálculo da quantidade de movimento inicial, e assumindo as condições de contorno acima, foi utilizado o teorema do impulso da mecânica newtoniana para a obtenção da velocidade imposta ao satélite após o impacto conforme a Equação 4.4.

$$\Delta Q = 0 = Q_f - Q_i \quad (4.4)$$

Onde:

ΔQ = Variação da quantidade de movimento (kg.m/s);

Q_f = Quantidade de movimento final (kg.m/s) e

Q_i = Quantidade de movimento inicial (kg.m/s).

Logo:

$$V_{sf} = Q_i / (m_s + m_d) \quad (4.5)$$

Onde:

V_{sf} = Velocidade final do satélite (m/s);

Q_i = Quantidade de movimento inicial do sistema (kg.m/s);

m_s = Massa do satélite (kg)

m_d = Massa do detrito (kg)

As velocidades finais atingidas pelo satélite após a colisão foram obtidas e a variação em relação a velocidade inicial pode ser calculada através da expressão abaixo:

$$\Delta V = V_f - V_i \quad (4.6)$$

Onde:

ΔV = Variação da velocidade do satélite (m/s);

V_f = Velocidade final do satélite (m/s) e

V_i = Velocidade inicial do satélite (m/s).

Deste modo, os valores da variação da velocidade obtidos, em função da massa do detrito são mostrados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Resultados dos módulos das variações de velocidade do satélite em função da massa do detrito.

MASSA DO DETRITO (kg)	ΔV (m/s)
10^{-15}	$6,98 \cdot 10^{-12}$
10^{-9}	$6,93 \cdot 10^{-9}$
10^{-3}	$6,09 \cdot 10^{-6}$
10^{-2}	$6,99 \cdot 10^{-3}$
10^{-1}	$6,93 \cdot 10^{-2}$
1	6,93
10	6,91. 10
10^2	$6,62 \cdot 10^2$
10^3	$8,46 \cdot 10^5$
10^4	$5,45 \cdot 10^8$

Fonte: Produção do autor

Calculada a velocidade, foi possível determinar a aceleração. Foi admitido que a transferência de energia ocorre em $1,87 \cdot 10^{-7}$ s, tempo levado para uma esfera de alumínio 100 % densa percorrer um décimo do seu raio a velocidade de 7 km/s. A Equação 4.7 descreve o cálculo.

$$a_s = (V_f - V_0) / (t_f - t_0) \quad (4.7)$$

Onde:

a_s = aceleração resultante no satélite (m/s^2);

V_f = Velocidade após a colisão (m/s);

V_0 = Velocidade antes da colisão, (m/s);

t_f = Tempo imediatamente após o impacto (s) e

t_i = Tempo imediatamente antes do impacto (s).

Utilizando a segunda lei de Newton, foi possível calcular a força aplicada no satélite durante a colisão. A equação utilizada é apresentada abaixo.

$$F_s = M_s \cdot a_s \quad (4.8)$$

Onde:

F_s = Força resultante do satélite (N);

M_s = Massa do satélite (kg) e

a_s = Aceleração resultante no satélite (m/s^2).

Tabela 4.5 – Resultados da aceleração imposta ao satélite após o evento de colisão em função da massa do detrito.

MASSA DO DETRITO (kg)	a_s (m/s²)
10 ⁻¹⁵	0
10 ⁻⁹	1,86 . 10 ⁻¹
10 ⁻³	1,85 . 10 ⁻⁵
10 ⁻²	1,85. 10 ⁶
10 ⁻¹	1,92. 10 ⁷
1	1,92. 10 ⁸
10	1,84. 10 ⁹
10 ²	1,84. 10 ¹⁰
10 ³	1,25. 10 ¹¹
10 ⁴	3,19. 10 ¹¹

Fonte: Produção do autor

Tabela 4.6 - Resultados dos módulos da força de impacto no satélite em função da massa dos detritos.

MASSA DO DETRITO (kg)	MÓDULO DA FORÇA DO IMPACTO (N)
10 ⁻¹⁵	0
10 ⁻⁹	38,59
10 ⁻³	3,86. 10 ⁷
10 ⁻²	3,91. 10 ⁹
10 ⁻¹	3,92. 10 ⁹
1	3,92. 10 ¹⁰
10	3,81. 10 ¹¹
10 ²	3,78. 10 ¹²
10 ³	2,60. 10 ¹³
10 ⁴	6,64. 10 ¹³

Fonte: Produção do autor

Deste modo, o impulso imposto ao satélite durante o evento de colisão foi calculado conforme a Equação.4.9. O tempo admitido de impacto foi igual proposto acima.

$$I = F.\Delta t \quad (4.9)$$

Onde:

I = Impulso no satélite após o evento de colisão (N.s).

F = Força de colisão (N).

Δt = Variação do tempo antes e após o impacto. (s)

Tabela 4.7 - Resultados do impulso aplicado no satélite após o evento de colisão, em função da massa dos detritos.

MASSA DO DETRITO (kg)	IMPULSO (N.s)
10 ⁻¹⁵	0
10 ⁻⁹	-1,4410 ⁻⁵
10 ⁻³	-14,43
10 ⁻²	-144,33
10 ⁻¹	-1443,32
1	-14427,04
10	-143649,16
100	-1377186,93
1.000	-9747621,77
10.000	-24853207,84

Fonte: Produção do autor

A plataforma CBERS utiliza atuadores à gás para manobrar pelo espaço. Segundo as especificações técnicas do CBERS 3 e 4, os atuadores apresentam as características mostradas na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Atuadores e faixas de impulso utilizados no projeto CBERS-3 e 4.

ATUADORES	FAIXA DE IMPULSO (N.s)	FABRICANTE
Laterais	16unidades x 1 N.s	Moog, Bendix, Honeywell
Principais	2 unidades x 20 N.s	Moog, Kaiser Marquardt, SEP, Hamilton Standard, TRW

Fonte: Adaptado de Inpe5 (2016).

Mesmo que todos os propulsores principais do CBERS atuassem juntos, forneceriam no máximo 56 N.s por disparo. Se o impacto exceder demasiadamente esse limite, o satélite consumiria muito propelente para corrigir sua atitude e altitude, além de estressar as rodas de inércia dos sistema estabilizadores, o que comprometeria o seu tempo de vida útil. Sendo assim, foi admitido que a massa limite de partícula projétil é 1 g pois o impacto transfere 14,43 N.s de empuxo e o gasto de propelente na correção não ameaça a vida útil do satélite. Outro fator que apoiou esta decisão foi que a faixa de massa de maior probabilidade de impacto, segundo as especificações do CBERS 3 e 4 é 10^{-6} à 1 g. Para valores acima dessa massa, a probabilidade de choques é muito pequena, como previamente exposto.

4.3. Seleção da blindagem adequada

Como descrito na revisão bibliográfica, eventos balísticos em hipervelocidades movimentam grandes quantidades de energia. Como nenhum material sozinho possui a habilidade de suportar os impacto à estas velocidades, outras estratégias devem ser empregadas para que a blindagem cumpra o requisito de proteção. A utilização da blindagem proposta por Whipple é apontada como a melhor solução devido à relação peso/capacidade de proteção elevada deste tipo de arranjo. Como já utilizado pela NASA, o sistema Whipple é considerado o mais eficaz para a proteção contra impacto dessa magnitude e foi determinado como ideal para o modelo proposto neste trabalho. O nível de proteção foi estipulado como 1 (duas paredes), neste

trabalho, foi estipulado com base nos conhecimentos adquiridos nos projetos de proteções contra impactos de detritos da NASA (CHRISTIANSEN, 2009).

4.4. Seleção dos materiais candidatos

A investigação das equações de dimensionamento das espessuras das paredes, (Equações 2.3 e 2.7) e tamanhos críticos de detritos suportáveis pela blindagem Whipple de duas camadas sem ocorrer perfuração, levou a determinação de fatores quantitativos de impacto na proteção tanto para a parede amortecedora quanto para a parede de fundo. Para a determinação dos pesos foi utilizada uma escala aonde 0 representa impacto mínimo e 1 representa impacto máximo. As propriedades e os pesos atribuídos a elas são descritos na tabela 4.9:

Tabela 4.9 – Fatores quantitativos atribuídos às propriedades mecânicas investigadas.

PROPRIEDADE MECÂNICA	PESO ATRIBUÍDO PARA A PAREDE AMORTECEDORA	PESO ATRIBUÍDO PARA A PAREDE DE FUNDO
Densidade	0,8	0,6
Dureza	0,8	0,6
Módulo de elasticidade	0,6	0,8
Resistência à flexão	0,8	0,8
Tenacidade à fratura	0,8	0,8
Modo de Fratura	0,6	0,8
Resistência à radiação	0,2	0,2

Fonte: Produção do autor

Na parede amortecedora, cujo papel é basicamente de estilhaçamento do projétil, a densidade, a tenacidade à fratura, a resistência à flexão e a dureza receberam os maiores valores, pois são as propriedades mais intimamente ligadas à capacidade de fragmentação do projétil. O modo de fratura e o módulo elástico receberam o peso moderado, pois foram mais relacionados à capacidade de frenagem do projétil. A resistência à radiação

recebeu um peso relativamente baixo, pois foi considerada uma propriedade complementar. Na parede de fundo cujo papel é a frenagem do projétil, o módulo de elasticidade, a resistência à flexão, o modo de fratura e a tenacidade à fratura foram consideradas as mais relevantes, pois são atribuídas pela literatura como as principais absorvedoras de energia cinética do projétil. A densidade, e a dureza receberam pesos moderados, pois são menos críticas na etapa de frenagem do projétil. A resistência à radiação novamente recebeu um peso relativamente baixo, pois foi considerada uma propriedade complementar. Com base nos dados obtidos na bibliografia foi possível selecionar os materiais mais propensos a serem utilizados nas paredes amortecedoras e de fundo. Para a formulação da tabela de análise dos materiais candidatos, os pesos foram multiplicados pelas propriedades típicas, obtidas na literatura utilizada na revisão bibliográfica. Todas as propriedades entraram na matriz de cálculos com apenas uma casa decimal. Assim, a proporção entre elas foi mantida mas o seu impacto na soma foi normalizado. No caso dos valores das propriedades, dados em faixas, a média aritmética foi aplicada na matriz de cálculos. A tabela 4.10 apresenta os cálculos.

Tabela 4.10 – Resultados da matriz de cálculo utilizada na seleção dos materiais candidatos.

ESTRUTURA / MATERIAL	B₄C	SiC	Al₂O₃	ZrO₂	Compósito ZTA
Parede Amortecedora	13,02	13,76	15,9	19,12	15,54
Parede de fundo	11,66	12,46	10,66	14,38	14,92

Fonte: Produção do autor

A análise da tabela acima mostra que para na parede amortecedora é preferível a utilização da zircônia enquanto para a parede de fundo é preferível a utilização da mistura. Como os três melhores candidatos são a alumina, a zircônia e a mistura alumina-zircônia, este trabalho focou a análise destes três materiais.

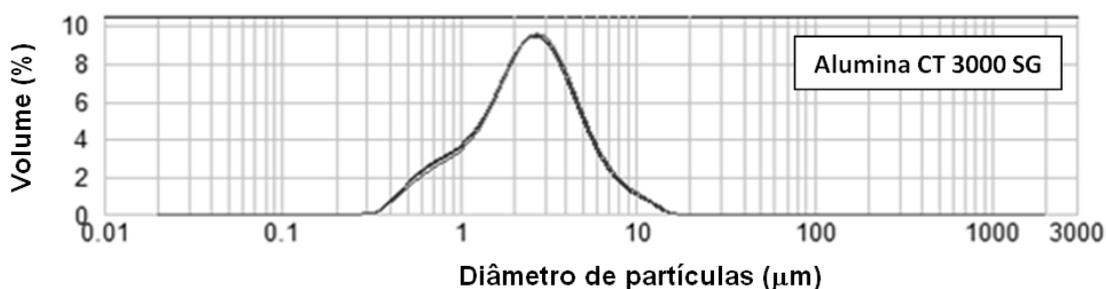
4.5. Processamento e caracterização das cerâmicas

4.5.1. Caracterização dos pós como recebidos

Os pós utilizados como matérias primas foram caracterizados com o objetivo de fornecer informações para a análise das eficiências dos processos de obtenção das cerâmicas sinterizados, bem como justificar os valores e as variações dos valores das propriedades medidas durante o procedimento experimental. As informações sobre as distribuições dos tamanhos de partículas, as morfologias das partículas e as fases cristalinas presentes foram coletadas e analisadas.

A curva de distribuição do tamanho de partículas do pó de alumina como recebido mostra tamanhos de partículas na faixa de 0,12 a 15 μm , com diâmetro médio (d_{50}) de 1,1 μm (Fig. 4.2). Estes valores são maiores do que aqueles fornecidos pelo fabricante (Tabela 3.2) e por Tonello (Fig. 3.1). Este resultado pode estar relacionado à eficiência de desaglomeração do pó de alumina na preparação para a medição.

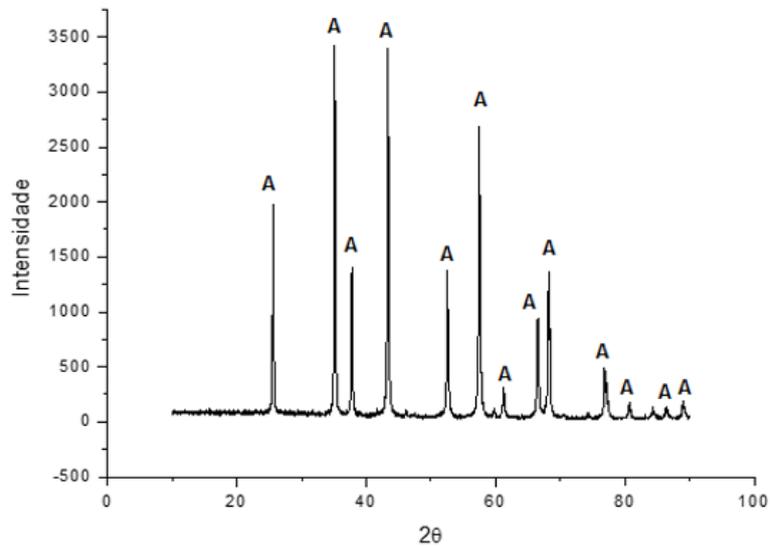
Figura 4.2 - Curva de distribuição do tamanho de partículas do pós de alumina utilizado no trabalho.



Fonte: Produção do Autor

A alumina também foi investigada pela técnica de difração de raios X para a identificação das fases cristalinas presentes. Somente a fase alfa foi observada no pó, como apresentado na Figura 4.2.

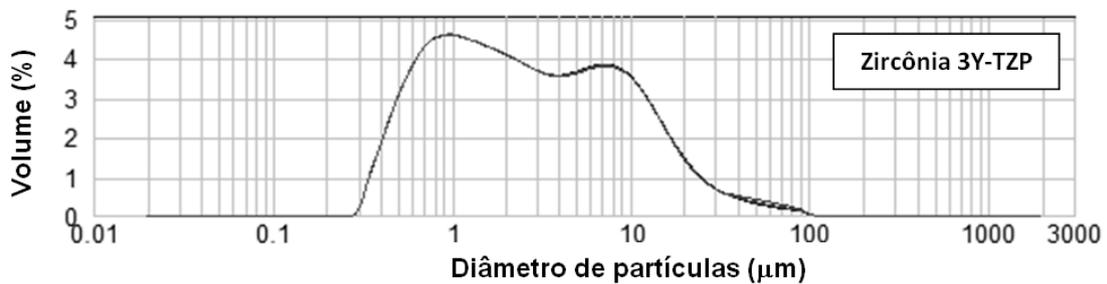
Figura 4.3 - Difratoograma de raios X do pó de alumina como recebida.



Fonte: Produção do Autor

A distribuição do tamanho das partículas da zircônia foi investigada para obter informações e correlacionar fatos sobre a estrutura, propriedade e processamento da matéria prima. A Figura 4.4 mostra que os diâmetros de partículas estão na faixa de 0,12 a 100 μm , com diâmetro médio (d_{50}) de 1,1 μm .

Figura 4.4 - Distribuição do tamanho de partículas da amostra do pó de zircônia utilizado no trabalho.



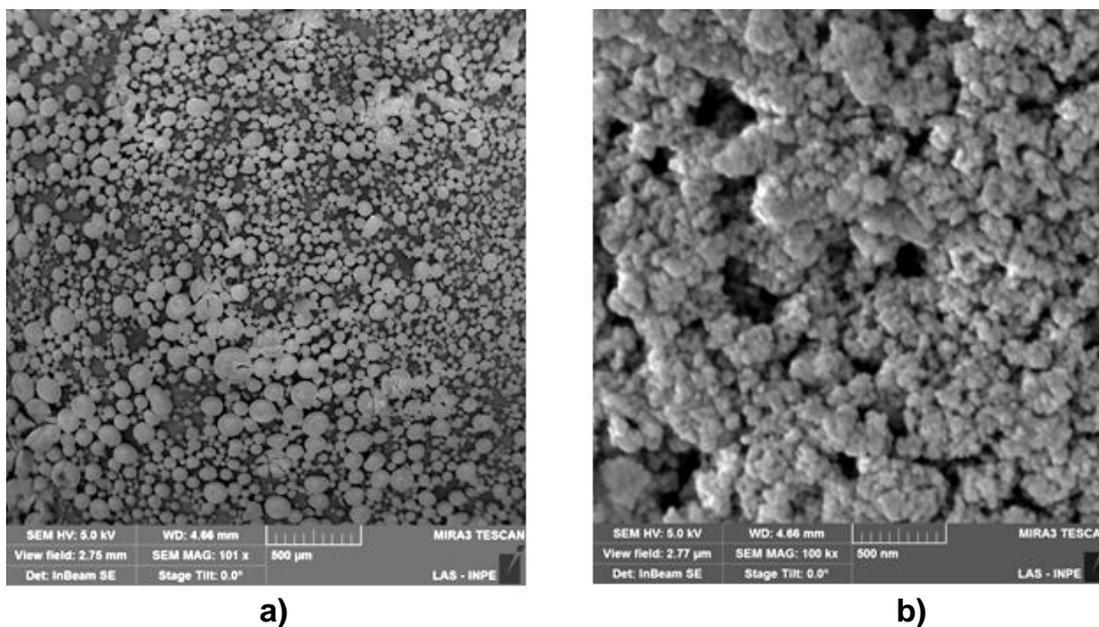
Fonte: Produção do Autor

O pó de zircônia apresenta uma grande faixa de distribuição granulométrica devido ao processo de *spray drying* utilizado em sua obtenção. Este processo produz partículas esféricas com tamanhos diferentes, como mostrado na Fig. 4.5a. Estas esferas são formadas de nanopartículas aglomeradas (Fig. 4.5b). Desta forma, o pó de zircônia 3Y-TZP utilizado apresentou-se na forma globular cujas esferas possuem tamanhos de aproximadamente 300 a 50 μm . A diferença em relação aos dados obtidos a partir da Figura 4.3 indica que, durante a preparação da amostra para a análise de distribuição de tamanhos de partículas, os aglomerados (glóbulos) foram apenas parcialmente destruídos.

Estes resultados indicam a necessidade da utilização de técnicas de dispersão de partículas de aglomerados para a utilização deste tipo de pó.

A análise do difratograma de raios X foi feita para a identificação das fases presentes na zircônia como recebida (Fig. 4.6). O resultado mostra que o pó apresenta tanto a fase tetragonal quanto a monoclinica. De acordo com a literatura, apenas a fase tetragonal promove o aumento da tenacidade à fratura da zircônia.

