



GABRIEL FONSECA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO E ANÁLISE COMPARATIVA DAS
PROPRIEDADES DOS GRÃOS DE CARBETO DE
SILÍCIO**

LAVRAS – MG

2023

GABRIEL FONSECA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO E ANÁLISE COMPARATIVA DAS PROPRIEDADES
DOS GRÃOS DE CARBETO DE SILÍCIO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte
das exigências do Curso de Engenharia
Química, para a obtenção do título de
Bacharel.

Prof. Dr. Leonardo Sant'Ana Gallo
Orientador

**LAVRAS-MG
2023**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Silva, Gabriel Fonseca.

Caracterização e Análise Comparativa das Propriedades dos
Grãos de Carbetos de Silício / Gabriel Fonseca Silva. - 2023.
69 p.: il.

Orientador(a): Leonardo Sant'Ana Gallo.

TCC (graduação) - Universidade Federal de Lavras, 2023.
Bibliografia.

1. Carbetos de Silício. 2. Caracterização de materiais. 3.
Materiais cerâmicos. I. Gallo, Leonardo Sant'Ana. II. Título.

GABRIEL FONSECA SILVA

**CARACTERIZAÇÃO E ANÁLISE COMPARATIVA DAS PROPRIEDADES
DOS GRÃOS DE CARBETO DE SILÍCIO**

**CHARACTERIZATION AND COMPARATIVE ANALYSIS OF SILICON
CARBIDE GRAIN PROPERTIES**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte
das exigências do Curso de Engenharia
Química, para a obtenção do título de
Bacharel.

APROVADA em 8 de março de 2023.
Prof. Dr. Leonardo Sant'Ana Gallo - UFLA
Prof^a. Dr^a. Natália Maira Braga Oliveira - UFLA
Ma. Isabela de Fátima Silva Vidal - UFSJ

Prof. Dr. Leonardo Sant'Ana Gallo
Orientador

LAVRAS-MG
2023

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus por me iluminar e me guiar durante todo o processo da graduação, me dando forças para continuar e seguir sempre em frente.

À FIVEN pelo apoio e aprendizado, em especial aos setores de P&D, Processos e Qualidade. Isabela Vidal, Isabela de Fátima, Daniele, Telmo, Ricardo, Leonardo, Daiane e Michele. Muito obrigado por todo o suporte e por todo conhecimento compartilhado ao longo desse período!

À Finep, Fapemig, CNPq e Capes e ao Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da Universidade Federal de Lavras, pelo fornecimento dos equipamentos e suporte técnico para experimentos envolvendo microscopia eletrônica.

À Dr^a. Marina Trevelin Souza e ao Laboratório de Materiais Vítreos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, pelo auxílio e fornecimento dos equipamentos para a realização da Difractometria de raios-x.

Ao professor Leonardo Sant'Ana Gallo por todo apoio durante a realização deste trabalho e por me orientar dentro do vasto universo da Engenharia de Materiais.

Aos meus amados pais Maria Regina e José Orlando, por sempre me incentivarem e serem exemplos de força e perseverança, e à toda a minha família.

Ao Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de Lavras e a todos os professores do curso de Engenharia ABI e Engenharia Química, pelo ensino fornecido com maestria.

A todos os amigos que fiz ao longo desta jornada, que contribuíram para que eu me tornasse a pessoa e o profissional o qual sou hoje. Em especial a todos os amigos que se tornaram família, à equipe PQ Júnior, NEnQ, ESF, SEQ e a todos os amigos da Engenharia Química.

A todos que de alguma forma colaboraram para a realização deste trabalho.