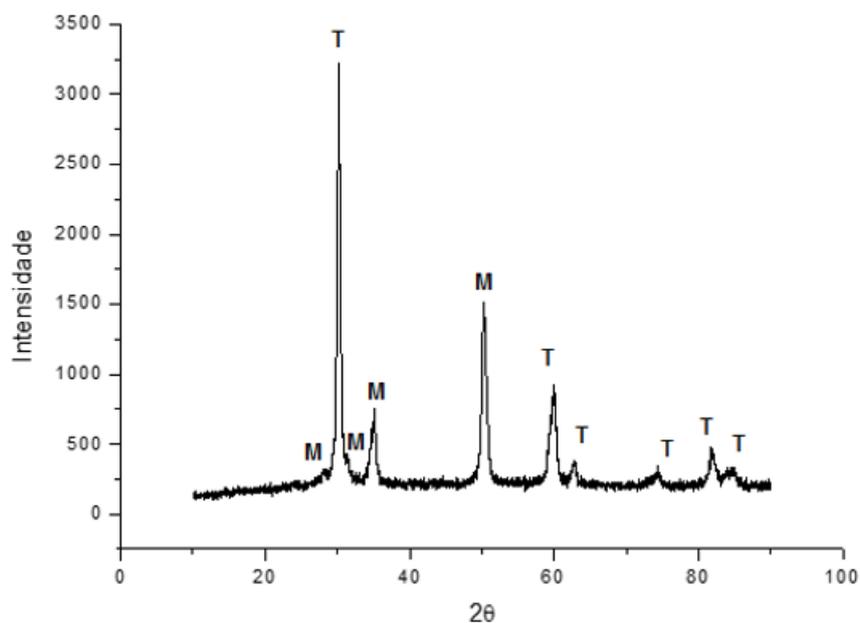
Figura.4.5 – Imagens obtidas por MEV dos pós de zircônia



a) glóbulos de zircônia (*spraydried*) como recebida e b) detalhe da estrutura do glóbulo.

Fonte: Produção do Autor.

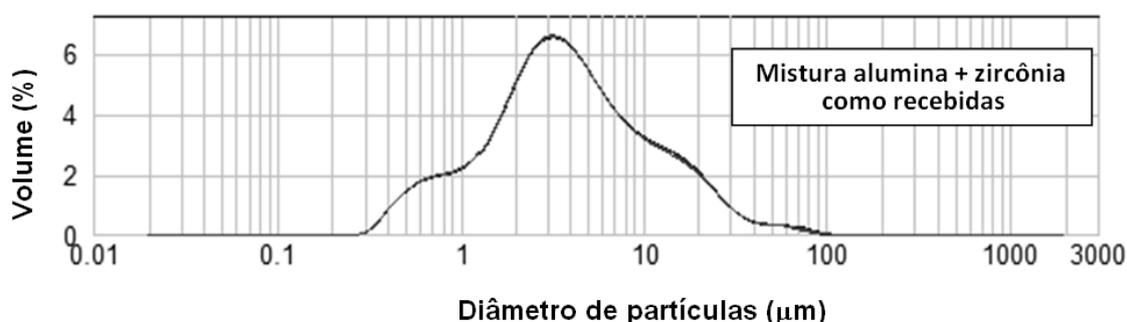
Figura 4.6 - Difratoograma de raios X do pó de zircônia como recebida.



Fonte: Produção do Autor.

A análise das misturas via úmida com 81,5 % (em massa) de alumina com 18,5 % (em massa) de zircônia (pós como recebidos), também foram avaliadas. A curva se comportou como previsto, tendo o aspecto semelhante ao esperado pela soma das curvas dos pós separados. A distribuição do tamanho médio de partículas é apresentado na Fig.4.7. A mistura de pós apresenta diâmetros de partículas estão na faixa de 0,12 a 100 μm , com diâmetro médio (d_{50}) de 1,1 μm .

Figura 4.7 - Distribuição do tamanho de partículas da mistura de pós alumina-zircônia como recebidos

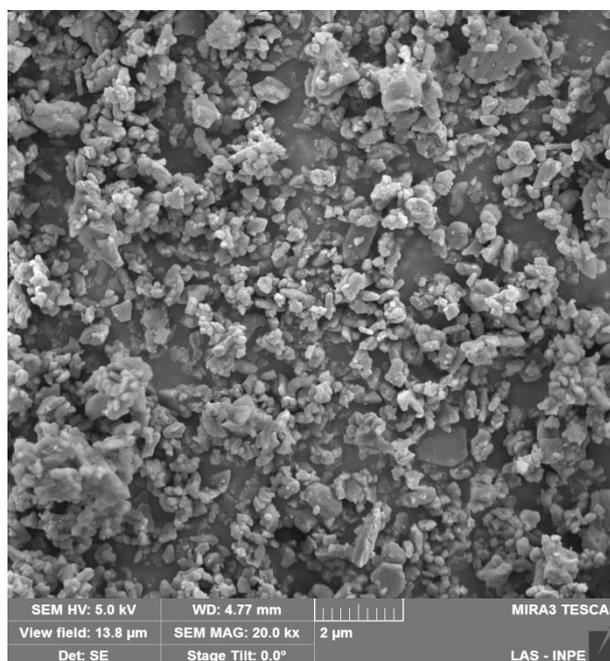


Fonte: Produção do Autor.

A imagem obtida por MEV, apresentada na Figura 4.8, evidência a presença de aglomerados e aglomerados de partículas de diferentes tamanhos e morfologias, como resultado da mistura dos pós de alumina e de zircônia como recebidos.

Tanto os pós de alumina, zircônia e a mistura mostraram características de aglomeração das partículas. O pó de alumina apresentou também agregados densos. Deste modo, o estudo da dispersão destas partículas foi necessário para a determinação das quantidades corretas de defloculante PABA a ser adicionadas, para as obtenções das suspensões defloculadas de alumina e de zircônia. A escolha do estudo da estratégia de dispersão proposta por Pierri (Pierri, 2005 e Pierri, 2008) foi devido às ótimas propriedades mecânicas obtidas em seus trabalhos.

Figura 4.8 - Imagens por MEV das partículas da mistura dos pós de alumina e zircônia como recebidos.



Fonte: Produção do autor.

4.6. Análises das deflocações dos pós de alumina e zircônia

As curvas de viscosidade em função da porcentagem do defloculante foram construídas para investigar a quantidade ideal de defloculante utilizada nas suspensões de alumina e de zircônia. As relações entre massa de pós e massas de líquidos utilizadas foram iguais às utilizadas nos processos experimentais para evitar novas variáveis nas análises. Os resultados são apresentados abaixo.

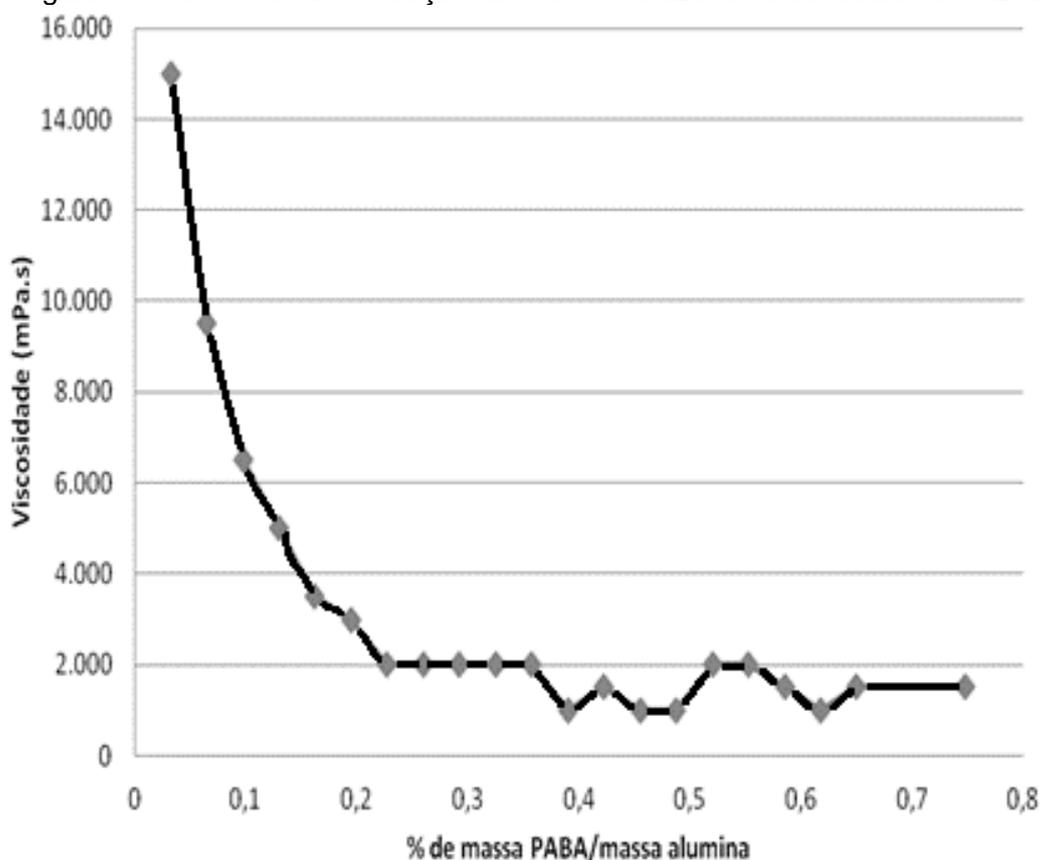
A deflocação da alumina foi estudada através da curva de viscosidade em função da quantidade de PABA adicionada ao sistema alumina-álcool etílico. O objetivo do experimento foi a determinação da quantidade de mínima de defloculante que apresentou a menor viscosidade da suspensão de alumina. O resultado é apresentado na Figura 4.9.

Conforme a quantidade de PABA na suspensão aumentou, a viscosidade decresceu. A queda da viscosidade perdurou até que o primeiro

ponto de mínimo da viscosidade foi atingido com 0,4 % de massa PABA. Dentro do campo amostral do teste não foi observado o aumento da viscosidade, o que demonstrou a forte tolerância do sistema à adição do defloculante.

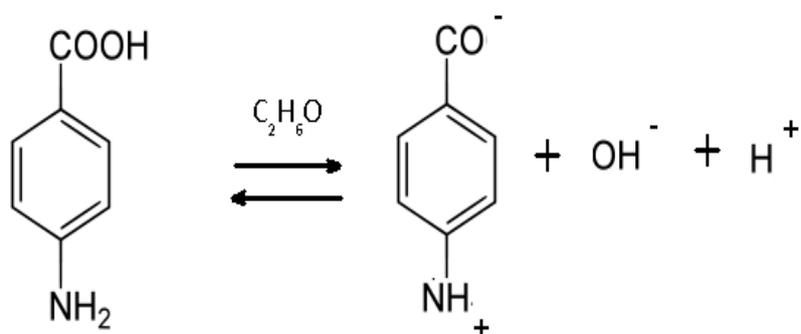
As funções orgânicas amina e ácido carboxílico presentes nas moléculas de PABA, em presença de álcool etílico, dissociam-se e a molécula do PABA se polariza. A molécula de ácido oleico também se ioniza como mostrado na Figura 4.10.

Figura 4.9 - Curva de defloculação da alumina utilizando o defloculante PABA.



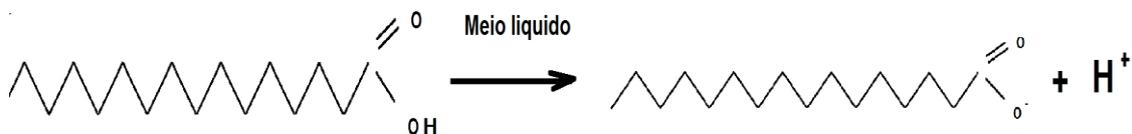
Fonte: Produção do Autor.

Figura 4.10 - Representação esquemática da reação de ionização do PABA, em meio alcoólico.



Fonte: Produção do Autor.

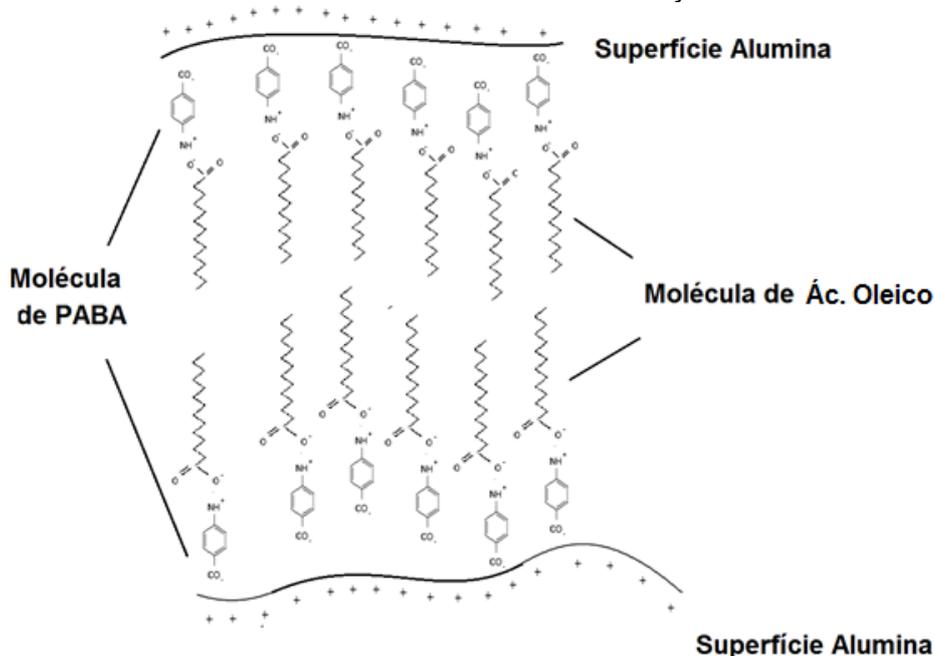
Figura 4.11 - Representação esquemática da reação de ionização do PABA, em meio alcoólico.



Fonte: Produção do Autor.

Como citado na revisão bibliográfica, a alumina tende a apresentar carga superficial positiva em meio alcoólico. Durante o processo de mistura a função orgânica carboxila, contida na molécula de PABA, foi atraída, por adsorção física, para a superfície da partícula de alumina e a função amina orientou-se em sentido oposto. O modelo proposto para explicar este comportamento é esquematizado na Figura 4.12.

Figura 4.12 - Representação esquemática da ação do defloculante PABA na superfície da alumina em meio alcoólico e a estabilização estérica.

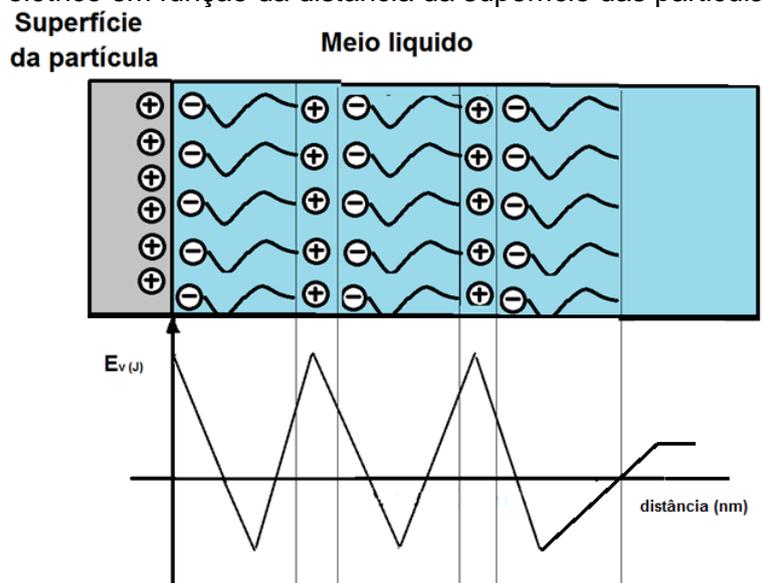


Fonte: Produção do Autor.

A Figura 4.12 apresenta uma representação esquemática do encadeamento do PABA e o potencial elétrico em função da distância da superfície das partículas de alumina.

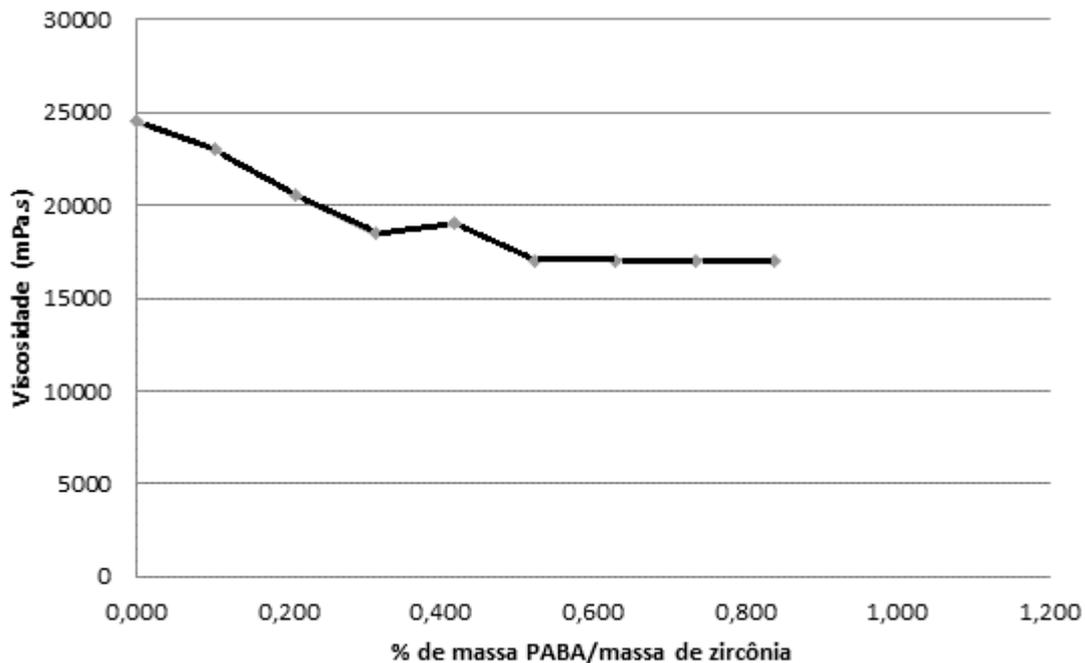
A defloculação da zircônia também foi estudada através da curva de viscosidade em função da massa de PABA adicionada ao sistema. O experimento objetivou a determinação da quantidade de mínima de defloculante que apresentou a menor viscosidade da suspensão estudada. O resultado é apresentado no gráfico da Figura 4.14.

Figura 4.13 - Representação esquemática do encadeiamento do PABA e o potencial elétrico em função da distância da superfície das partículas de alumina.



Fonte: Produção do Autor.

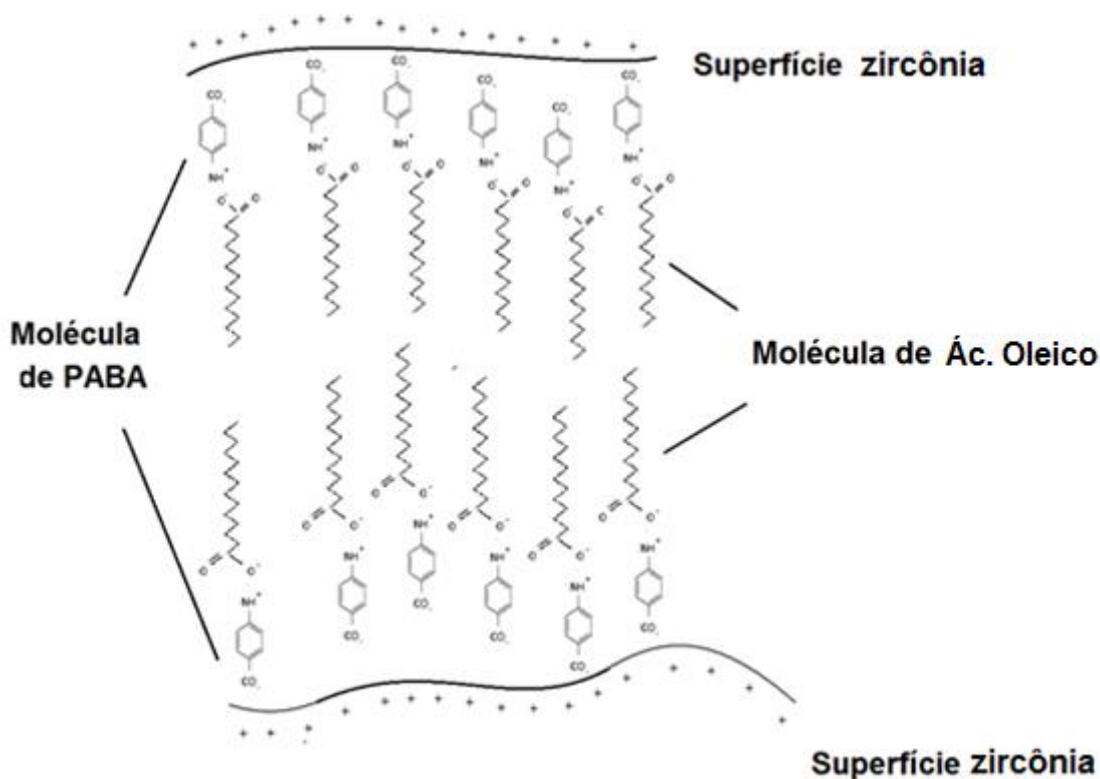
Figura 4.14 - Curva de defloculação da zircônia utilizando o defloculante PABA.