RESUMO

Os materiais cerâmicos são de extrema relevância em diversos âmbitos da sociedade devido às suas características como baixas condução de calor e eletricidade, alta dureza e inércia química. Novos estudos são realizados de forma a se entender e aperfeiçoar as características desses materiais. Uma das principais cerâmicas estudadas na atualidade é o carbetto de silício (SiC), obtido através de reações a elevadas temperaturas entre fontes de carbono e silício, e muito utilizado em processos que requerem materiais de alta refratariedade, abrasão e inércia. Por ser comercializado majoritariamente na forma de grãos, estudar os impactos das características macro e micro dos grãos do carbetto de silício é de fundamental importância para se entender as propriedades apresentadas pelo material cerâmico produzido. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi realizar análises laboratoriais e caracterizar três amostras de grãos de carbetto de silício, produzidos em anos diferentes, uma em 2008 e duas em 2022, de forma a comparar as características dos grãos, entender como se relacionam entre si, e avaliar os impactos e a relevância para as indústrias de refratários e abrasivos. A partir das análises de densidade aparente e compactada do material, da utilização técnicas como Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratomia de raios-X, (DRX) e da realização de análises granulométricas, foram mensurados fatores geométricos como alongamento, arredondamento, circularidade e esfericidade de grão e dados sobre a microestrutura do carbetto de silício. Constatou-se que a amostra produzida em 2008, apresentou maior valor de densidade, assim como uma distribuição granulométrica mais aberta, um formato de partícula mais irregular e uma estrutura cristalina com predominância de células unitárias de maior densidade (politipos 6H e 4H). Observou-se também que as amostras produzidas em 2022, apresentaram características semelhantes, tanto de distribuição e formato de grãos quanto microestrutura. A amostra produzida em 2008 apresentou uma menor concentração de grãos nas peneiras intermediárias, e fatores de forma característicos de partículas irregulares. Já as amostras produzidas em 2022 apresentaram menor irregularidade, com características próximas a esferas, porém uma distribuição granulométrica ligeiramente mais fechada. A amostra produzida em 2022 pelo processo de menor contaminação apresentou uma menor quantidade de politipos 3C, características de material metalúrgico, quando comparada a amostra produzida no mesmo ano de forma convencional. Desta forma, constatou-se que a amostra de 2008 apresentou as melhores características para a aplicação de um grão de SiC para a indústria de refratários e que a realização das correlações entre as características tornou a análise mais aprofundada e assertiva.

Palavras-Chave: Carbetto de silício. Densidade. Características do SiC. Caracterização de materiais. Materiais cerâmicos.

ABSTRACT

Ceramic materials are highly relevant in many areas of society due to their characteristics such as low heat and electricity conduction, high hardness, and chemical stability. New studies are carried out to understand and improve the characteristics of these materials. One of the main ceramics currently studied is silicon carbide (SiC), obtained through reactions at high temperatures between carbon and silicon sources, and widely used in processes that require materials of high refractoriness, abrasion, and chemical stability. Because it is mainly marketed in the form of grains, studying the impacts of the macro and micro characteristics of silicon carbide is of fundamental importance to characterize the material and understand the properties presented by the ceramic material produced. Thus, the objective of this work is to perform laboratory analyses and characterize three samples of silicon carbide grains, produced in different years, one in 2008 and two in 2022, to compare the characteristics of the grains to understand how they relate and assess the impacts and the relevance to the abrasives and refractories industries. From the analysis of bulk and compacted material density, the use of techniques such as Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray diffractometry, (XRD), and the performance of particle size analyses, characteristics such as elongation, roundness, circularity, and grain sphericity and data on the microstructure of silicon carbide were obtained. It was found that the sample produced in 2008 presented a higher density value, as well as a larger particle size distribution, a more irregular particle shape, and a crystalline structure with a predominance of unit cells of higher density (polytypes 6H and 4H). It was also observed that the samples produced in 2022 presented similar characteristics, both grain distribution and shape, and microstructure. The sample produced in 2008 showed a lower grain concentration on the intermediate sieves, and shape factors characteristic of irregular particles. On the other hand, the samples produced in 2022 presented lower irregularity, with characteristics close to spheres, but with a slightly more closed granulometric distribution. The sample produced in 2022 by the process of lower contamination presented a lower amount of 3C polytypes, characteristics of the metallurgical materials, when compared to the sample produced conventionally in the same year. Thereby, the 2008 sample presented the best characteristics for the application of SiC grains in the refractory industry, and the realization of correlations between the characteristics of the samples made the analyses more in-depth and assertive.