Fonte: Produção do Autor.

Os mesmos mecanismos de dissociação das funções orgânicas do PABA e do ácido carboxílico ocorreram na suspensão de zircônia. O processo de formação da película polimérica é semelhante ao ocorrido na suspensão de alumina. A estabilização da viscosidade durante o experimento ocorreu em 0,6 %. A Figura 4.15 apresenta uma representação esquemática do processo descrito.

Figura 4.15 - Representação esquemática da ação do defloculante PABA na superfície da alumina em meio alcoólico e a estabilização estérica.



Fonte: produção do Autor.

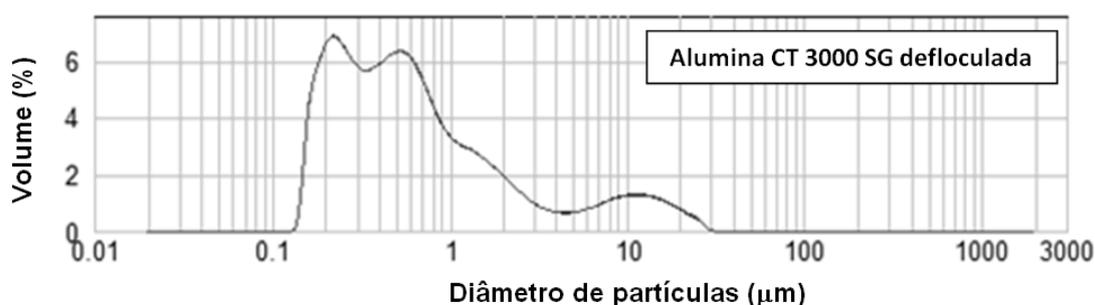
Tanto as distribuições granulométricas quanto as morfologias das partículas foram analisadas após a defloculação para o entendimento dos efeitos desta técnica nos pós utilizados neste estudo.

4.7. Caracterização dos pós após defloculação

Após o processo de mistura, defloculação e secagem dos pós, amostras da alumina, da zircônia e da mistura foram coletadas e analisadas em busca de informações sobre a eficácia dos processos de defloculação. Curvas de distribuição de partículas, imagens obtidas por MEV e técnicas de difração de raios X também foram empregadas para as caracterizações.

A alumina defloculada também apresentou variações significativas na distribuição das partículas após o processo de defloculação. A curva foi deslocada para as faixas de menores tamanho de partículas. No entanto a alumina apresentou um pequeno volume de partículas na ordem de 5 à 30 μm , evidenciando que o sistema reaglomerou em alguma etapa do processamento. A secagem foi apontada como fator principal deste evento. A curva de distribuição da alumina defloculada é apresentada na Figura 4.16.

Figura 4.16 - Distribuição do tamanho de partículas do pó de alumina defloculada utilizada neste trabalho.



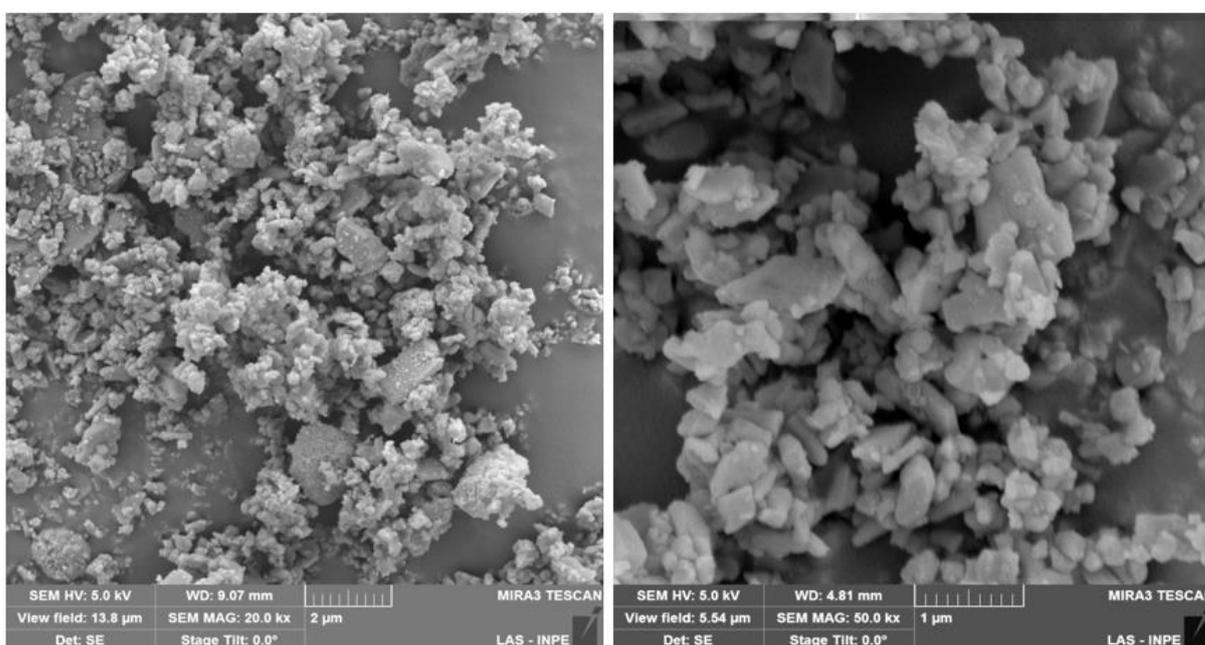
Fonte: Produção do Autor.

A morfologia das partículas de alumina também sofreram alterações devido à dispersão dos aglomerados. As imagens de MEV, apresentadas na Figura 4.17 mostram a variedade de formas e tamanhos de partículas presentes no pó de alumina defloculado. Este pó apresenta aglomerados de partículas de vários tamanhos, desde partículas na escala nanométrica até submicrométrica, e agregados com tamanhos até na escala micrométrica. O pó original, de acordo com informações do fabricante, foi obtido pelo processo

Bayer e depois moído. Assim, as partículas que compõem os aglomerados apresentam características típicas de agregados densos fraturados durante a moagem.

O difratograma de raios X mostrou que o pó de alumina submetido ao processo de defloculação, baseado no proposto por Pierri (Pierri 2005), não sofreu alteração nos tipos e quantidades de fases presentes, como observado na Figura 4.18.

Figura 4.17 - Imagem obtida por MEV do pó de alumina defloculada.



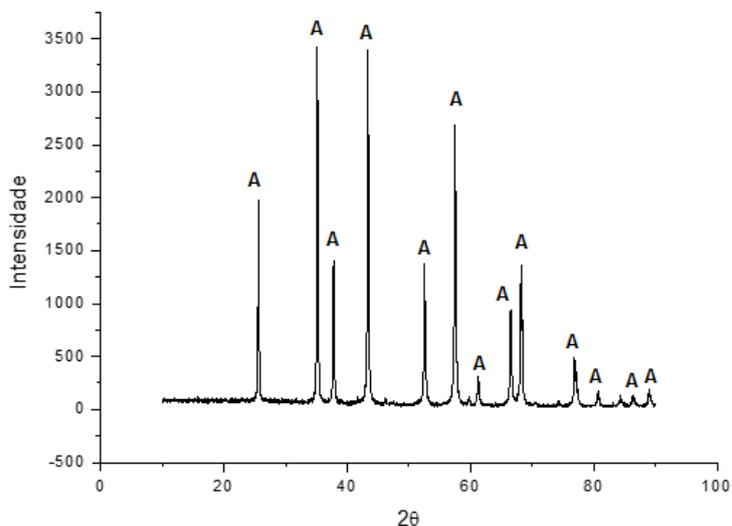
a)

b)

a) mostrando aglomerados e agregados e b) detalhe das partículas componentes de aglomerado do pó.

Fonte: Produção do Autor.

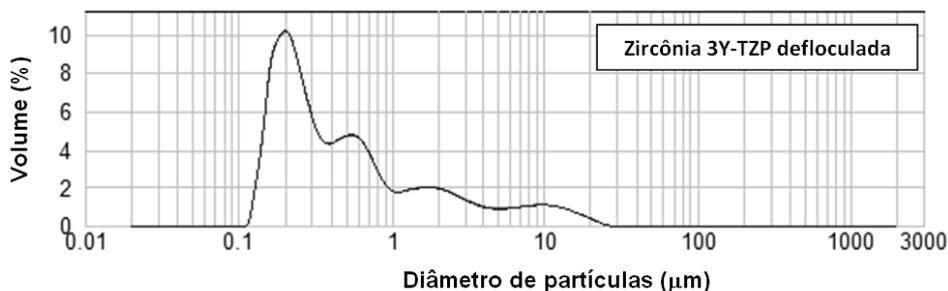
Figura 4.18 - Difratoograma de raios X da alumina defloculada utilizada neste trabalho.



Fonte: Produção do Autor.

O pó de zircônia obtido com uso da técnica de defloculação, baseado na proposta de Pierri (2005) apresentaram um deslocamento da área do gráfico de distribuição de partículas para as regiões de menores tamanhos, mostrando a eficácia da técnica de desaglomeração. Para este pó obtido um volume maior de partículas com tamanhos menores que 1 μm , indicando que a maioria dos aglomerados de partículas acima de 15 μm foram dispersos, como é possível observar na Fig.4.19.

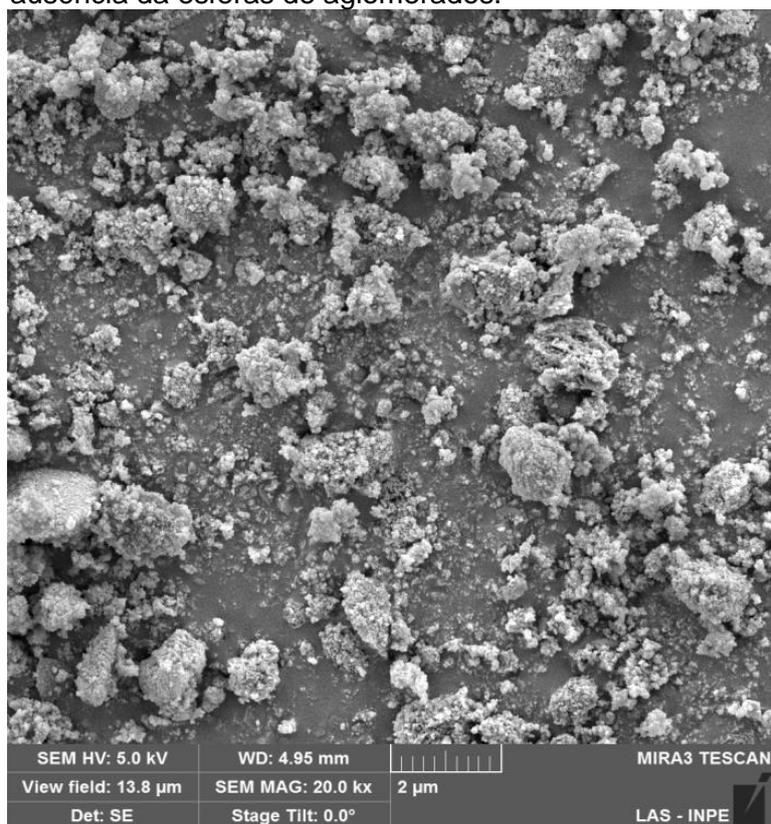
Figura 4.19 - Distribuição do tamanho de partículas da zircônia defloculada utilizada neste trabalho.



Fonte: Produção do Autor.

As imagens obtidas por MEV da zircônia defloculada confirmam a presença de uma faixa larga de distribuição de tamanhos de partículas. As esferas formadas por aglomerados de nanopartículas presentes no pó como recebido não foram observada no pó defloculado, evidenciando novamente a eficácia da técnica.

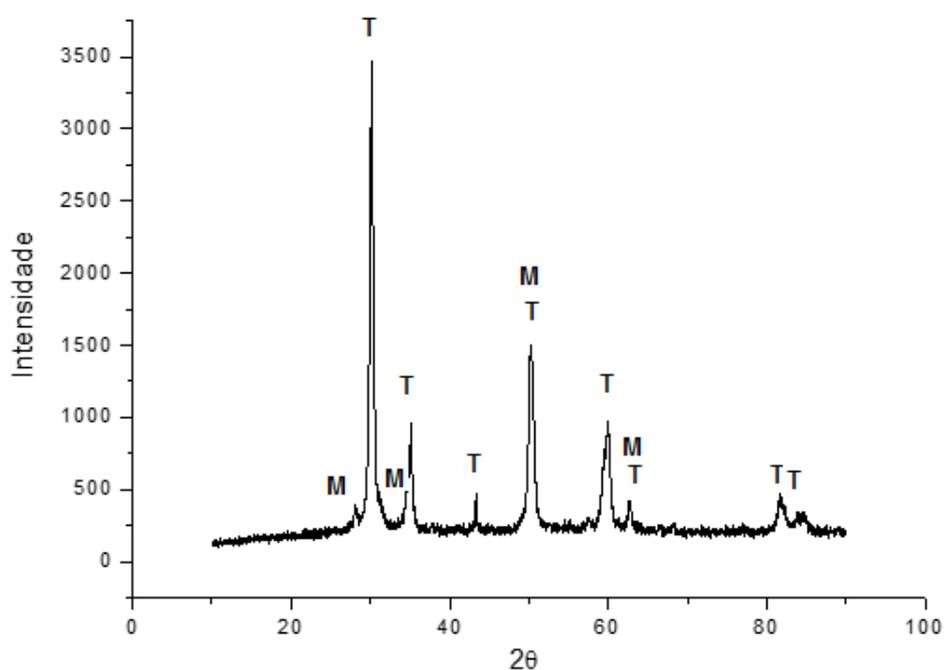
Figura 4.20 - Imagem obtida por MEV do pó de zircônia defloculada mostrando a ausência da esferas de aglomerados.



Fonte: Produção do Autor.

As análises de difração de raios X, apresentadas na Figura 4.21 não apontam alterações significativas nas intensidades relativas dos picos das fases presentes, mostrando que o processamento à que os pós foram sujeitos não transformam as fases tetragonais em monoclinicas.

Figura 4.21 - Difratoograma de raios X da amostra de pó de zircônia defloculada.

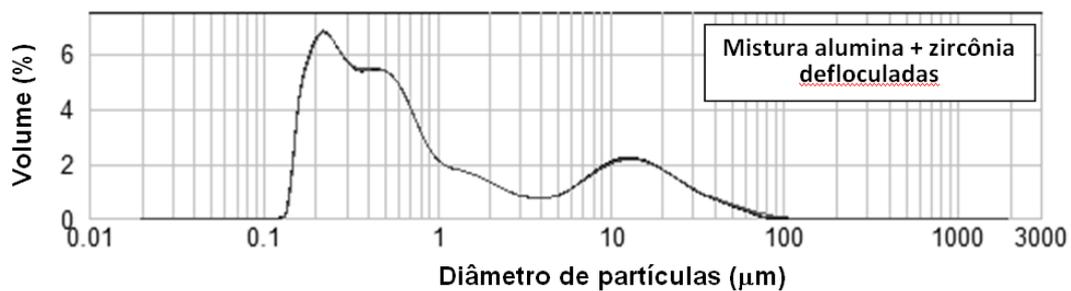


Fonte: Produção do Autor.

A curva de distribuição de tamanhos de partículas mistura dos pós de alumina+zircônia defloculada, obtidos após o processo de defloculação, apresentou um volume maior em faixas de partículas de tamanhos menores. No entanto, uma faixa do volume permaneceu entre 10 e 60 μm , evidenciando uma pequena parcela de aglomerados de partículas. O tamanho médio de partículas do pó desta mistura é de 0,50 μm . A curva de distribuição do tamanho de partículas da mistura defloculada é apresentada na Figura 4.22.

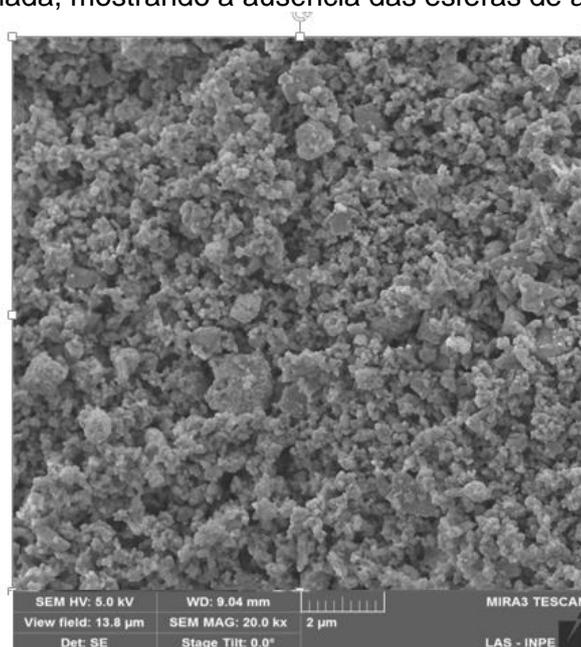
Ao pó deste compósito apresentou variação na morfologia das partículas após a defloculação, como observado na imagem mostrada na Figura 4.23 obtida por MEV. A imagem também confirma a presença de partículas menores neste sistema defloculado.

Figura 4.22 - Curva de distribuição de tamanhos de partículas para a mistura de pós de alumina+zircônia defloculada.



Fonte: Produção do Autor.

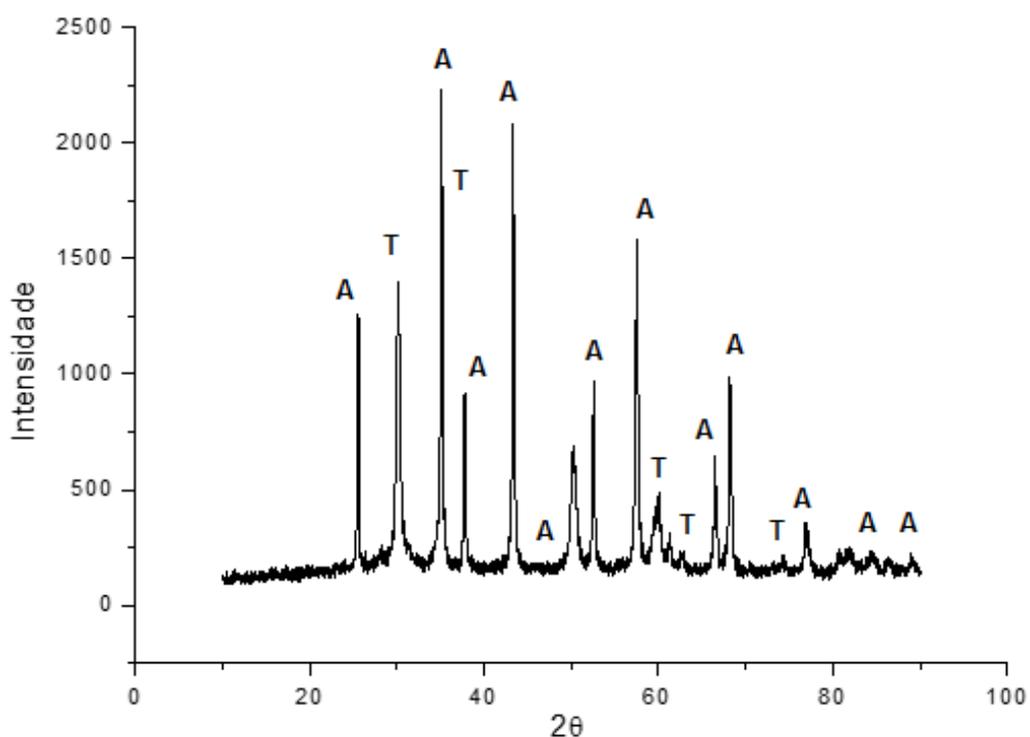
Figura 4.23 - Imagens obtidas por MEV do pó da mistura alumina+zircônia defloculada, mostrando a ausência das esferas de aglomerados.



Fonte: Produção do Autor.

A análise do difratograma de raios X também confirmou a ausência de transformação de fases na mistura após o processamento de defloculação aplicado, conforme apresentado na Figura 4.24.

Figura 4.24 - Difratoograma de raios X da amostra de pó mistura defloculada.



Fonte: Produção do Autor.

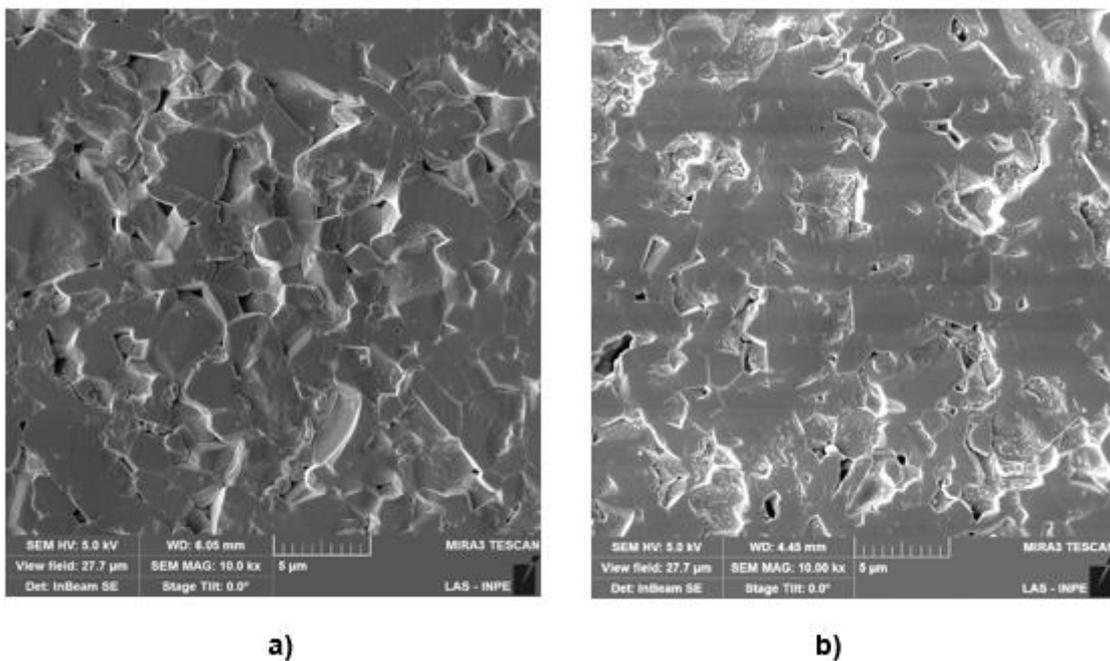
4.8. Análise das microestruturas

A Figura 4.25 mostra como a adição de MgO na alumina afetou o tamanho e a forma dos grãos nas cerâmicas sinterizadas. Observa-se que razão de aspecto dos grãos diminuiu, devido a maior quantidade de grãos colunares presentes na microestrutura da cerâmica de alumina sem MgO. As cerâmicas produzidas a partir dos pós de alumina defloculados apresentaram microestruturas com tamanhos de grãos menores, além de menor quantidade de defeitos de empacotamento de partículas, como esperado.

As cerâmicas de zircônia, apesar de terem sido preparadas com pós nanoparticulados, apresentaram um crescimento de grãos, perdendo a característica de nanoestrutura, como observado na Figura 4.25. Este fato foi correlacionado, principalmente à alta temperatura de sinterização, 1550 °C,

utilizada para ambas as cerâmicas. De acordo com a curva de dilatação linear deste material como apresentado na Figura 3.6, a temperatura adequada para sinterização deveria ser da ordem de 1400 °C.

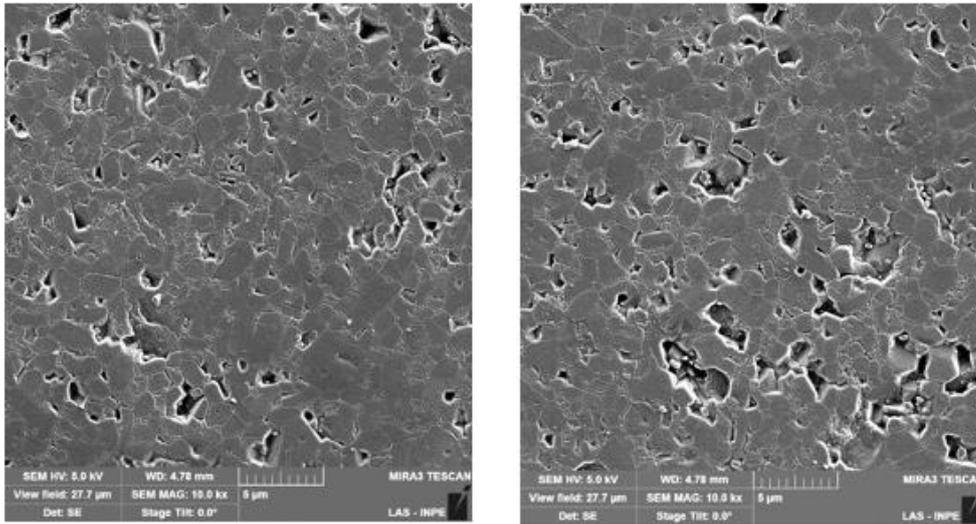
Figura 4.25 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de alumina sinterizadas.



a) como recebida e b) como recebida com MgO.

Fonte: Produção do Autor.

Figura 4.26 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de alumina sinterizadas



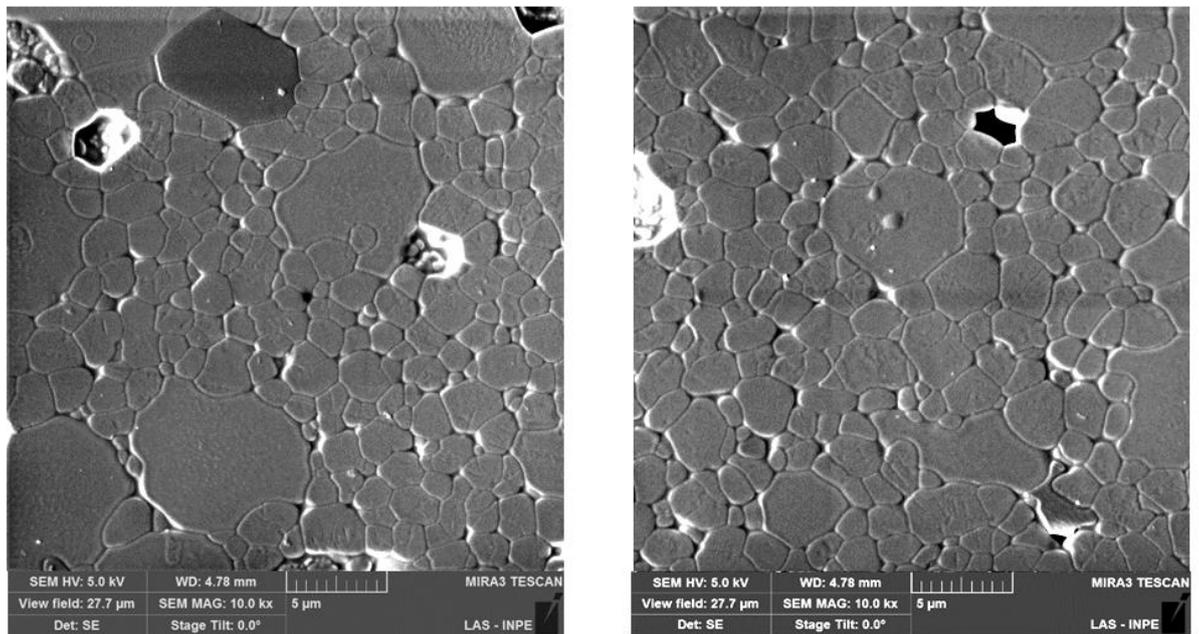
a)

b)

a) defloculada e b) defloculada com MgO.

Fonte: Produção do Autor.

Figura.4.27 - Imagens obtidas por MEV das cerâmicas de zircônia sinterizadas.



a)

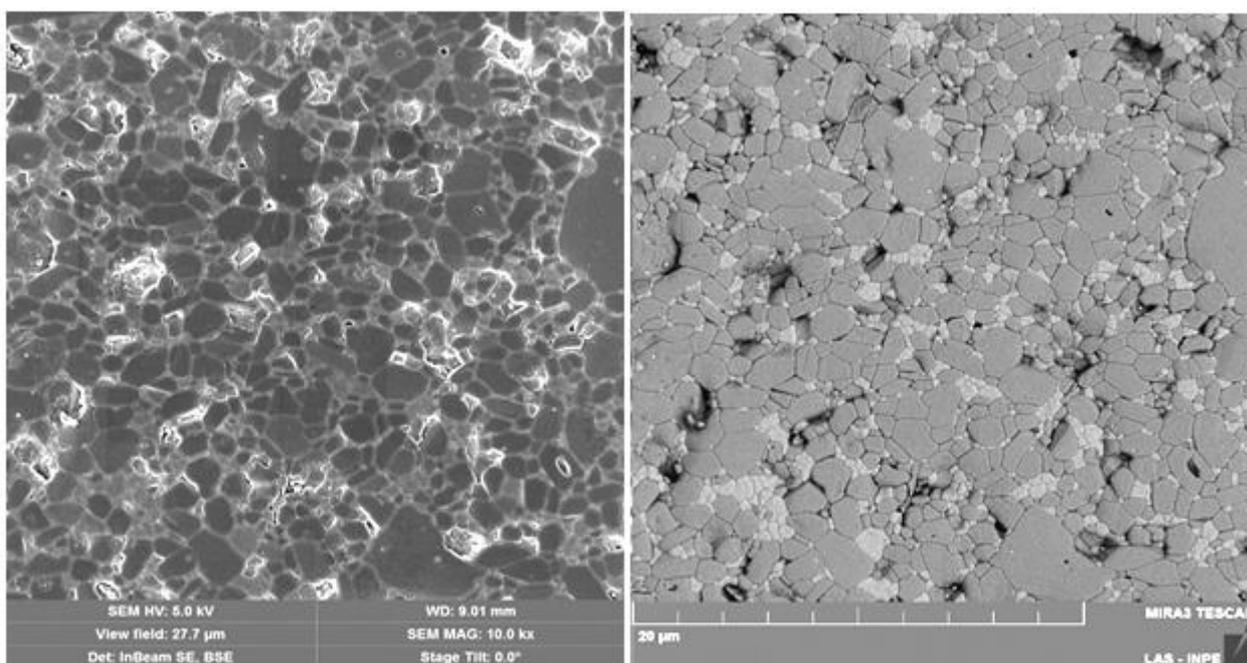
b)

a) como recebida e b) defloculada

Fonte: Produção do Autor.

As imagens obtidas por MEV dos compósitos cerâmicos de alumina-zircônia obtidos neste trabalho são mostrados nas Figuras 4.28 a 35. Observa-se pela Figura 4.27 que a mistura dos pós como recebidos, apesar de terem sido misturados por via úmida, apresentou a dispersão mais heterogênea de partículas de zircônia na matriz da alumina. A análise da imagem da Figura 4.28 mostra que a mistura das suspensões defloculadas de alumina e de zircônia apresentou a melhor homogeneidade de distribuição dos grãos de zircônia na matriz de alumina. A Figura 4.30 mostra que mistura alumina+zircônia defloculada apresentou características intermediárias quanto a presença de poros e homogeneidade da microestrutura.

Figura 4.28 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas.



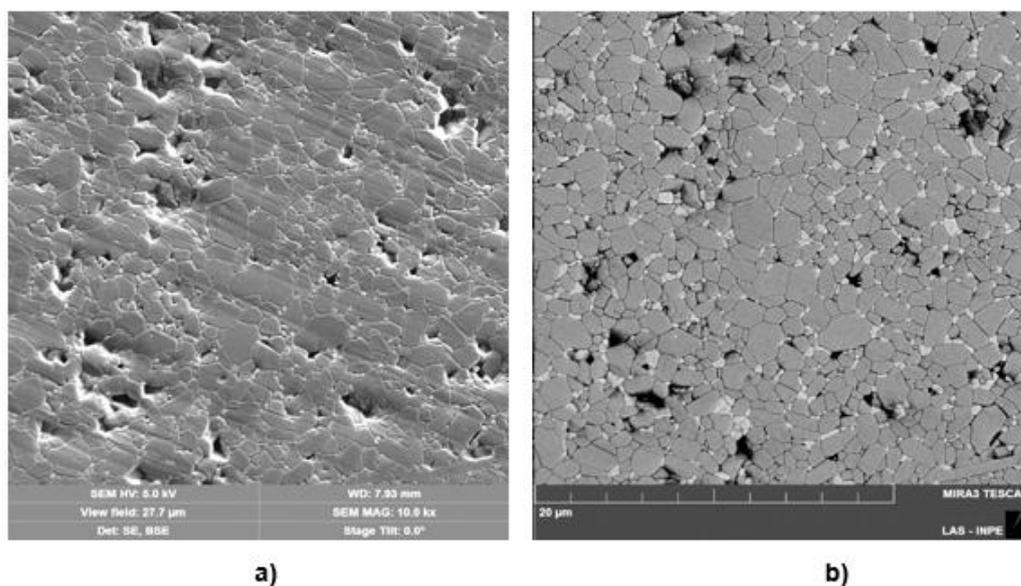
a)

b)

Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: Produção do Autor.

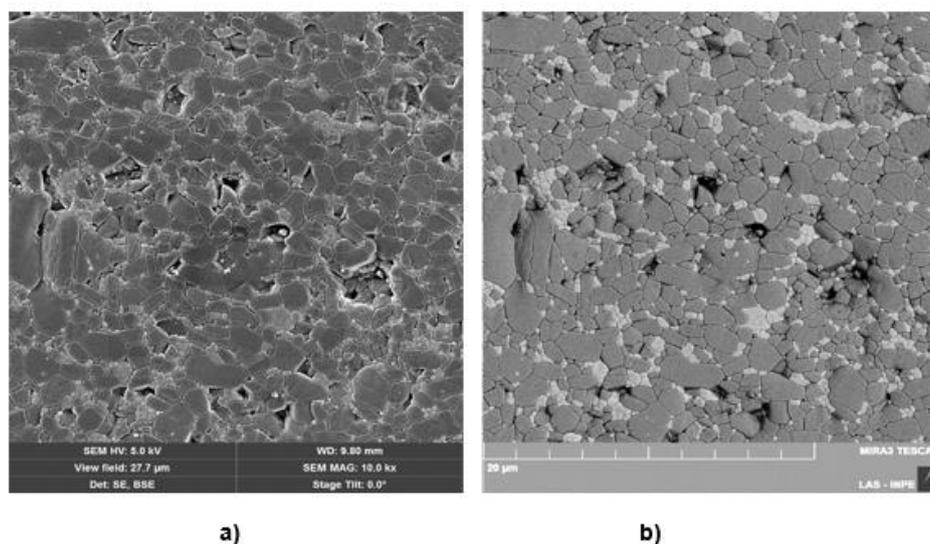
Figura.4.29 - Imagens obtidas por MEV da cerâmicas sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina+zircônia



Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: Produção do Autor.

Figura.4.30 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia

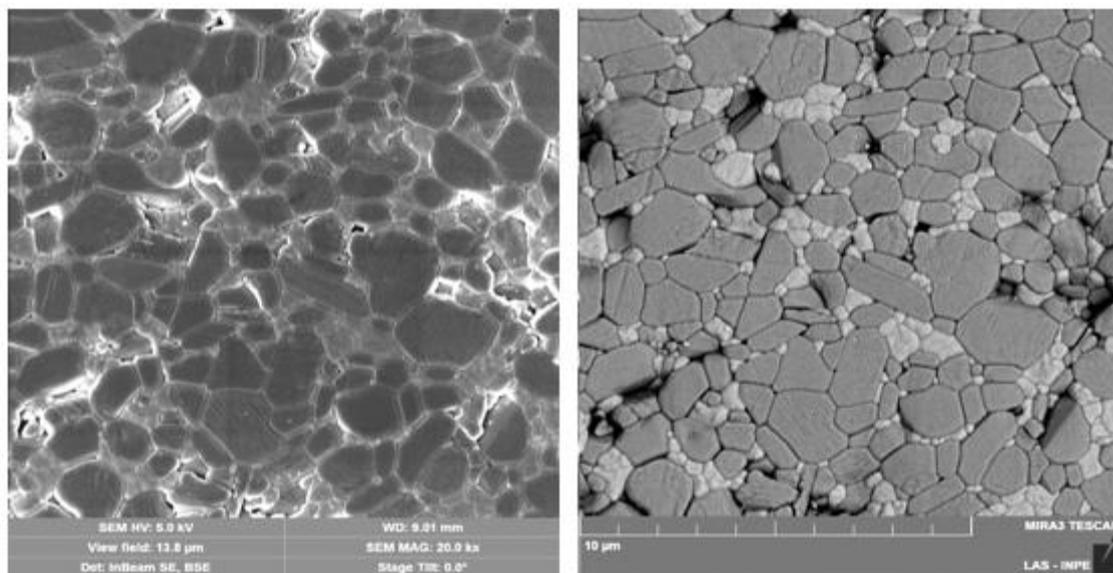


Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: Produção do Autor.

As imagens mostradas nas Figuras de 4.31 a 4.33 permitem a observação do posicionamento dos grãos de zircônia na microestrutura da matriz da alumina. Em todos os compósitos, os grãos de zircônia estão localizados preferencialmente nos contornos de grãos e região de intersecção dos grãos da matriz da alumina. No entanto, existem alguns grãos de zircônia no interior de grãos de alumina, intragranulares. Devido a quantidade de zircônia presente nos compósitos e à aglomeração ocorrida durante a etapa de secagem dos pós, mesmo nos sistemas defloculados, é possível observar aglomerados sinterizados de partículas por toda a microestrutura. Deste modo, os grãos que apresentam composição mista e tamanho relativamente maior que os demais são apontados como fruto da densificação dos aglomerados de partículas menores. Estas características podem ser melhor observadas nas Figuras 4.34 à 4.36.

Figura 4.31 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas



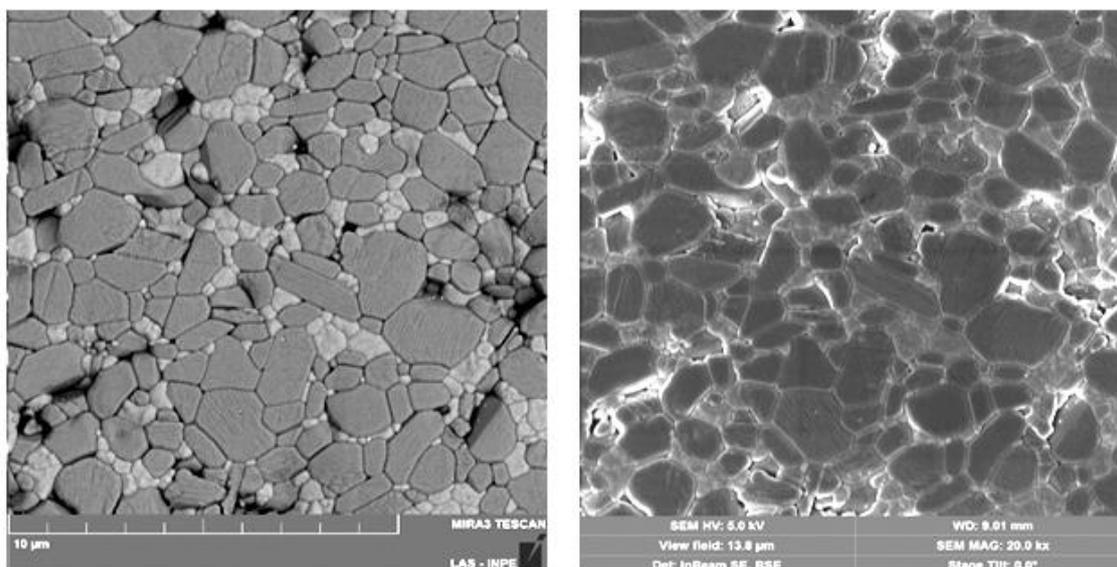
a)

b)

Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: Produção do Autor.