Keywords: Silicon carbide. Density. SiC characteristics. Characterization of materials. Ceramic materials.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Cristais de carbetos de silício (SiC).	13
Figura 2 - Estruturas cristalinas do β -SiC (3C) (a) e do α -SiC (2H) (b).	17
Figura 3 - Forno utilizado para a obtenção de carbetos de silício pelo processo <i>Acheson</i>	18
Figura 4 - Esquema ilustrativo das fases formadas no interior do forno <i>Acheson</i>	19
Figura 5 - Fragmento do cilindro de carbetos de silício com as fases identificadas.	20
Figura 6 – Etapas de produção dos grãos de carbetos de silício.	21
Figura 7 - Ilustração esquemática do moinho a bolas, utilizado em processos de moagem de grãos.	22
Figura 8 - Propriedades do carbetos de silício.	23
Figura 9 - Distribuição granulométrica dos materiais de SiC refratários e abrasivos. ...	25
Figura 10 - Padrão de imagem para estudo de fatores de forma em partículas.	26
Figura 11 - Diâmetro Circunscrito (d_{pc}) e diâmetro inscrito (d_{pi}) de uma partícula.	28
Figura 12 - Peneiramento para a análise granulométrica.	30
Figura 13 - Sistema de baixo (a), médio (b) e alto empacotamento (c).	31
Figura 14 - Comparação entre densidade aparente (a) e densidade compactada (b).	32
Figura 15 - Comparação microscópio óptico (a) e microscópio eletrônico de varredura (b).	33
Figura 16 - Representação do princípio de funcionamento do DRX pelo método de Debye Scherrer.	35
Figura 17 - Equipamento para testes de peneiramento (<i>Rotap</i>).	36
Figura 18 - Preparo das amostras para leitura em MEV (a) e equipamento utilizado (b).	37
Figura 19 - Difratômetro de Raio X.	38
Figura 20 – Funil de Hall para medição de densidade aparente.	39
Figura 21 - Equipamento para a medição de densidade compactada.	40
Figura 22 - Amostras de carbetos de silício (SiC).	41
Figura 23 - distribuição de frequência das amostras de carbetos de silício.	43
Figura 24 - distribuição cumulativa das amostras de carbetos de silício.	44
Figura 25 - Micrografias de grão de carbetos de silício, sendo: ampliações amostra 1, 200x (a) e 40x (b). Ampliações Amostra 2, 200x (c) e 40x (d). Ampliações Amostra 3, 200x (e) e 40x (f).	47

Figura 26 – Análise das micrografias dos grãos de carbeto de silício pelo MEV.....	48
Figura 27 – Análise das micrografias dos grãos pelo <i>software Image J</i>	49
Figura 28 - <i>Boxplot</i> referente aos resultados de arredondamento (Ar).....	50
Figura 29 - <i>Boxplot</i> referente aos resultados de circularidade (C).	51
Figura 30 - <i>Boxplot</i> referente aos resultados de alongamento (Al).	51
Figura 31 - <i>Boxplot</i> referente aos resultados de esfericidade (Φ).....	52
Figura 32 – Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 1.....	54
Figura 33 - Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 2.	54
Figura 34 - Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 3.	55
Quadro 1 - Correlação entre a faixa de tamanho do grão e o tipo de aplicação.....	24
Quadro 2 - Identificação dos grãos de carbeto de silício.....	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação das partículas por circularidade.....	27
Tabela 2 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 1.	42
Tabela 3 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 2.	42
Tabela 4 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 3.	43
Tabela 5 – Valores referentes a análise de densidade compactada.	45
Tabela 6 – Valores referentes a análise de densidade aparente.	45
Tabela 7 – Valores médios dos fatores de forma para as amostras analisadas.....	49

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	12
2. REVISÃO TEÓRICA	14
2.1. Cerâmicas	14
2.2. Carbetto de silício (SiC)	16
2.2.1. Características	16
2.2.2. Processo de produção.....	18
2.2.3. Propriedades.....	22
2.2.4. Aplicações	23
2.3. Métodos de caracterização dos materiais cerâmicos.....	25
2.3.1. Morfologia de grãos e fatores de forma	26
2.3.2. Distribuição granulométrica	29
2.3.3. Densidade e efeito de compactação.....	30
2.3.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	33
2.3.5. Difratomia de Raios-X (DRX).....	34
3. METODOLOGIA.....	36
3.1. Análises Granulométricas.....	36
3.2. Análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	37
3.3. Análises por Difratomia de raios X (DRX).....	38
3.4. Análise de densidade	38
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1. Granulometria	42
4.2. Densidades solta e compactada	45
4.3. Análise das micrografias e fatores de forma	46
4.4. Análise dos difratogramas	53
5. CONCLUSÃO.....	57
REFERÊNCIAS	59