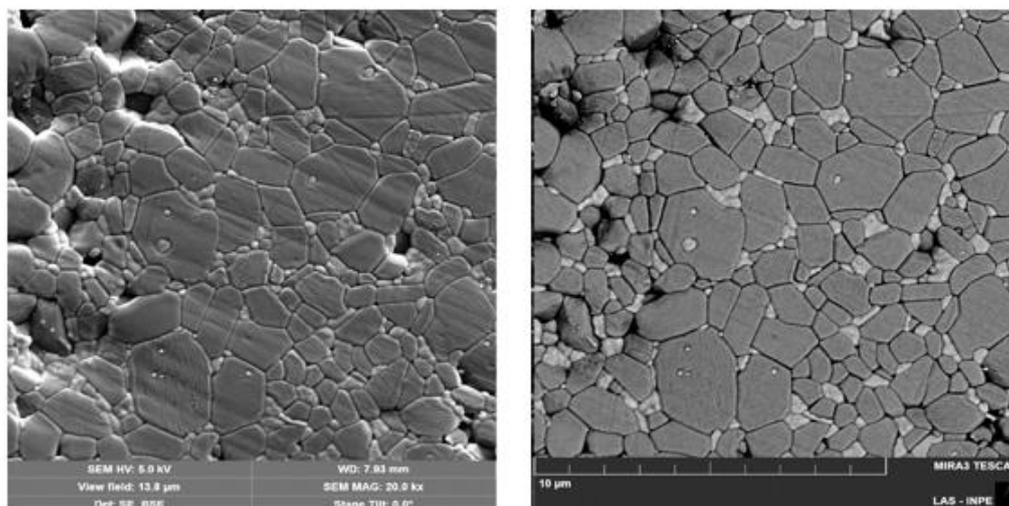
Figura 4.32 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como defloculada



Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor.

Figura 4.33 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina+zircônia.



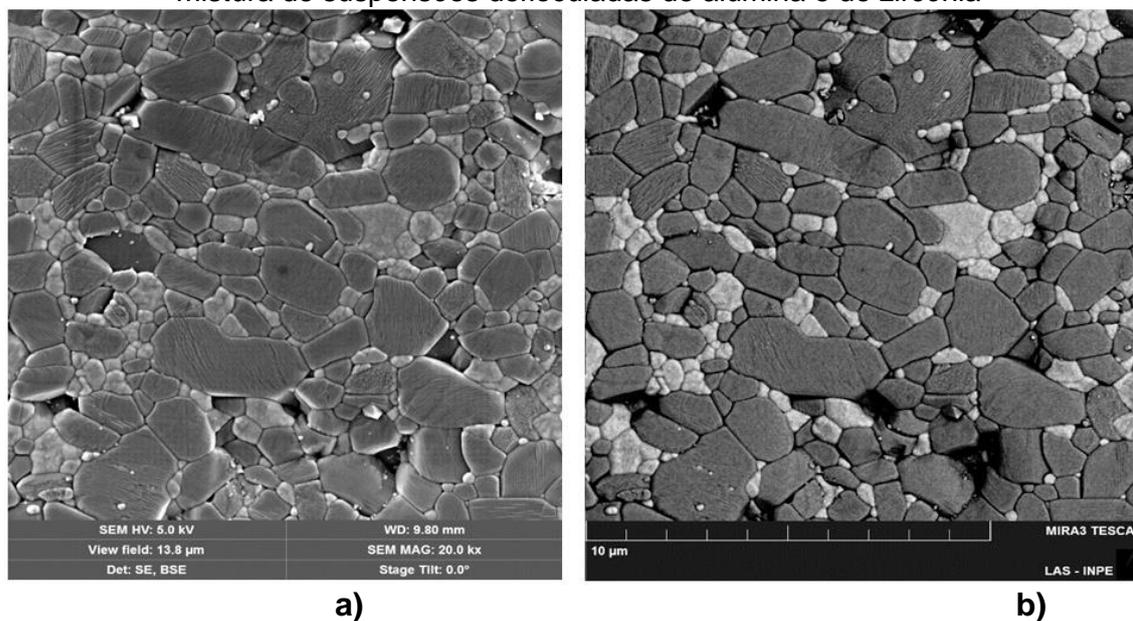
a)

b)

Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor

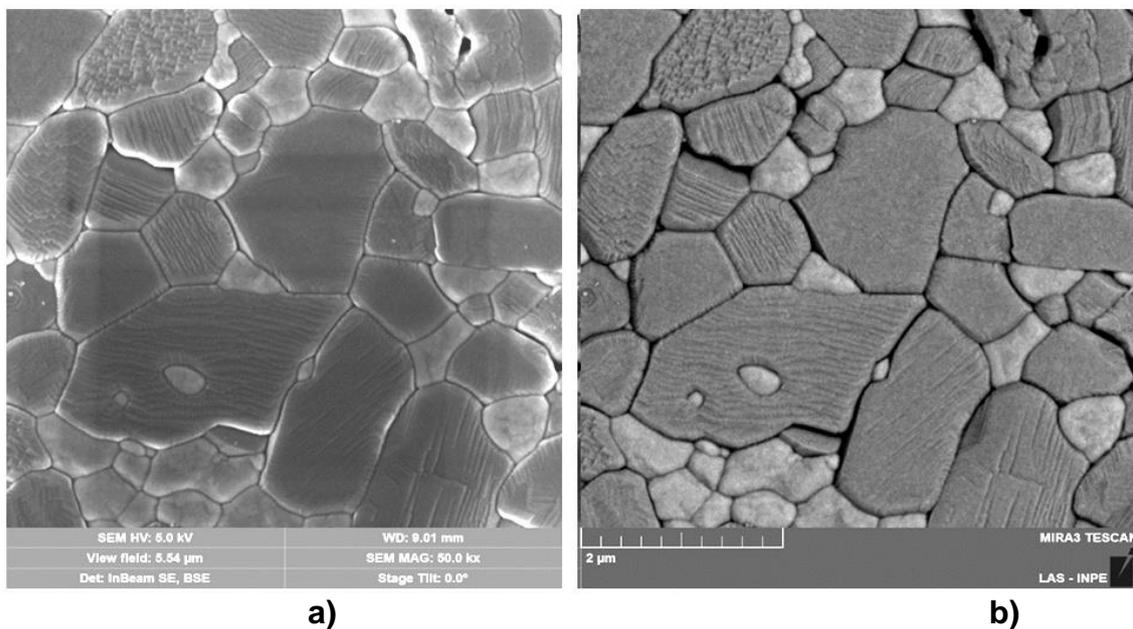
Figura 4.34 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia



Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor

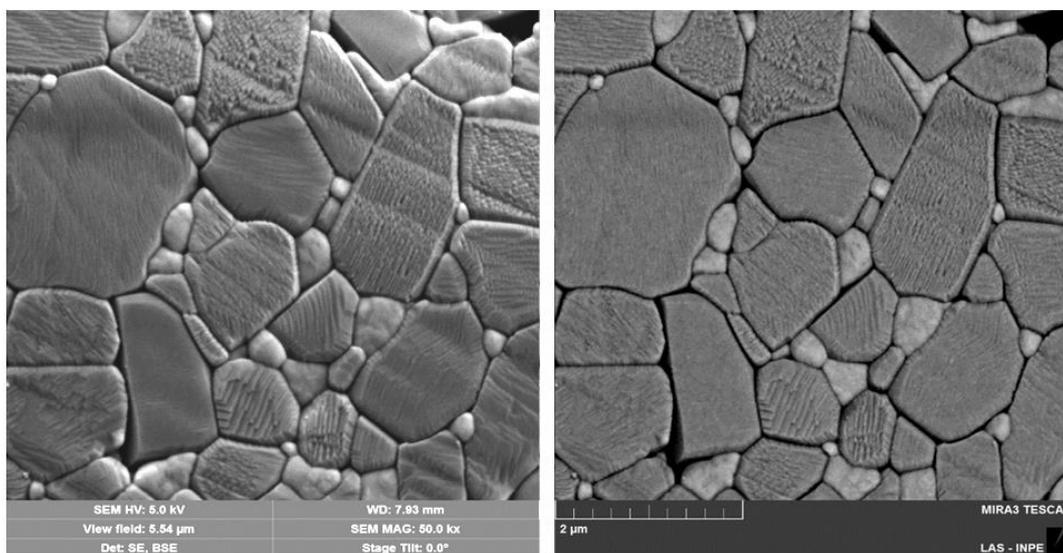
Figura 4.35 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica obtida a partir da mistura de alumina-zircônia como recebidas



Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor

Figura 4.36 - Imagens obtidas por MEV da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura defloculada de alumina zircônia.



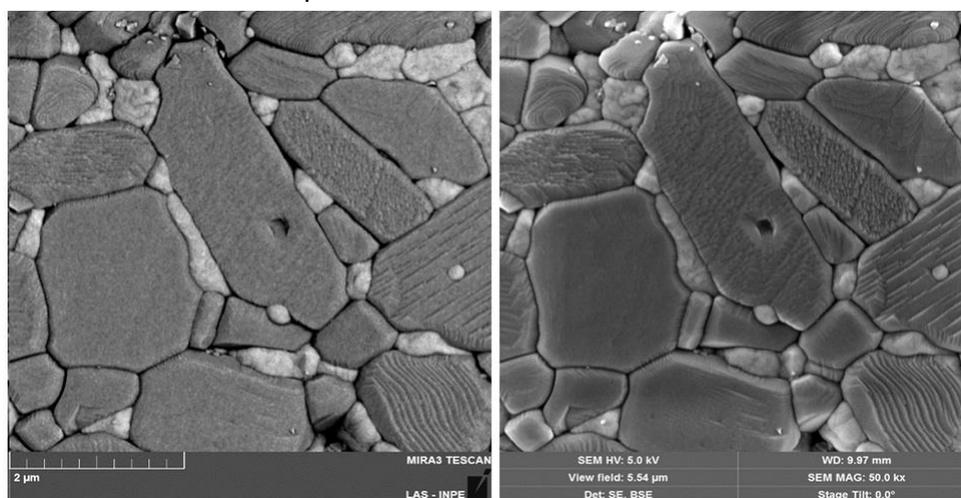
a)

b)

Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor

Figura 4.37 - Imagens obtidas por MEV, da cerâmica sinterizada obtida a partir da mistura de suspensões defloculadas de alumina e de zircônia



a)

b)

Obtidas por: a) elétrons secundários e b) elétrons retroespalhados.

Fonte: produção do Autor

4.9. Análises das superfícies de fratura das cerâmicas sinterizadas

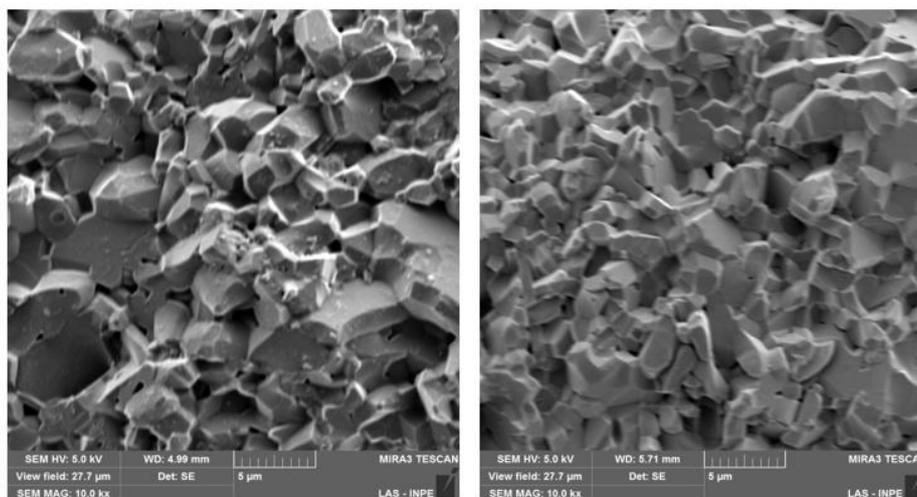
O comportamento da fratura nos compósitos cerâmicos pode estar relacionado às modificações nos contornos de grão e ao tamanho dos grãos da matriz. (Faber, 1983 e Tonello, 2013).

A presença de uma segunda fase no contorno de grãos, tende a promover a dissipação da energia da trinca por mecanismo de deflexão desta, mudando o caminho desta trinca. Como consequência, ocorre o aumento da tensão de fratura e da tenacidade à fratura do compósito. O desvio do caminho desta trinca permite, que ela continue a caminhar pelo contorno de grão, promovendo a fratura intergranular (Faber, 1983).

A distribuição dos tamanhos de grãos da microestrutura da matriz também afeta o comportamento da fratura. Para toda cerâmica densa existe um tamanho crítico de grão (d_c). Para grãos com tamanhos menores que d_c as trincas tendem a caminhar pelo contorno de grão (fratura intergranular) e para grãos com tamanhos maiores que d_c as trincas tendem a caminhar pelo interior do grão, promovendo a fratura intragranular (FABER, 1983).

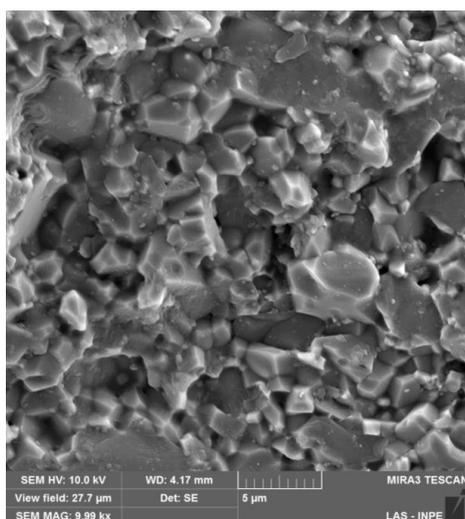
As superfícies de fratura das cerâmicas de alumina, da zircônia e do compósito alumina-zircônia (Figs 4.38 a 4.41) mostram a ocorrência de fraturas inter e intragranular.

Figura 4.38 - Superfícies de fratura das cerâmicas de alumina sinterizadas



a)

b)



c)

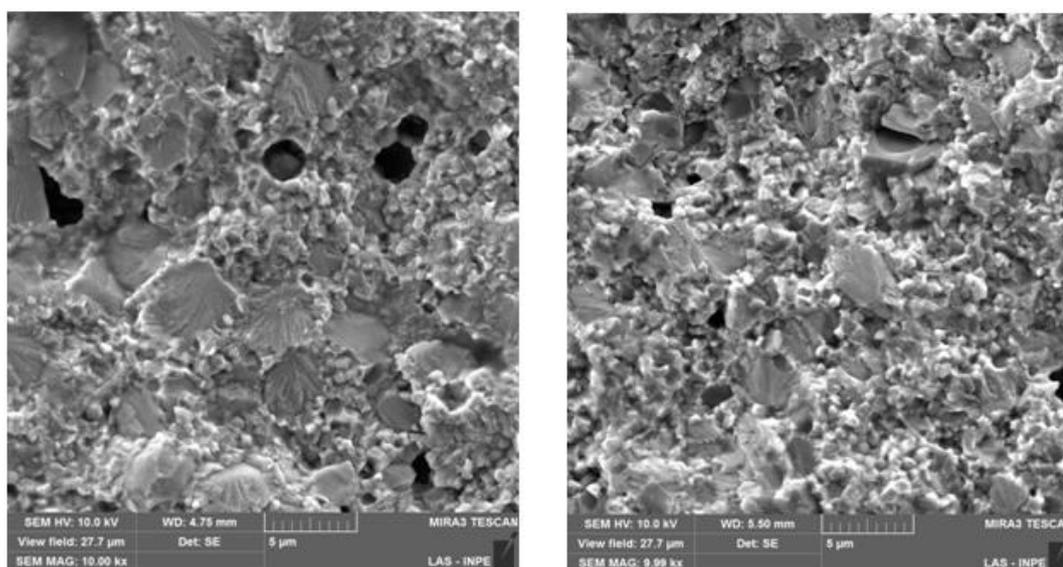
Obtida a partir da: a) alumina como recebida, b) alumina como recebida com MgO, c) Alumina defloculada com MgO.

Fonte: Produção do Autor.

As zircônias também apresentaram algumas superfícies planas na fratura e este fato foi correlacionado ao modo de fratura intra e intergranular observado neste material. As superfícies são bastante irregulares e são uma evidência dos tamanhos reduzidos de grãos em ambas as amostras. As imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.39.

As misturas apresentaram comportamento similar aos de seus constituintes em separado. Ambas apresentaram modos de fraturas mistos, tanto inter quanto intragranulares, como observado na Figura 4.39. Alguns grãos foram rompidos, pois apresentam sub estruturas dentro dos grãos, com subcontornos e subgrãos, provenientes da densificação de aglomerados de nanopartículas. Deste modo, algumas superfícies de fratura dos grãos são na verdade provenientes fraturas intragranulares entre os subgrãos.

Figura 4.39 - Superfícies de fratura das cerâmicas de zircônia sinterizadas.



a)

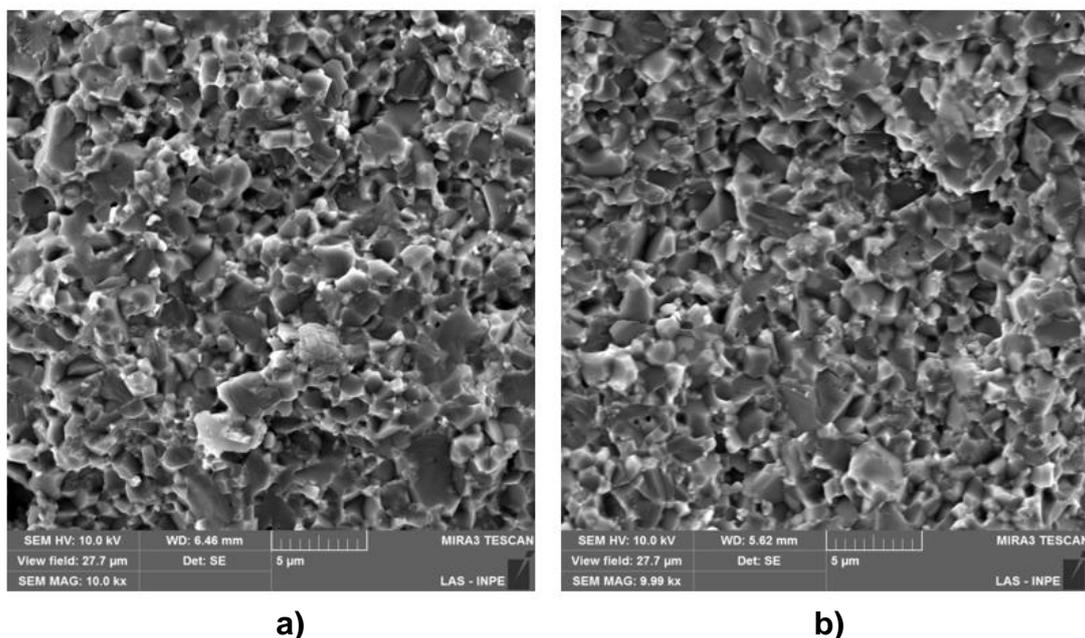
b)

Obtidas a partir da: a) zircônia como recebida e b) zircônia defloculada.

Fonte: Produção do Autor.

A Fig.4.40 apresenta as imagens obtidas por MEV das superfícies de fratura das amostras defloculadas.

Figura 3.40 - Superfícies de fratura dos compósitos cerâmicos de alumina-zircônia sinterizados.



Obtidas a partir da: a) mistura de pós da mistura defloculada e b) mistura de suspensões defloculadas.

Fonte: Produção do Autor

4.10. Difração de raios x dos pós e das cerâmicas sinterizadas

As fases presentes nos pós e nas cerâmicas sinterizadas foram investigadas. O objetivo foi avaliar possíveis formações de compostos químicos e se as características das matérias primas foram alteradas durante o processamento. A Tabela 4.11 mostra as fases cristalinas presentes nos pós e cerâmicas produzidos neste trabalho.

Os pós e cerâmicas de alumina apresentaram a fase cristalina alumina α unicamente. Após o tratamento térmico de sinterização não foram observadas mudanças nas fases cristalinas presentes. A fase cristalina espinélio, esperada nos sistemas com MgO, não foi detectada no experimento. Isto pode estar relacionado à pequena quantidade de MgO adicionado.

Tanto os pós quanto as cerâmicas de zircônia apresentaram tanto as fases cristalinas tetragonal e monoclínica. As cerâmicas de zircônia

sinterizadas apresentaram picos de difração da fase monoclinica maiores, uma evidência indireta do aumento da quantidade dessa fase e da transformação de parte da fase tetragonal durante o processamento. A diminuição quantidade de fase tetragonal afeta o potencial máximo das propriedades mecânicas, como tenacidade à fratura, dureza e tensão de fratura.

Tabela 4.11 - Fases cristalinas presentes nos pós e cerâmicas cerâmicos sinterizados.

MATERIAL	PÓS	CORPOS SINTERIZADOS
Alumina CR	Alumina α	Alumina α
Alumina CR + MgO	Alumina α	Alumina α
Alumina defloculada	Alumina α	Alumina α
Alumina defloculada + MgO	Alumina α	Alumina α
Zircônia CR	Tetragonal e monoclinica	Tetragonal e monoclinica
Zircônia Defloculada	Tetragonal e monoclinica	Tetragonal e monoclinica
Mistura CR	Alumina α e zircônia tetragonal	Alumina α e zircônia tetragonal e monoclinica
Mistura Defloculada	Alumina α e zircônia tetragonal	Alumina α e zircônia tetragonal e monoclinica
Mistura de suspensões defloculadas	Alumina α e zircônia tetragonal	Alumina α e zircônia tetragonal e monoclinica

CR: como recebido

Fonte: Produção do Autor.

Os pós e cerâmicas de obtidas a partir das misturas de pós resultados similares ao observado nas aluminas e nas zircônias, ou seja, a fase alumina α manteve-se estável e uma fração da zircônia se transformou em monoclinica.

4.11. Densidade dos corpos sinterizados

Os valores de densidade das cerâmicas sinterizadas foram avaliados, devido à importância desta propriedade no projeto das blindagens. Os resultados são apresentados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 – Densidade dos corpos cerâmicos avaliados.

MATERIAL	DENSIDADE (g/cm³)	DENSIDADE RELATIVA (%)
Alumina CR	3,61 ± 0,12	92,56
Alumina CR + MgO	3,64 ± 0,15	93,33
Alumina defloculada	3,67 ± 0,08	94,10
Alumina defloculada + MgO	3,78 ± 0,13	96,92
Zircônia CR	5,41 ± 0,15	89,13
Zircônia defloculada	5,91 ± 0,12	97,36
Mistura CR	4,07 ± 0,18	92,92
Mistura defloculada	4,13 ± 0,13	94,29
Mistura suspensões defloculadas	4,21 ± 0,08	96,12

Fonte: Produção do Autor.

Entre as aluminas, os sistemas defloculados atingiram uma densificação ligeiramente melhor com desvio padrão menor. Este resultado evidencia a melhor homogeneidade alcançada e a presença de menos defeitos na microestrutura, provenientes principalmente do empacotamento do pó na etapa de prensagem. As cerâmicas que continham MgO também apresentaram maiores densificações, o que refletiu nas propriedades mecânicas de modo positivo. A presença do MgO resultou em grãos com tamanhos menores, o que resultou em maiores áreas de contato grão-grão e, devido aos processos difusivos inerentes do processo de sinterização, densificou a microestrutura.

A zircônia defloculada apresentou densificação maior pelos mesmos motivos mencionados para a alumina, ao seja, as faixas menores de tamanhos de grãos dos pós defloculados propiciaram empacotamentos melhores durante a etapa de prensagem. Isto refletiu nas microestruturas mais densas e com valores maiores de propriedades mecânicas. Foram observados desvios padrões menores para as cerâmicas defloculadas, apoiando o argumento de que o processo de defloculação melhora a homogeneidade do sistema. Nas cerâmicas obtidas a partir das misturas é possível observar a diminuição da quantidade de defeitos de empacotamento, provenientes dos processos de defloculação. As misturas defloculadas apresentaram os maiores valores de densidade e os menores valores de desvio padrão. Os maiores valores de densidade refletiram nas melhores propriedades mecânicas deste compósito, como relatado na literatura. Em especial, os compósitos cerâmicos de alumina-zircônia obtidos pelo processamento proposto por Pierri (2008) apresentaram melhores resultados. As partículas mais homogeneamente distribuídas e a menor presença de defeitos de empacotamento proveram maior densificação.

4.12. Caracterização das propriedades mecânicas dos corpos sinterizados

4.12.1. Dureza dos corpos sinterizados

Os valores de dureza Vickers dos materiais foram determinados devido a sua grande importância como variável no equacionamento das espessuras das paredes amortecedoras e de fundo da blindagem tipo Wipple. Além disto, estes valores são indicativos das melhorias obtidas pelo processo de defloculação. As durezas são apresentadas na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 – Valores médios de dureza Vickers das cerâmicas sinterizadas e seus respectivos desvios padrões.

CERÂMICA	DUREZA VICKERS (GPa)
Alumina CR	14,37 ± 0,81
Alumina CR + MgO	15,25 ± 0,67
Alumina defloculada	16,28 ± 0,72
Alumina defloculada + MgO	17,58 ± 0,87
Zircônia CR	16,13 ± 0,95
Zircônia defloculada	16,33 ± 0,37
Mistura CR	14,37 ± 0,44
Mistura defloculada	17,85 ± 0,89
Mistura de suspensões defloculadas	17,51 ± 0,33

Fonte: Produção do Autor.

Entre as aluminas, foi observado o aumento da dureza com a adição do MgO. O mesmo foi observado para os sistemas defloculados. Ambos foram correlacionados aos menores tamanhos de grãos obtidos e ao consequente aumento da densificação da microestrutura. Deste modo a ponta do penetrador encontrou menos vazios e a resistência à penetração foi menor, diminuindo a dureza. As cerâmicas de alumina defloculadas apresentaram as maiores valores de densidade e, conseqüentemente, os valores de maiores dureza.

Entre as cerâmicas de zircônia foi observado o mesmo comportamento dos valores de dureza, evidenciando novamente o efeito da defloculação na microestrutura. Neste caso, a zircônia defloculada apresentou um acréscimo significativo no valor de dureza, devido ao melhor empacotamento das partículas nos processos de prensagem e à temperatura de sinterização utilizada. O valor do desvio padrão para a cerâmica de zircônia defloculada foi menor e reforça o argumento da validade do processo de defloculação.

As cerâmicas obtidas a partir das misturas dos pós de alumina e zircônia (compósitos cerâmicos) também foram diretamente influenciadas pela defloculação. A cerâmica obtida a partir da mistura dos pós como recebidos apresentou menor valor de dureza dentre as demais, pois sofreu a influência dos defeitos de empacotamento no processo de prensagem. As cerâmicas obtidas a partir da mistura defloculada e da mistura de suspensões defloculadas apresentaram valores médios semelhantes. No entanto a mistura defloculada mostrou um valor de desvio padrão significativamente menor, comprovando que o processo de defloculação resulta em uma maior homogeneidade da microestrutura.

4.12.2. Tensão de ruptura das cerâmicas sinterizadas

Os valores de tensões de fratura das cerâmicas sinterizadas foram obtidas devido a sua grande importância como propriedade mecânica em um evento balístico em condições hipervelocidade. Estes valores são apresentados na Tabela.4.14:

Tabela.4.14 – Médias dos resultados obtidos das tensões de fratura dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.

CERÂMICA	TENSÃO DE FRATURA (MPa)	MÓDULO DE WEIBULL
Alumina CR	175,56 ± 29,37	6,15
Alumina CR + MgO	195,52 ± 55,88	3,90
Alumina defloculada	215,26 ± 20,75	11,99
Alumina defloculada + MgO	218,94 ± 33,77	7,33
Zircônia CR	352,72 ± 108,01	7,17
Zircônia defloculada	431,46 ± 114,98	8,75
Mistura CR	324,06 ± 80,25	4,03
Mistura defloculada	405,22 ± 45,45	8,38

Mistura de suspensões defloculadas	398,48 ± 44,02	10,65
------------------------------------	----------------	-------

Fonte: Produção do Autor.

As cerâmicas de alumina que continham MgO apresentaram maiores valores de tensão de fratura, mas os valores de desvio padrão aumentaram consideravelmente. A microestrutura destas cerâmicas apresentaram menor quantidade de grãos alongados, lunares, o que pode explicar tal aumento no valores do desvio padrão. Os valores de tensão de fratura das cerâmicas de alumina como recebido, se mantiveram próximos aos relatados na literatura e as cerâmicas defloculadas apresentaram valores maiores, o que mostra a eficácia do uso do defloculante PABA. As cerâmicas de alumina defloculadas apresentaram os melhores valores de tensão de fratura e menores valores de desvio padrão. O melhor empacotamento das partículas durante a etapa da compactação e a consequente maior densificação foi o fator apontado como o principal contribuinte. Este fato é evidenciado pelos menores valores de desvio padrão destas aluminas e pelos maiores valores de módulo de Weibull. Um outro fator que fortalece a argumentação são os menores valores densidade obtidas experimentalmente.

As zircônias se comportaram de modo similar às aluminas, ou seja, nos cerâmicas defloculadas os valores de tensão de fratura foram superiores e os valores de desvio padrão menores. As cerâmicas de zircônia como recebido são formadas de pequenos aglomerados de partículas, como descrito anteriormente. Deste modo, somente a agitação no moinho não foi necessária para romper estes aglomerados totalmente e o sistema apresentou maior quantidade de defeitos de empacotamento, o que levou ao decréscimo do valor médio de tensão de fratura. No entanto, estes valores não foram muito diferentes. Este fato foi atribuído à alta temperatura de sinterização utilizada e à densificação das cerâmicas. A zircônia defloculada densificou mais e assim apresentou melhor homogeneidade na microestrutura, resultando no maior valor do módulo de Weibull. Em relação à literatura, os dois sistemas se

comportaram de forma semelhante e ficaram dentro da faixa típica destas propriedades.

As cerâmicas obtidas a partir das misturas defloculadas apresentaram resultados significativamente maiores para os valores médios de tensão de fratura e menores valores de desvio padrão. Isto demonstra a melhor homogeneidade das microestruturas das cerâmicas em relação à cerâmica obtida pela mistura dos pós como recebidos. Outro fato notório foi o grande aumento nos valores médios de tensão de fratura dos compósitos alumina-zircônia (próximos do dobro) em relação às cerâmicas de alumina sem a adição de zircônia. Este aumento é prova da atuação dos mecanismos de tenacificação descritos na literatura. Durante a etapa experimental foram observadas fraturas com mais de uma superfície, indicativo da ocorrência de mecanismos de ramificação das trincas. O módulo de Weibull da mistura de suspensões defloculadas foi muito superior aos demais, comprovando a maior homogeneidade da microestrutura.

4.12.3. Módulo de elasticidade das cerâmicas sinterizadas

Os valores médios do módulo de elasticidade, obtidos pelos ensaios de flexão em quatro pontos e calculados por meio da Lei de Hooke são apresentados na Tabela.4.15.

Tabela 4.15 – Médias dos resultados obtidos dos módulos elásticos dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.

CERÂMICA	MÓDULO DE ELASTICIDADE (GPa)
Alumina CR	297,31 ± 7,16
Alumina CR + MgO	290,58 ± 67,99
Alumina defloculada	188,47 ± 8,62
Alumina defloculada + MgO	183,77 ± 31,55
Zircônia CR	197,36 ± 9,37

Zircônia defloculada	203,07 ± 15,36
Mistura CR	221,13 ± 44,20
Mistura defloculada	192,36 ± 11,81
Mistura de suspensões defloculadas	187,47 ± 11,38

Fonte: Produção do Autor.

As cerâmicas de alumina como recebido apresentaram valores de módulo de elasticidade maiores que as cerâmicas obtidas a partir dos defloculados. Estes valores maiores foram relacionados, principalmente, aos menores tamanhos dos grãos e às menores quantidades de defeitos nas microestruturas. A adição de MgO nas cerâmicas de alumina contribuiu para a diminuição dos valores do módulo de elasticidade e também foi menores aos menores tamanhos dos grãos na microestrutura. No entanto, o MgO alterou os valores do desvio padrão de forma negativa e pode ser um indicio que não foi obtida uma boa dispersão do MgO na microestrutura da alumina.

As cerâmicas de zircônia como recebido e defloculada apresentaram valores médios de módulo de elasticidade semelhantes.

As cerâmicas obtidas pelo processo de mistura dos pós como recebidos, apresentaram o maior médio do módulo elástico, devido à maior concentração de defeitos na microestrutura. Já as cerâmicas obtidas pelas misturas defloculada e de suspensões defloculadas se comportaram de modo semelhante. No entanto, as cerâmicas de mistura de suspensões defloculadas apresentaram o menor valor de modulo elasticidade e menor valor de desvio padrão. Isto evidencia que a técnica de defloculação dos pós em separado resulta em maior homogeneidade da microestrutura.

4.12.4. Energia de fratura por unidade de área das cerâmicas sinterizadas

Os valores da energia de fratura por unidade de área (γ_{wof}) das cerâmicas foram calculados por meio do cálculo das áreas abaixo das curvas tensão deformação. Deste modo, a energia de fratura foi dividida pela área da secção transversal dos corpos de provas. Todas as dimensões das seções transversais foram obtidas experimentalmente. Os valores de energia de fratura por unidade de área obtidos, foram utilizados como comparativos entre os materiais estudados. A energia de fratura por unidade de área está correlacionada à capacidade de fragmentação dos projéteis pela parede amortecedora e à frenagem dos projéteis pela parede de fundo. Estes dados são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16 - Médias das energias de fratura dos corpos sinterizados e seus respectivos desvios padrões.

CERÂMICA	ENERGIA DE FRATURA / UNIDADE DE ÁREA (J/mm²)
Alumina CR	47,67 ± 7,77
Alumina CR + MgO	54,2 ± 10,65
Alumina defloculada	38,31 ± 3,21
Alumina defloculada + MgO	40,20 ± 3,15
Zircônia CR	62,70 ± 9,37
Zircônia defloculada	50,04 ± 3,63
Mistura CR	54,39 ± 15,00
Mistura defloculada	53,04 ± 3,29
Mistura de suspensões defloculadas	57,73 ± 6,20

Fonte: Produção do Autor.

As cerâmicas de alumina apresentaram bons valores de energia de fratura por unidade de área, sendo a alumina como recebida com MgO a que apresentou a melhor média da propriedade, inclusive, maior que as cerâmicas de zircônia defloculada e as cerâmicas obtidas através da mistura defloculada.

Os resultados sugerem que o processo de defloculação interferiu negativamente nesta propriedade. Este fato pode ser explicado pela maior densidade dos corpos defloculados. Como os valores das resistências à flexão foram maiores e os valores dos módulos de elasticidade menores, os valores das flechas de deformação desses materiais defloculados se tornaram menores. Isto refletiu nos decréscimos das áreas abaixo da curva tensão deformação e na conseqüente queda dos valores de energia de fratura por unidade de área. A presença do MgO aumentou os valores desta propriedade nas cerâmicas de alumina, evidenciando as maiores densificações obtidas com o uso deste aditivo.

As cerâmicas de zircônia comportaram-se de modo semelhante, sendo que as cerâmicas defloculadas apresentaram menores valores de γ_{wof} . Os maiores valores de módulo de elasticidade e os menores valores de flecha de deformação foram apontados como os causadores dos menores valores da área abaixo da curva tensão \times deformação.

As cerâmicas obtidas através das mistura dos pós de zircônia + alumina defloculadas apresentaram os maiores valores de energia de fratura por unidade de área. As pequenas diferenças nos valores obtidos para γ_{wof} nessas cerâmicas não permitiram correlações com as características das microestruturas.

4.12.5. Tenacidade à fratura dos corpos sinterizados

A tenacidade à fratura das cerâmicas sinterizadas foi calculada por três métodos diferentes. O primeiro método (método 1) utilizou a Equação 2.14, dada por:

$$K_{1C} = \frac{0,0726 \times Q}{c^{3/2}}$$

Onde K_{1c} é a tenacidade à fratura (MPa. m^{1/2}), Q é a força aplicada (kgf) e c é a metade do comprimento da trinca provocada pela penetração (m).

O segundo método (método 2) utilizou a Equação 2.15:

$$K_{1c} = 0,036 \cdot E^{0,4} \cdot Q^{0,6} \cdot a^{(-0,7)} \cdot (c/a)^{-1,5} \quad \text{para } c/a > 2,5$$

Onde E é o módulo de elasticidade (MPa/mm), a é o tamanho da marca impressa (m), c é o tamanho da trinca aberta (m) e Q é força aplicada pela ponta Vickers (kgf).

Os dois dados foram obtidos da mesma cerâmica para evitar maiores dispersões nos valores. A Tabela 4.17 apresenta os valores de tenacidade à fratura calculados e os respectivos valores de desvio padrão.

Tabela 4.17 - Média dos resultados de tenacidade à fratura e seus respectivos desvios padrões.

MATERIAL	MÉTODO 1 (MPa.m^{1/2})	MÉTODO 2 (MPa.m^{1/2})
Alumina CR	3,75 ± 0,23	2,03 ± 0,16
Alumina CR + MgO	4,02 ± 0,49	3,24 ± 0,45
Alumina defloculada	5,04 ± 0,48	4,04 ± 0,43
Alumina defloculada + MgO	5,01 ± 0,89	4,00 ± 0,75
Zircônia CR	8,36 ± 1,12	6,05 ± 0,86
Zircônia defloculada	13,37 ± 1,62	10,48 ± 1,38
Mistura CR	6,25 ± 0,99	4,93 ± 0,83
Mistura de suspensões defloculadas	11,67 ± 1,29	8,20 ± 0,81
Mistura defloculada	8,96 ± 0,98	6,65 ± 0,82

Fonte: Produção do Autor.

As cerâmicas de alumina obtidas com os pós defloculados apresentaram os maiores valores de tenacidade à fratura, entre as cerâmicas de alumina. Este fato foi atribuído ao menor tamanho dos grãos da microestrutura e ao melhor empacotamento das partículas na etapa de compactação, devido aos menores tamanhos de partículas do pós defloculados. A adição de MgO resultou em microestruturas com tamanhos de grãos menores. Este fato conduziu ao aumento da quantidade de contornos de grãos e do aumento do caminho médio percorrido pela trinca, contribuindo ao aumento dos valores de tenacidade à fratura.

As zircônias defloculadas apresentaram os maiores valores de tenacidade à fratura entre todos os materiais estudados neste trabalho, como esperado. Novamente, o aumento da tenacidade foi atribuído à microestrutura com grãos de tamanhos menores e, conseqüentemente, ao aumento do caminho médio da trinca. Os menores valores da cerâmica de zircônia como recebida foram atribuídos aos aglomerados não rompidos durante a etapa de mistura e aos defeitos de empacotamento provenientes da etapa de compactação, devido à ausência do defloculante.

Dentre as misturas analisadas, a mistura de suspensões dos pós defloculados obteve os melhores resultados. Este fato foi atribuído à maior homogeneidade da distribuição das partículas de zircônia na matriz de alumina, bem como ao rompimento de grande parte dos aglomerados durante a etapa de defloculação. A mistura de alumina+zircônia defloculada, obtida pelo método tradicional de defloculação, apresentou bons resultados apesar dos valores menores que a mistura de suspensões defloculadas.

4.12.6. Quadro comparativo das propriedades mecânicas obtidas experimentalmente.

Tabela 4.18 – Quadro comparativo das propriedades medidas no trabalho.

CERÂMICA / PROPRIEDADE	ρ relativa (%)	Hv (GPa)	E (GPa)	σ (MPa)	MÓDULO WEIBULL (Para σ)	K _{1c} Vickers (MPa.m ^{1/2})	K _{1c} Energia fratura (MPa.m ^{1/2})
Al ₂ O ₃ CR	92,56	14,37 ± 0,81	297,31 ± 7,16	175,56 ± 29,37	6,15	2,03 ± 0,16	4,35 ± 0,37
Al ₂ O ₃ CR + MgO	93,33	15,25 ± 0,67	290,58 ± 67,99	195,52 ± 55,88	3,90	3,24 ± 0,45	5,33 ± 0,56
Al ₂ O ₃ Def	94,10	16,28 ± 0,72	188,47 ± 8,62	215,26 ± 20,75	11,99	4,04 ± 0,43	6,82 ± 0,67
Al ₂ O ₃ + MgO Def	96,92	17,58 ± 0,87	183,77 ± 31,55	218,94 ± 33,77	7,33	4,00 ± 0,75	6,36 ± 0,24
ZrO ₂ CR	89,13	16,13 ± 0,95	197,36 ± 9,37	352,72 ± 108,01	7,17	6,05 ± 0,86	13,99 ± 0,74
ZrO ₂ Def	97,36	16,33 ± 0,37	203,07 ± 15,36	431,46 ± 114,98	8,75	10,48 ± 1,38	15,46 ± 0,41
(Al ₂ O ₃ + ZrO ₂) CR	92,92	14,37 ± 0,44	221,13 ± 44,20	324,06 ± 80,25	4,03	4,93 ± 0,83	11,23 ± 0,98
(Al ₂ O ₃ + ZrO ₂) Def	94,29	17,85 ± 0,89	192,36 ± 11,81	405,22 ± 45,45	8,38	6,65 ± 0,82	12,24 ± 0,27
Al ₂ O ₃ Def + ZrO ₂ Def	96,12	17,51 ± 0,33	187,47 ± 11,38	398,48 ± 44,02	10,65	8,20 ± 0,81	12,14 ± 0,31

Fonte: Produção do Autor.