ANEXO A - Valores de diâmetros da circunferência inscrita (d_{pi}) e circunscrita (d_{pc}).....	63
ANEXO B – Valores de área de partícula (A_c) e perímetro de partícula (P_e).	66

1. INTRODUÇÃO

Os materiais estão presentes na história desde o surgimento do primeiro ser humano, mesmo com pouco conhecimento, ferramentas e utensílios simplórios já eram produzidos de forma a facilitar os processos rotineiros da época. Com o passar dos anos e com o avanço da sociedade, novas necessidades surgiram e o estudo dos materiais se tornou chave para o desenvolvimento de novas tecnologias, ferramentas e facilidades.

De acordo com a ciência dos materiais clássica, os materiais podem ser subdivididos em cinco grupo principais: metais, polímeros, cerâmicas, semicondutores e compósitos, sendo os três primeiros diferenciados pela natureza das ligações intermoleculares, o quarto pela condutividade elétrica e o quinto pela microestrutura dos materiais (CARTER; NORTON, 2013). Os metais são materiais constituídos por elementos metálicos, como ferro (Fe), alumínio (Al), cobre (Cu), e são relativamente duros e mais densos, quando comparados às cerâmicas e aos polímeros. Os materiais poliméricos, geralmente compostos orgânicos, formados por ligações entre carbono, hidrogênio e elementos não metálicos, são constituídos de macromoléculas e apresentam baixa densidade e flexibilidade. As cerâmicas, formadas pela combinação de componentes metálicos e não-metálicos, são materiais duros, porém frágeis, geralmente isolantes e resistentes a altas temperaturas. Materiais compósitos são formados a partir da combinação dos materiais já citados, de forma a agregar características e propriedades. Já os semicondutores são materiais que apresentam condutividade elétrica intermediária entre os metais e os isolantes e são extremamente sensíveis a impurezas (CALLISTER; RETHWISCH, 2016).

Entre os materiais cerâmicos, um de grande relevância é o carbetto de silício (SiC). Segundo Raback (1999), o carbetto de silício é um dos únicos compostos estáveis no sistema de equilíbrio Si-C nas condições ambiente. E sua forma natural também pode ser encontrada. Em 1905, Henri Moissan descobriu o cristal em um meteoro no Arizona, Estados Unidos. A Moissonita, nome dado ao mineral, é transparente e de extrema raridade, não sendo utilizada em processos industriais, e é destinada, em maior parte, ao mercado de joias, comercializadas como pseudodiamante (KNIPPENBERG, 1963).

O primeiro estudioso a propor a existência das interações entre silício e carbono foi o cientista sueco Jons Jacob Berzelius, porém, apenas em 1891, foi desenvolvido o primeiro processo de produção do carbetto de silício (SiC), de forma acidental. Com o objetivo de sintetizar diamante a partir de argila e carbono, Edward Goodrich Acheson, assistente de Thomas A. Edison, desenvolveu um processo no qual a mistura de silício e carbono era

colocada em contato com um eletrodo e submetida a altas temperaturas, denominado processo *Acheson*. O material obtido foi nomeado inicialmente de Carborundum e anos depois foi se dado o nome carbeto de silício (GERMANO, 2018).

O cristal obtido no processo *Acheson* é submetido a uma série de etapas físicas, de forma a cominuir o grão nos tamanhos definidos pelos clientes e pelas normas reguladoras referentes a esse tipo de material, podendo variar da escala de milímetros a micrômetros. Na Figura 1 encontram-se cristais de carbeto de silício.

Figura 1 - Cristais de carbeto de silício (SiC).



Fonte: Do autor (2023).

O carbeto de silício apresenta diferentes aplicações no mercado, podendo ser comercializado na forma de grão, para a aplicação nas indústrias de abrasivos e refratários, e na forma de *pellets* e briquetes, que são aglomerados de carbeto de sílico aplicados nas fundições e siderurgias. Segundo Germano (2018) a metalurgia representa o maior mercado de carbeto de silício, equivalente a aproximadamente 45% de participação no mercado, seguido pelo mercado de abrasivos com 35% e o de refratários 25%. De acordo com o *Market Analysis Report*, fornecido pela *Grand View Research* (2022), o mercado de carbeto de silício global foi estimado de, aproximadamente, 2,96 bilhões de dólares em 2021, com taxa de crescimento anual (CAGR) de 11,7% entre 2022 e 2030, acarretada, principalmente, pelo avanço nos estudos da aplicação do carbeto de silício na área de semicondutores.