4.12.7. Ranking dos materiais candidatos após análises

A tabela 4.19 apresenta os valores obtidos após a execução do cálculo utilizando a matriz de cálculo aplicada na seleção dos materiais candidatos.

Tabela 4.19 – Quadro comparativo das propriedades medidas no trabalho.

ESTRUTURA/ MATERIAL	Al ₂ O ₃ CR	Al ₂ O ₃ CR + MgO	Al ₂ O ₃ Def	Al ₂ O ₃ + MgO Def	ZrO ₂ CR	ZrO ₂ Def	(Al ₂ O ₃ + ZrO ₂) CR	(Al ₂ O ₃ + ZrO ₂) Def	Al ₂ O ₃ Def + ZrO ₂ Def
Parede Amortec.	11,01	10,03	0,32	10,48	14,46	19,09	12,28	15,83	17,60
Parede de fundo	7,66	9,58	9,64	0,74	13,45	17,98	11,60	13,64	14,82

Fonte: Produção do Autor.

Dentre os materiais candidatos à parede amortecedora, a zircônia defloculada foi o material que apresentou um conjunto de propriedades mais próximo do ideal. Apesar da desvantagem da densidade elevada, a zircônia tem maior capacidade de proteção, o que lhe atribuiu valor. O compósito Alumina + zircônia defloculados em separado foi o segundo candidato promissor. A ordem dos materiais mais indicados foi semelhante à esperada em teoria devido aos resultados dos valores das propriedades obtidos ficarem próximos à média da literatura.

Dentre os materiais avaliados para desempenhar a função de parede de fundo, a zircônia defloculada novamente se mostrou apropriada, seguido novamente pelo compósito Alumina + zircônia defloculados em separado. Neste caso a disparidade dos valores da zircônia em relação aos demais candidatos mostra que realmente ela se apresenta como ideal, fazendo o uso de outros apenas uma alternativa de projeto.

5 CONCLUSÕES

Para o estabelecimento de uma métrica da massa crítica do detrito espacial que a blindagem deve frenar, foi realizada uma análise simplificada que levou à conclusão que a massa de 1 g é um limite plausível. Este valor de massa crítica é válido para os satélites CBERS 4 e 4B e contribuiu para a escolha do tipo de sistema de blindagem (Whipple) e para a seleção dos materiais investigados neste trabalho.

O sistema de blindagens Whipple foi considerado o melhor candidato entre os sistemas propostos pela *NASA*, devido ao fato da inexistência de um material único capaz de suportar impactos de objetos em hipervelocidade. Por esta razão, este sistema foi utilizado como modelo para as análises dos materiais cerâmicos candidatos neste trabalho.

As análises e seleção dos materiais candidatos à aplicação como blindagem, mostraram que as cerâmicas de carbetos (SiC e B_4C), apesar dos valores de densidade menores, tensão de fratura e dureza maiores, foram considerados menos promissores para os usos tanto como parede amortecedora quanto parede de fundo no sistema Whipple. As cerâmicas de alumina, de zircônia e o compósito de matriz de alumina com 18,5 % (em massa) de zircônia foram avaliadas como candidatas promissoras para este uso, devido aos maiores valores de densidade e capacidades de proteção dos impactos.

As cerâmicas obtidas a partir dos pós processados por defloculação apresentaram maiores homogeneidades de microestrutura, menores valores de tamanhos de grãos e melhores valores médios de propriedades mecânicas. Estes resultados foram correlacionados às menores quantidades de defeitos de empacotamentos de partículas na etapa de conformação.

Dentre as técnicas avaliadas para a obtenção das misturas, a que forneceu os melhores resultados de propriedades mecânicas foi a de mistura de suspensões defloculadas. Esta técnica propiciou menores valores de desvio padrão e maiores valores do módulo de Weibull (tensão de ruptura), evidenciando que este é o melhor processamento aplicável aos compósitos cerâmicos estudados.

A secagem estática foi apontada como principal fonte de defeitos na microestrutura. Este método propicia um meio favorável ao reaglomeramento dos pós e alternativas melhores devem ser prospectadas a fim de solucionar este problema.

O método de medida da tenacidade à fratura proposto apresentou valores maiores que os métodos comparativos. No entanto, a ordem dos resultados não foi alterada e mostra que este método pode ser utilizado como comparativo entre amostras.

Os valores de energia de fratura por unidade de área mostraram que as amostras de zircônia defloculadas e as amostras das misturas de suspensões defloculadas apresentaram os melhores valores. Este fato foi atribuído aos mecanismos de tenacificação do compósito e às propriedades inerentes da zircônia.

Após a reavaliação dos materiais estudados, foi observado que a zircônia e o compósito alumina + zircônia defloculados em separado foram os candidatos mais promissores. Os valores foram coerentes com o esperado em teoria e a convergência dos resultados aponta que os materiais se comportaram de modo parecido com o esperado.

5.1 Para trabalhos futuros recomenda-se:

- Desenvolver modelos mais detalhados e sofisticados de cálculo de massa crítica de detrito espacial para otimizar a massa da blindagem a ser embarcada em satélites;
- Investigar métodos de secagem dos pós para minimizar a reaglomeração das partículas;
- Determinar parâmetros geométricos de projetos de blindagem como espessura das paredes e espessura entre as paredes e construir um protótipo de testes e
- Avaliar e determinar os demais requisitos de projeto necessários para a implementação do sistema de blindagens nos satélites.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCURATUS CERAMIC CORPORATION. *Silicon carbide material properties*. 2016. Site da empresa. Disponível em: <<http://www accuratus.com>> Acesso em: 31 de jan. de 2016.

ACCURATUS CERAMIC CORPORATION. *YTZP tetragonal zirconia polycrystal material properties*. 2016. Disponível em: <<http://www accuratus.com>>. Acesso em: 31 de jan. de 2016.

ANSTIS, G. R.; CHNTIKUL, P.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. B. A. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements. *Journal of American Ceramics Society*, New south Wales, Australia. v. 64, n. 9: p. 533-538, 1981.

ANZ-MEADOR, P. (ed.) Monthly effective mass of objects in Earth orbit. *Orbital Debris Quarterly News*, v. 19, Jan. n. 1, 2015. NASA Parkway, Houston E.U.A.. Disponível em: <<http://orbitaldebris.jsc.nasa.gov/newsletter/pdfs/ODQNV19i1.pdf>>. Acesso em: 15 de dez de 2015.

ANZ-MEADOR, P. (ed.) Monthly effective mass of objects in Earth orbit. *Orbital Debris Quarterly News*, v. 17, Jan. n. 1: , 2015. NASA Parkway, Houston E.U.A. Disponível em: <<http://orbitaldebris.jsc.nasa.gov/newsletter/pdfs/ODQNV17i1.pdf>>. Acesso em: 15 de dez de 2015.

ARIANESPACE SERVICES & SOLUTION. Ariane 5 - User's Manual. Issue 5 Revision 1. Evry-Courcouronnes Cedex –France, 2011. Disponível em: <http://www.arianespace.com/wp-content/uploads/2015/09/Ariane5_users_manual_Issue5_July2011.pdf>, Acesso em: 16 de jan. de 2016.

ARZT, E. Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: A comparative review. *Acta Materials*. Stuttgart, Alemanha, v. 46: p. 5611–5626, 1998.

ASHBY, F.; JONES; D. R. *Engenharia de materiais: uma introdução à propriedades, aplicações e projeto*. 3 ed. Rio de Janeiro, Brasil: Editora Campus. 2007. 643p.

- ASHBY, M.; SHERCLIFF, H.; CEBON, D. *Materials engineering, science, processing and design*. 3 ed. Londres, Inglaterra: Editora Butterworth-Heinemann, 2007. 512p.
- ASSIS, J. M. K. *Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais*. 2007, 113p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais - Área de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais-INPE, São José dos Campos, Brasil. 2007. Disponível em: <<http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m17@80/2007/06.12.18.20>>. Acesso em: 06 maio 2016.
- AZOMaterials. *Boron carbide (B₄C) - properties and information about boron carbide*. 2016. Disponível em: <<http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=75>>. Acesso em: 31 de jan. de 2016.
- AZOMaterials. *Zirconia physical and mechanics properties comparison of different types of zirconia*. 2016. Disponível em: <<http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=940>>. Acesso em: 31 de jan. de 2016.
- UNIVERSITAT DE BARCELONA. *Zircônia estabilizada*. 2016. Disponível em <<http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/zircona-estabilizada>>. Acesso em: 26 de jan. de 2016;
- BASU, B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International Material Reviews*. v. 50, n. 4, 239-256, Gwangju, Korea. 2005
- BERGMAN, B. On the estimation of the Weibull Modulus, *Journal of Materials Science Letters*. Vol 3, n.8 689-692. Stockholm, Suécia, 1984.
- BERGSTRÖM, L. Colloidal Processing of Ceramics. *Handbook of applied surface and colloid chemistry*. Gottenborg, Suécia, 2001. v 2,
- BRADT, R. C.; MUNZ, R. C.; SAKAI, M.; WHITE, K. W. *Gel fracture mechanics of ceramics*. 3 ed. Huston, USA: Editora Springer, 2005. v. 1. 578p.
- BRANDES, C.; TRECCANI, L.; KROLL, S.; REZWAN, K. Gel casting of free-shapeable ceramic membranes with adjustable pore size for ultra- and microfiltration. *Journal of American Ceramic Society*, Bremen, Alemanha. v.97, n. 5, p. 201-211, 2014.

BRISTOT, M. *Máquinas e equipamentos para cerâmica*. 1. ed. Criciúma, Brasil: Editora e Livraria Luana Ltda., 1996. v. 1.

CALLISTER, W. D. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 5. ed. São Paulo, Brasil: Editora LTC, 2002. 817p.

CARTER, B. C.; GRANT, N. M. *Ceramic materials: science and engineering*. 4. ed. New York, EUA: Editora Springer, 2007, 493p.

UNIVERSITY OF CAMBRIDGE. *Fuel-cells-zirconia*. disponível em: http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/fuel-cells/sofc_electrolyte.php. Acesso em : 27 de jan. 2016.

CARVALHO, R. C.; FURTULAN. C.A. Projeto de um mini-moinho vibratório por técnicas de metodologia de projeto. *Revista Pesquisa e tecnologia Minerva*, São Carlos, v.3. p. 235-244, 2007.

CBERS 3 & 4 environmental specification, China-Brazil Earth resource satellite - CBERS 384. RV-EVS-0001/00, sep. 25, 2004.

CHIANG, Y. M.; BIRNIE, D. P.; KINGERY, W. D. *Physical ceramics: principles for ceramic science and engineering*. 1. ed. New York, USA: Editora John Wiley & Sons, 1996. 522p.

CHRISTIANSEN, E. L.; CREWS, J. L.; WHITNEY J. P. Debris cloud ablation in gas-filled pressure vessels. *International Journal of Impact Engineer*, Houston, EUA. v. 20, p. 173-184, 1997.

CHRISTIANSEN, E. L. *Meteoroid/debris shielding*. Houston, EUA: NASA, 2003. 100p. TP-2003-210788 NASA Technical Report.

CHRISTIANSEN, E.; BERNHARD, R. P.; HARTSOUGH, N. Space Shuttle debris and meteoroid impacts. *Advanced in Space Research*, Houston, EUA. v. 34, n. 5, p. 1097-1103, 2004.

CHRISTIANSEN, E. L. *Handbook for designing MMOD protection.*, Houston, EUA: NASA, 2009. 152p. (NASA/TM-2009-214785). NASA Technical Report.

CHRISTMAN, D. R.; GEHRING, J.W. Analysis of high-velocity projectile penetration mechanics. *Journal of Applied. Physics*, Houston, EUA. v. 37, n. 4, p. 1579-1587, 1966.

COUTO, C. A. O. *Estudo da blindagem mista contendo compósito cerâmico para proteção contra impacto de micrometeoroides em satélites artificiais*. 2010. 131p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais - Área de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais e Inovação - INPE, São José dos Campos, SP, Brasil, 2010. Disponível em: <<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/39KDDGH>>. Acesso em: 06 maio 2016.

RAPPOPORT, Z. *CRC handbook of tables for organic compound identification*. 3. ed. Jerusalém, Israel: Editora CRC Press, 1994. 586p.

DA SILVA, M.V.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. *Revista Cerâmica*, Florianópolis, Brasil. v. 60: p. 323-331, 2014.

DADKHAH, M.; SABOORI, A.; JAFARI, M. Investigating the physical properties of sintered alumina in the presence of MgO nanopowder. *Journal of Materials*. Najaf Abad Branch, Iran. v. 2014, 1-7p, 2014.

EUROPEAN SPACE AGENCY (ESA). 2016. *About space debris*. Disponível em: <http://www.esa.int/Our_Activities/Operations/Space_Debris/About_space_debris>. Acesso em: 15 de nov de 2015.

EUROPEAN SPACE AGENCY (ESA). 2016. *Hypervelocity impacts and protecting starcraft*. Disponível: <http://www.esa.int/Our_Activities/Operations/Space_Debris/Hypervelocity_impacts_and_protecting_starcraft>. Acesso em: 05 de jan de 2016.

EVANS, A. G.; CHARLES, E. A. Fracture toughness determination by indentation. *Journal of American Ceramic Society*, Thousand Oaks, EUA. v. 59. n. 7-8, p. 371-372, 1976.

FERKEL, H.; HELLMIG, R.J. Effect of nanopowder desagglomeration on the densities of nanocrystalline ceramic green bodies and their sintering behaviour. *Nanostructured Materials*. Clausthal-Zellerfeld, Alemanha, v. 11, n. 5, p. 617-622, 1999.

GERMAN, R. M. *Handbook of mathematical relations in particulate materials processing*. New York. EUA: Editora Willey & Sons, 2008. 460p.

GROZA, J. R. Nanosintering. *Nanostructured Materials*. Daves, EUA. v. 12, p. 987-992, 1999.

HEIMANN, R. B. *Classic and advanced ceramics: from fundamentals to applications*. Weinheim, Alemanha: Editora Wiley-VCH, 2010. 576 p.

HERBOLARIA. *Ácido Oléico*. 2015. Disponível em: <http://herbolaria.wikia.com/wiki/Ácido_oleico>. Acesso em: 08 de ago de 2015.

INÁCIO, M. A. *Desenvolvimento de compósitos cerâmicos de Al_2O_3 e ZrO_2 para confecção de ferramentas de corte para torneamento*. 2010. 99p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais - Área de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE, São José dos Campos. 2010. Disponível em: <<http://urlib.net/8JMKD3MGP7W/37GLHC5>>. Acesso em: 06 maio 2016.

INÁCIO, M. A. *Desenvolvimento de compósito cerâmico a base de B_4C para aplicação como blindagem de radiação em aplicações espaciais*. 2015. 159p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais - Área de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE, São José dos Campos, SP. 2015.

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. *Satélite Sino-Brasileiro de Recursos Terrestres (CBERS) – introdução e histórico*. São José dos Campos, 2015. Disponível em: <<http://www.cbears.inpe.br/?content=orbita1e2e2b>> Acesso em: 23 de fev 2015.

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. *Descrição do CBERS 1, 2 e 2B*. São José dos Campos, 2016. Disponível em: <http://www.cbears.inpe.br/sobre_satelite/descricao_cbears1e2e2b.php> Acesso em 05 de fev. de 2016.

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. *Descrição CBERS 3 e 4*. São José dos Campos, 2016. Disponível em: <http://www.cbears.inpe.br/sobre_satelite/descricao_cbears3e4.php>. Acesso em 05 de fevereiro de 2016 às 14:28 h.

INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. *O satélite CBERS*. São José dos Campos, 2016. Disponível em: <<http://www.obt.inpe.br/cbers/cibers%20desc.htm>>. Acessado em 03 de fev. De 2016.

KARANDIKAR, P. G.; EVANS, G.; WONG, S.; AGHAJANIAN, M. k.; SENNETT, M. MMCs and macrocomposites for armor applications. *Advances in ceramic armor IV*. 5 ed. Florida, EUA; Editora Wiley & Sons. 2009. 175p.

KITAYAMA, M.; PASK, J. A. Formation and control of agglomerates in alumina powder. *Journal of American Ceramic Society*. Berkley, EUA. v. 79. n. 8. p. 2003-2011, 1996.

J. LASALVIA. *Advances in ceramic armor*. 1 e. New York, EUA: Editora Wiley & Sons, 2009. 175p.

LEVIN, G.; CHRISTIANSEN, E. L. The space shuttle program pre-flight meteoroid and orbital debris risk/damage predictions and post-flight damage assessments. In: EUROPEAN CONFERENCE ON SPACE DEBRIS, 1997, Darmstadt, Alemanha. *Proceedings...* Darmstadt: ESA, 1997. p. 633-636. (ESA SP-393).

LIU, J.; MATNEY, M.J.; ANZ-MEADOR, P.; KESSIER, D. JANSEN, M.; THEALL, J.R. *The new NASA orbital debris engineering model ORDEM2000*. Houston, EUA: NASA, 2002. 97p. (NASA/TP-2002-210780) NASA Technical Report.

MAZUR, J. E. An overview of the space radiation environment. *Cross Link*. Albuquerque, EUA. v. 4, n. 2, p. 10-14, 2003.

MEDVEDOVSKI, E. Alumina ceramics for ballistic protection: Part 2. *American Ceramic Society Bulletin Journal*. Calgarin, Canadá. v. 81, n. 4, p. 45-52, 2002.

MINEIRO, S. L. *Processamento e caracterização física e mecânica de cerâmicas de zircônia-ítria total e parcialmente nanoestruturadas*. 2007. 198p. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais - Área de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais e Inovação – INPE. São José dos Campos. Brasil. 2007. Disponível em: <<http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m17@80/2007/12.07.12.32>>. Acesso em: 06 maio 2016.

MORAES, M. C. C. S. *Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias*. 2004. 256p. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia - IME, Rio de Janeiro, Brasil, 2004.

MORRIS, J. W. *The influence of grain size on the mechanical properties of steel*. 2016. Disponível em: <http://www.osti.gov/scitech/servlets/purl/861397/>. Acesso em: 18 em jan. de 2016.

NAGLIERI, V.; PALMERO, P.; MONTANARO, L.; CHEVALIER, J. *Elaboration of alumina-zirconia composites: role of the zirconia content on the microstructure and mechanical properties*. Open Access Materials. Torino, Italia, v. 6. p. 2090-2102, 2013.

NATIONAL AERONAUTICS AND SPACE ADMINISTRATION (NASA). *Orbital debris*. 2015. Disponível em: http://www.nasa.gov/mission_pages/station/news/orbital_debris.html. Acesso em: 07 mai de 2015.

NIKOLAY, D.; KOLLENBERG, W.; DELLER, K.; OSWALD, M.; TONTRUP, C. Manufacturing and properties of ZTA-Ceramics with Nanoscaled ZrO₂. *Process Engineering*, v. 83, n. 4, p. E35-E37, 2006.

NONO, D. A.; ERON SILVA, F.; NONO, M. C. A.; PIORINO NETO, F. MINEIRO, S. L. MINEIRO. Comparative analysis of fracture toughness obtained by different techniques in alumina matrix - dispersed TZP zirconia composites. *Materials Science Forum*. v. 869, p. 46-51, 2016.

OLIVEIRA, I. R.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V.C. *Dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico*. 1 ed. São Carlos, SP: Editora Fazendo Arte, 2000. 224p.

ORTEGA, F. S.; PANDOLFELLI, V. C.; RODRIGUES, J. A.; SOUZA D. P. F. Artigo revisão: aspectos da reologia e da estabilidade de suspensões cerâmicas: parte III: mecanismo de estabilização eletroestérica de suspensões com alumina. *Revista Cerâmica*. v. 43, n.112-118; 1997.