Para garantir que o produto esteja dentro das especificações estabelecidas, conforme os certificados de qualidade, além de realizar o monitoramento de todas as etapas do processo produtivo, é de extrema importância conhecer as características químicas, físicas e

microestruturas do material, além de entender como as características do grão interferem nas propriedades do carbetos de silício comercializado, de forma a buscar alternativas e soluções para possíveis desvios de qualidade.

Diante do exposto, o objetivo deste trabalho é estudar três amostras de grãos do carbetos de silício produzidos em anos diferentes, uma em 2008 e duas em 2022, fornecidos pela empresa Carbetos de Silício SIKA Brasil (*FIVEN*), considerada a maior produtora da América Latina desse material, de forma a realizar uma análise comparativa entre características químicas, físicas e microestruturais das amostras, e entender como essas características se relacionam entre si, e avaliar o os impactos e a relevância para as indústrias de refratários e abrasivos.

2. REVISÃO TEÓRICA

2.1. Cerâmicas

O termo cerâmica, derivado do grego *keramos*, cujo significado remete a “produto obtido a partir da queima”, foi utilizado inicialmente para nomear os produtos obtidos a partir do aquecimento da argila. Conforme os avanços da sociedade e dos estudos acerca do tema, novos materiais que possuíam princípio de fabricação parecido ou similar ao da queima da argila, passaram a ser classificados como cerâmicas (CALLISTER; RETHWISCH, 2016).

Uma das definições mais aceitas sobre cerâmicas é a fornecida por Kingery, Bowen e Uhlmann (1976), na qual considera as cerâmicas como sólidos não metálicos, se diferenciando dos metais, e inorgânicos, se diferenciando dos polímeros. As cerâmicas são compostas por dois ou mais elementos, metálicos e não metálicos, conectados a partir de uma combinação de ligações interatômicas iônicas e covalentes, com grau de natureza iônica dependente dos valores de eletronegatividades, em um arranjo de átomos conectados entre si, sem a existência de moléculas isoladas. Normalmente são encontradas na natureza na forma de carbetos, óxidos e nitretos, sendo os mais famosos, o vidro, a areia, o carbetos de silício, o carbetos de boro, entre outros. A partir das cerâmicas, é possível obter os materiais cerâmicos, que são materiais cujo principal componente é a combinação de uma ou mais cerâmicas. Estes materiais estão presentes em diversos ramos do setor industrial, pelo fato de possuir um grande impacto na vida da população e uma grande gama de aplicações (CARTER; NORTON, 2013).

Na natureza, as cerâmicas podem ser encontradas na forma cristalina, cujos átomos se encontram em um arranjo atômico regular, ou na forma amorfa, sem um ordenamento atômico

de longo alcance, apresentando comportamentos diferentes entre si. As cerâmicas policristalinas são constituídas pela junção de vários grãos, o que interfere diretamente nas características microscópicas do material. Na maior parte das cerâmicas, se é possível encontrar mais de uma fase, com estruturas, composições e propriedades próprias, resultantes de como esses materiais foram processados. Desta forma, só se é possível controlar as propriedades de um material, conhecendo as características macro e micro da cerâmica utilizada em sua composição (CARTER; NORTON, 2013).