4-Aminobenzoic acid (PABA). 2016. Disponível em: https://en.wikipedia.org/wiki/4-Aminobenzoic_acid Acesso em: 17 de set de 2015.

PALMERO, P. Structural ceramic nanocomposites: a review of properties and powders' synthesis methods. *Nanomaterials*, Torino, Itália, v. 5. p. 656-696, 2015.

PIERRI, J.; MAESTRELLI, S. C.; PALLONE, E. M. J. A.; TOMASI, R. Dispersão de nanopartículas de ZrO₂ visando produção de nanocompósitos de ZrO₂ em matriz de Al₂O₃. *Revista Cerâmica*. v. 51. 8-12, 2005.

PIERRI, J. *Caracterização do nanocompósito de Al₂O₃ com inclusões nanométricas de ZrO₂ visando sua aplicação como reforço em próteses odontológicas livres de metal*. 2008. 106p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos, SP, Brasil, 2008.

PIORINO, F. N. *Sobre as variáveis que afetam a avaliação do módulo de ruptura em ensaios de flexão*. 1990. 125p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, São Carlos, 1990.

RAHAMAN, M. N. *Ceramic processing and sintering*. 1.ed. New York, EUA; Editora Marcel-Dekker Inc., 1995. 721p.

REED, J. S. *Principles of ceramics processing*. 2. ed. New York: Editora John Wiley & Sons, Inc., 1995. 658p.

RIGDWAY, R. R. Boron carbide - a new cristaline abrasive and, wear-resisting product. Chippawa, Canadá. *Journal of the Electrochemical Society*. v. 66, p.117-133, 1964.

RING, T. A. *Fundamentals of ceramic powder processing and synthesis*. 4 ed. Salt Lake City, EUA: Editora Academic Press Inc., 1996. 937p.

RÖSLER, J.; HARDES, H.; BÄKER, M. *Mechanical behavior of engineering materials - metals, ceramics polymers and composites*. 6. ed. Braunschweig, Alemanha: Editora Springer Science & Business Media, 2007. 534p.

SILVA, A. G. P. *Estrutura e propriedades de materiais cerâmicos. alumina*. Disponível em: <http://www.e-agps.info>. acesso em: 27 de jan. de

ERON SILVA, F.; NONO, D. A.; MINEIRO, S. L.; PIORINO NETO; NONO, M. C. A. Fracture stress analysis in ceramic composites of alumina matrix with nanograins of zirconia 3Y-TZP for mechanical shielding to satellites. *Materials Science Forum*, 2015. (no prelo) Aceito para publicação.

STEMBERG, J. Material properties determining the resistance of ceramics to high velocity penetration. Department of National Security Affairs, *Naval Postgraduate School*, Monterey, EUA. v. 65, n. 9, p. 3417-3424, 1989.

- STERNITZKE, M. Review: structural ceramic nanocomposite. *Journal of European Ceramics Society*, Oxford, Inglaterra, v.17, p. 1061-1082, 1997.
- STEVENS, D. Transformation toughening by polycrystalline zirconia. Leeds, Inglaterra. *International Journal of high technology Ceramics*. v.83, p.18-31, 1984.
- SUMITA, S.; RHINE, W. E. Effects of organic dispersants on the dispersion, packing, and sintering of alumina. Catahya, Turquia. *Journal of American Ceramic Society*, v. 74, n. 9, p. 2189-2196,1991.
- TONELLO, K. P. S. *Compósito de alumina com adições de NbC, TaC e TiC, para aplicação em ferramentas de corte*. 2013. 122p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais) - Universidade de São Paulo - USP, São Paulo, Brasil. 2013.
- TUNGSTEK DO BRASIL. *Carbeto de silício*. 2016. Disponível em: http://www.Hostdaloja.com.br/s/hfacil111/img/172012_09_22_16_17_28_17._data_sheet_carbeto_de_silicio.pdf. Acesso em: 06 de jan. de 2016.
- UNIVERSITAT DE BARCELONA. *CME-Materials*. 2016. Disponível em: <http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/al%C3%BAmina>. Acesso em: 26 de jan de 2016.
- VIECHNICKI, D. J.; SLAVIN, M. J.; KLIMAN, M. I. Development and current status of armor ceramics. Monterey, EUA. *American Ceramics Society Bulletin*, v.70, n. 6, p. 1035-39, 1991.
- WACHTMAN, J. B.; CANNON, W. R.; MATTHEWSON, M. *J. Mechanical Properties of Ceramics*. 2 ed. Hoboken, EUA: Editora Willey & Sons, 2009. 642p.
- WANG, J.; STEVENS, R. Review: zirconia-toughened alumina (ZTA) ceramics. *Journal of Materials Science*. Stuttgart, Alemanha. v. 24, p.1421-1449, 1999.
- WHIPPLE, F. L. Meteorites and space travels. *Astronomical Journal*. Cambridge, EUA, v. 1161, p.131-135, 1947.
- ZHANG, H.; YE, J.; JOSHI, S.; SCHOENUNG, J.; CHIN, E.; GAZONAS, G.; RAMESH, K. Superlighthweight nanoengineered aluminium for strength under impact. *Advanced Engineering Materials*. Pequim, China. v. 9, p. 335-423, 2007.

APENDICE A – MEMORIAL DE CÁLCULOS PARA A O PREENCHIMENTO DOS JARROS DE MISTURA

O objetivo deste apêndice foi o de esclarecer e registrar as estratégias de cálculo para o carregamento dos jarros de mistura dos pós. O objetivo foi o de minimizar a mudança da morfologia das partículas durante o processamento e identificar crescimentos dos grãos nas cerâmicas após os tratamentos térmicos de sinterização. Os principais parâmetros de mistura foram utilizados com base em diferentes bibliografias apresentadas na revisão bibliográfica. As principais fontes dos parâmetros foram os trabalhos de Pierri (2005, 2008). Os cálculos foram detalhados e os resultados de cada etapa foram expressos para elucidar a abordagem matemática utilizada. Foram determinadas as velocidades angulares críticas dos jarros durante a mistura e as massas das cargas utilizadas no preenchimento.

A.1. Determinação da velocidade angular dos jarros

A estratégia do cálculo da velocidade angular do jarro foi a de calcular os parâmetros críticos para início da moagem, de modo a obter valores de velocidade angular que não devem ser ultrapassados. Experimentalmente, os pesquisadores do grupo TECAMB observaram que cerca de 40% da velocidade crítica de rotação é suficiente para promover agitação no sistema sem efeitos observáveis de cominuição das partículas dos pós. A Tabela A.1 apresenta os valores calculados das velocidades críticas em função dos diâmetros internos dos jarros e dos diâmetros das esferas utilizadas como meios de mistura, conforme a Equação 2.9 , proposta por Brsitot (1996).

$$V_c = 423 / (D-d)^{1/2} \quad (2.9)$$

Onde:

D = diâmetro interno do moinho (cm);

d = diâmetro médio das bolas (cm) e

V_c = velocidade crítica (rpm).

Tabela A.1 – Resultados dos cálculos das velocidades críticas em função do diâmetro interno dos jarros e dos diâmetros médios dos meios de mistura.

Jarro	Diâmetro das esferas do meio de mistura (cm)	Diâmetro interno do jarro (cm)	Velocidade Crítica do Moinho (RPM)	40% V_c
Pequeno (500ml)	0,3	5	90,00	36,00
Grande (1L)	0,3	10	43,61	17,44

Fonte: Produção do Autor.

Foram selecionadas as esferas de 3 mm de diâmetro pois sua massa é pequena o suficiente para evitar choques excessivamente energéticos entre as esferas durante a mistura e a morfologia da partícula pode ser melhormente preservada. O menor diâmetro das esferas também promovem boas condições de agitação do sistema quando comparado a meios de mistura de diâmetro maior, como observado experimentalmente

A.2. Determinação da quantidade de meios de mistura

A proporção de cada componente que foi adicionado no meio de mistura foi determinada analiticamente. Parâmetros básicos de dimensionamento das quantidades foram obtidos na literatura e algumas condições de contorno foram admitidas. A análise se iniciou com o cálculo do volume do jarro. Os resultados são apresentados na Tabela A.2.

$$V_i = \pi \cdot r^2 \cdot h \quad (A.1)$$

Onde:

V_i = volume interno do jarro (cm^3)

r = raio interno do jarro (cm)

h = altura interna do jarro (cm)

Tabela A.2 – Resultados dos cálculos dos volumes internos dos jarros de mistura.

PARÂMETRO CALCULADO	V_i (cm³)
Volume interno do jarro grande	1.067,60
Volume interno do jarro pequeno	499,89

Fonte: Produção do Autor.

Como descrito na revisão bibliográfica, é comumente adotado que apenas 75% do jarro seja carregado para a boa movimentação da carga em seu interior. Logo, o volume útil dos jarros foram obtidos pela Equação A.2. Os resultados são apresentados na Tabela A.3

$$V_{\text{útil}} = (0,75).(V_i) \quad (\text{A.2})$$

Onde:

$V_{\text{útil}}$ = Volume útil do jarro (cm³)

V_i = Volume interno do jarro (cm³)

Tabela A.3 - Resultados dos cálculos dos volumes úteis dos meios de mistura.

PARÂMETRO CALCULADO	V_{útil} (cm³)
Volume útil do jarro grande	800,70
Volume útil do jarro pequeno	374,92

Fonte: Produção do Autor.

Após a determinação dos volumes úteis dos jarros, foram calculados os volumes aparentes de bola no jarro. Este volume representa a fração do

volume ocupado pelas bolas sem descontar os vazios entre elas. A condição de carregamento obtida na literatura (Pierri) afirma que 40% do volume do carregamento deve ser de bolas. Deste modo a Equação A.3 foi utilizada. Os resultados são apresentados na Tabela A.4.

$$V_{AB} = (0.4).V_{\text{útil}} \quad (\text{A.3})$$

Onde:

V_{AB} = Volume aparente de bolas (cm^3)

$V_{\text{útil}}$ = Volume útil do jarro (cm^3)

Tabela A.4 – Resultados dos cálculos dos volumes aparentes dos jarros de mistura

PARÂMETRO CALCULADO	V_{AB} (cm^3)
Volume aparente de bolas do jarro grande	320,28
Volume aparente de bolas do jarro pequeno	149,97

Fonte: Produção do Autor.

No entanto, o volume aparente não é o real. Para o cálculo do volume real foi assumido como condição de contorno que as bolas se empacotam da condição CFC, cujo fator de empacotamento é 0,74. Deste modo, a Equação A.4 foi aplicada. Os resultados são apresentados na Tabela A.5.

$$V_{\text{real}} = (0,74).(V_{AB}) \quad (\text{A.4})$$

Onde:

V_{real} = Volume real de Bolas (cm^3)

V_{AB} = Volume aparente de bolas (cm^3)

Tabela A.5 – Resultados dos cálculos dos volumes reais de bolas nos jarros

PARÂMETRO CALCULADO	V_{real} (cm³)
Volume real de bolas para o jarro grande	237,01
Volume real de bolas para o jarro pequeno	110,98

Fonte: Produção do Autor

Após a obtenção dos volumes de bolas, foi possível a determinação da massa de bolas utilizadas nos carregamentos dos jarros. A condição de contorno assumida para este equacionamento foi que as bolas são esferas densas perfeitas feitas de zircônia. Deste modo a massa foi calculada conforme a equação A.5. Os resultados são apresentados na Tabela A.6

$$M_B = \rho \cdot V_{real} \quad (A.5)$$

Onde:

M_B = Massa de bolas (g)

ρ = densidade do material das bolas (g/cm³)

V_{real} = Volume real de bolas (cm³)

Tabela A.6 – Resultados dos cálculos das massas de bolas em cada jarro.

PARÂMETRO CALCULADO	M_B (g)
Massa de bolas para o jarro grande 1l	1.469,44
Massa de bolas para o jarro pequeno 500 ml	688,55

Após a obtenção dos valores de massa de bolas para os carregamentos, foram calculadas as massas de pós processados por batelada. As proporções

massa das bolas/massa dos pós foram obtidas na literatura (Pierri). A expressão utilizada é apresentada na Equação A.6. As relações de carregamento foram expressas no procedimento experimental. Os resultados são apresentados na Tabela A.7.

$$M_{pó} = (M_B) \cdot [1 / (M_B / M_{pó})] \quad (A.6)$$

$M_{pó}$ = Massa de pó da batelada (g)

M_B = Massa de bolas (g)

$M_B / M_{pó}$ = Relação de massas das bolas e dos pós (PIERRI, 2008)

Tabela A.7 – Resultados dos cálculos das massas de pós por batelada.

PARÂMETRO CALCULADO	$M_B / M_{pó}$	$M_{pó}$ (g)
Massa de pós de zircônia para o jarro Grande	4:1	232,45
Massa de pós de zircônia para o jarro grande	4:1	172,01
Massa de pós de alumina para o jarro Grande	1:5	293,89
Massa de pós de alumina para o jarro grande	1:5	137,61
Massa de pós de mistura para o jarro pequeno	1:5	293,89
Massa de pós de mistura para o jarro grande	1:5	137,61

Fonte: Produção do autor.

Os valores das massas foram divididos pelas densidades teóricas da alumina (3,98 g/cm³) e da zircônia (6,20 g/cm³), e assim, os volumes das massas foram obtidos. Para a mistura, a densidade teórica foi calculada através da média ponderada (81,5 % Al₂O₃ + 18,5 % ZrO₂) e foi adotado o valor de 4,39 g/cm³. Deste modo, o volume dos pós foi obtido através da Equação.A.6. Os resultados são apresentados na Tabela A.8.

$$V_{\text{pó}} = \rho/M_{\text{pó}} \quad (\text{A.7})$$

Onde:

$V_{\text{pó}}$ = Volume do pó (cm³)

ρ = densidade teórica do pó (g/cm³)

$M_{\text{pó}}$ = massa do pó (g)

Tabela A.8 – Resultados dos cálculos dos volumes dos pós em cada batelada.

PARÂMETRO	$V_{\text{pó}}$ (cm ³)
Volume do pó de alumina para o jarro grande	73,84
Volume do pó de alumina para o jarro pequeno	34,57
Volume do pó de zircônia para o jarro grande	59,25
Volume do pó de zircônia para o jarro pequeno	27,74
Volume do pó de mistura para o jarro grande	66,93
Volume do pó de mistura para o jarro pequeno	31,34

Fonte: Produção do Autor

Após os cálculos dos volumes úteis dos jarros, dos volumes reais das bolas e dos volumes dos pós, foi possível o cálculo dos volumes dos líquidos. Os volumes dos líquidos foram obtidos pela diferença de volumes das cargas sólidas e o volume útil dos jarros, conforme a Equação.A..8. Os resultados são apresentados na Tabela A.9.

$$V_{\text{liq}} = V_{\text{útil}} (V_{\text{pó}} + V_{\text{B}}) \quad (\text{A.8})$$

Onde

V_{liq} = Volume do líquido no interior do jarro (cm^3)

$V_{pó}$ = Volume do pó (cm^3)

V_B = Volume real das bolas (cm^3)

$V_{útil}$ = Volume útil do jarro (cm^3)

Tabela A.9 – Resultados dos cálculos dos volumes dos líquidos em cada batelada

DESCRIÇÃO DO PARÂMETRO	V_{liq} (cm^3)
Volume dos líquidos para a zircônia no jarro menor	504,44
Volume dos líquidos para a zircônia no jarro maior	236,20
Volume dos líquidos para a alumina no jarro menor	496,85
Volume dos líquidos para a alumina no jarro maior	529,97
Volume dos líquidos para a mistura no jarro menor	496,76
Volume dos líquidos para a mistura no jarro maior	532,34

Fonte: Produção do Autor

Deste modo tanto os jarros das misturas como recebido quanto das misturas defloculadas obedeceram as relações acima. A diferenciação dos processos é basicamente a presença ou não do defloculante PABA e do ácido oleico. Para o cálculo da quantidade apropriada de defloculante, curvas de defloculação foram construídas tanto para a alumina quanto para a zircônia. Os cálculos da quantidade de defloculante obedeceram a Equação A.9, descrita abaixo. Os resultados são apresentados na Tabela A.10.

$$M_{def} = M_{pó} \cdot (\%_{def}) \quad (A.9)$$

Onde:

M_{def} = Massa de defloculante adicionado no jarro (g)

$M_{pó}$ = Massa do pó (g)

$\%_{def}$ = porcentagem do defloculante calculado no item 4.2 (adimensional)

Tabela A.10 – Resultados dos cálculos das massas de defloculante adicionados aos sistemas defloculados.

DESCRIÇÃO DO PARÂMETRO	$\%_{def}$	M_{def} (g)
Massa de PABA na zircônia no jarro maior	0,6	2,20
Massa de PABA na zircônia no jarro menor	0,6	1,39
Massa de PABA na alumina no jarro maior	0,4	1,18
Massa de PABA na alumina no jarro menor	0,4	0,74

Fonte: Produção do Autor

Para a determinação da quantidade de ácido oleico foram utilizados parâmetros obtidos no trabalho de PIERRI, 2008. Somente os pós defloculados receberam o ácido oleico. A Equação A.10 descreve a expressão utilizada para calcular a massa de ácido oleico. Em todas as composições foi utilizada a mesma quantidade de ácido oleico. Os resultados são apresentados na Tabela A.11.

$$M_{ao} = (M_{pó}) \cdot (\%_{ao}) \quad (A.10)$$

Onde:

M_{ao} = Massa de ácido oleico adicionada ao jarro (g)

$M_{pó}$ = Massa do pó (g)

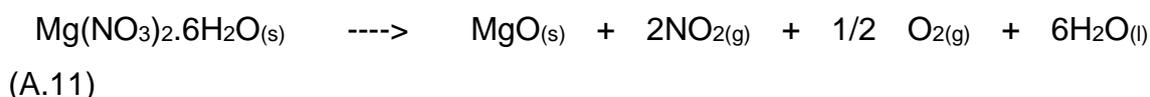
$\%_{ao}$ = Porcentagem de ácido oleico, em massa, (adimensional) (PIERRI, 2005)

Tabela A.11 – Resultados dos cálculos das massas de ácido oleico adicionadas aos jarros nos processos defloculados

DESCRIÇÃO DO PARÂMETRO	M _{AO} (g)
Massa de ácido oleico adicionado à alumina e a mistura para o jarro maior	1,76
Massa de ácido oleico adicionado à alumina e a mistura para o jarro menor	1,12

Fonte: Produção do Autor

Por último algumas composições que continham alumina receberam 200 ppm de óxido de magnésio. A fonte precursora foi o nitrato de magnésio hexahidratado $(MgNO_3)_2 \cdot 6H_2O$, conforme o descrito na Equação A.11. Para 1 mol do reagente nitrato de magnésio, foi obtido 1 Mol do produto MgO. Os demais produtos eram voláteis e evaporam durante a sinterização. Os gases migram pela estrutura em baixas temperaturas e passam pelos poros ainda abertos, sem comprometer a integridade da estrutura do material. Um cuidado tomado foi o de verificar se algum produto volátil reagia com o revestimento refratário do forno. A equação A.11 apresenta a reação de decomposição do nitrato por pirolise à 95°C.



(Fonte: Dadkhah, 2014)

Deste modo, durante o aquecimento para cada mol de nitrato foi produzido 1 mol de magnésia. A expressão que calcula a quantidade de nitrato de magnésio hexahidratado utilizada é apresentada na Equação A.12. Os resultados são apresentados na Tabela A.12.

$$M_{Mg} = (PMN/ PMM) \cdot (M_{pó} \cdot (\%MgO)) \quad (A.12)$$

Onde:

M_{Mg} = Massa de nitrato de magnésio hexahidratado adicionado ao jarro (g)

MMN = Peso molar do nitrato de magnésio hexahidratado (g/mol)

PMM = Peso molar da magnésia (g/mol)

$M_{pó.}$ = Massa do pó de alumina (g)

$\%MgO$ = Fração de MgO em massa (adimensional)

Tabela A.12 – Resultados dos cálculos da massa de magnésio hexahidratado adicionada aos sistemas com MgO.

DESCRIÇÃO DO PARÂMETRO	M_{Mg}	UNIDADE
Massa de nitrato de magnésio hexahidratado adicionado à alumina e a mistura para o jarro maior	2,80	g
Massa de nitrato de magnésio hexahidratado adicionado à alumina e a mistura para o jarro menor	1,77	g

Fonte: Produção do Autor

Deste modo, o carregamento dos jarros de mistura foram dimensionados e utilizados neste trabalho.