Segundo Carter e Norton (2013), definir um grupo de materiais a partir de propriedades específicas é uma tarefa complicada, pois existe uma vasta gama de materiais cerâmicos na atualidade cujas propriedades podem ser comparadas com as de outros materiais, porém algumas das principais propriedades dos materiais cerâmicos, que diferem dos metais e dos polímeros, são apresentados a seguir:

- **Fragilidade (baixa ductibilidade):** os materiais cerâmicos, no geral, por serem constituídos de uma mistura de ligações iônicas e covalentes, de natureza específica e direcional, devido à troca de cargas elétricas entre pares de elétrons, quando submetidos a determinadas tensões, tendem a sofrer fraturas frágeis e a apresentar baixa plasticidade, sendo duros, porém quebradiços.
- **Baixa condutividade elétrica e térmica:** de acordo com a natureza das ligações, os elétrons de valência dos átomos se encontram presos, com movimentação restrita, diferentemente dos metais, cujos elétrons possuem maior liberdade de deslocamento entre os átomos, o que torna as conduções elétrica e térmica dificultadas nesses materiais. O diamante é uma das exceções à essa regra, por apresentar a maior condutividade elétrica entre todos os materiais conhecidos, mesmo sendo considerado uma cerâmica (SMITH; HASHEMI, 2012).
- **Resistência à compressão:** os materiais cerâmicos possuem uma grande diferença entre a resistência à tração e à compressão, podendo a resistência à compressão ser de 5 a 10 vezes maior que a resistência à tração. Já os metais metálicos, possuem propriedades de resistência à tração de compressão menos destoantes entre si.
- **Transparência:** algumas cerâmicas podem apresentar transparência, devido à porosidade, ao tamanho dos cristais e aos princípios relacionados a incidência de passagem da luz, diferente dos metais e dos polímeros.

- **Inércia química:** uma grande parte dos materiais cerâmicos se mantém estáveis quando submetidos a condições extremas, tanto relacionadas a componentes químicos quanto variações bruscas de temperatura, por possuírem baixa reatividade.

As cerâmicas podem ser classificadas em tradicionais e avançadas. São consideradas cerâmicas tradicionais, as cerâmicas de base argilosa ou silicosa, como tijolos, porcelanatos, potes cerâmicos, cimento e o vidro. Normalmente o termo é associado a materiais cerâmicos considerados de baixa tecnologia, mesmo com o desenvolvimento recente das técnicas de produção utilizadas para a fabricação dos materiais em questão. Já as avançadas são cerâmicas com propriedades diferenciadas das tradicionais, obtidas a partir de estudos referentes às propriedades mecânicas, óticas, elétricas e magnéticas (SMITH; HASHEMI, 2012).

Uma segunda forma de classificação das cerâmicas é de acordo com a aplicação. Duas das principais classes encontradas atualmente são os materiais refratários e os abrasivos. Os refratários são materiais que permanecem inertes e não reativos, quando submetidos a ambientes de condições extremas, possuem a capacidade de não se decompor ou fundir em temperaturas elevadas e atuam como bons isolantes térmicos para determinadas aplicações, comumente utilizados em revestimentos de fornos e para geração de energia. Enquanto as cerâmicas abrasivas são materiais de elevada dureza, resistência ao desgaste e grau de tenacidade, sendo aplicadas para polir, cortar ou desgastar outros materiais de menor dureza (CALLISTER; RETHWISCH, 2016). Algumas aplicações dos abrasivos são em lixas, rebolos, equipamentos de polimento de carros, entre outros. Dentre as cerâmicas de maior relevância no mercado, com características tanto abrasivas quanto refratárias, uma das mais importantes é o carbetto de silício (SiC).

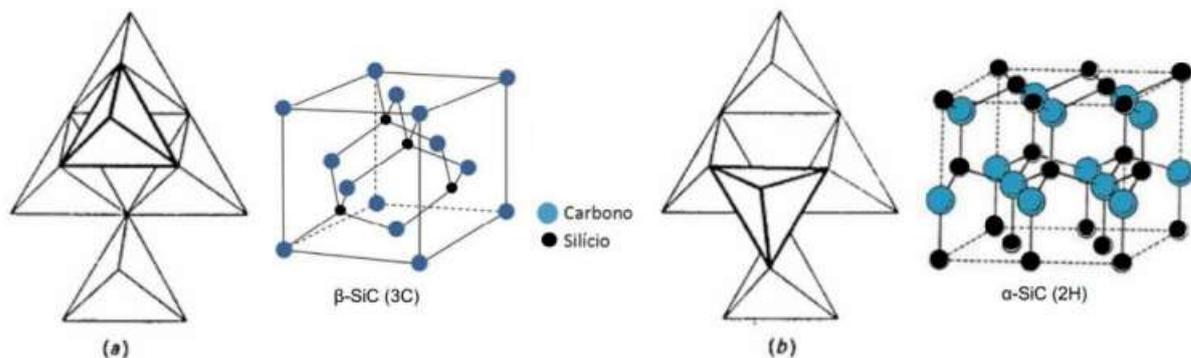
2.2. Carbetto de silício (SiC)

2.2.1. Características

O carbetto de silício (fórmula molecular SiC) é uma cerâmica que se destaca no grupo das cerâmicas avançadas e é formado por ligações covalentes entre os átomos de carbono (C) e silício (Si), ligações fortes, direcionais e de alta energia, que influenciam diretamente na estrutura cristalina do material, e nas propriedades como resistência mecânica e dureza (CARTER; NORTON, 2013).

O SiC pode ser encontrado nas formas cristalinas de α -SiC e β -SiC, de acordo com as condições nas quais as matérias-primas foram submetidas durante o processo de formação. O β -SiC é uma forma cristalina transitória, com formação em temperaturas inferiores a 2000 °C, não estável a temperatura ambiente, podendo ser obtida, em condição metaestável, a partir de testes laboratoriais e processos em condições controladas (CHIMELLI, 2010). A forma estável do carbeto de silício em temperatura ambiente é a α -SiC, devido à transformação cristalográfica de β -SiC a α -SiC na temperatura de 2000 °C. As estruturas cristalinas características de cada fase se dão a partir do empilhamento das células unitárias tetraédricas de SiC, tanto no formato SiC_4 quanto C_4Si . No β -SiC, ocorre o empilhamento paralelo das células unitárias e a formação de uma estrutura cristalina cúbica (FIGURA 2a) (MATOS, 2016). Em contrapartida, no α -SiC, o empilhamento ocorre a partir da combinação de camadas paralelas e antiparalelas, formando-se então uma estrutura cristalina hexagonal ou romboédrica, conforme apresentado na Figura 2b.

Figura 2 - Estruturas cristalinas do β -SiC (3C) (a) e do α -SiC (2H) (b).



Fonte: Adaptado de Chimelli (2010).

Além das formas citadas, o carbeto de silício também apresenta politipismo, fenômeno no qual materiais de composições semelhantes apresentam empilhamentos de camadas de estruturas atômicas diferentes, sendo considerados junções de diversos politipos (INOMATA, 1991; IZHEVSKYI, et al., 2000). Para o α -SiC são conhecidos aproximadamente 250 politipos com características ligeiramente diferentes, e que juntos, interferem nas características finais do cristal. (GERMANO, 2018). Segundo Silva (2009), A designação dos politipos é realizada a partir da utilização conjunta de letras e números, sendo as letras referentes a estrutura cristalina, C para estruturas cúbicas, R para estruturas romboédricas e H para estruturas hexagonais, e os números equivalentes a quantidade de bicamadas empilhadas. Na Figura 2 foram apresentados dois politipos, nos quais o 3C (FIGURA 2a) equivalente a estrutura

crystalina composta por 3 bicamadas e com estrutura cúbica, e o 2H (FIGURA 2b), 2 bicamadas e estrutura hexagonal.

2.2.2. Processo de produção

O processo *Acheson*, nome dado ao processo desenvolvido por Edward Goodrich Acheson, é considerado o principal processo de produção do carbeto de silício da atualidade. Baseado na redução carbotérmica da sílica (SiO_2), a areia/quartzo (fonte de silício) e o coque de petróleo (fonte de carbono) são misturados e submetidos a temperaturas elevadas, variando entre 2600 °C e 3000 °C, a partir da geração de calor por dois eletrodos conectados a uma resistência de grafite, como apresentado na Figura 3 (KNIPPENBERG, 1963).

Figura 3 - Forno utilizado para a obtenção de carbeto de silício pelo processo *Acheson*.



Fonte: Adaptado de SILVA et al. (2016).

Durante o processo, devido às condições extremas às quais os reagentes são submetidos, diversas reações entre produtos intermediários e reagentes ocorrem de forma a se alcançar o equilíbrio. Para a formação de SiC, pode-se analisar o processo a partir de duas reações intermediárias, apresentadas pelas Equações 1, reação entre o SiO_2 e o C, e 2, reação entre o SiO e o C, e pela reação global, Equação 3 (LINDSTAD, 2002).

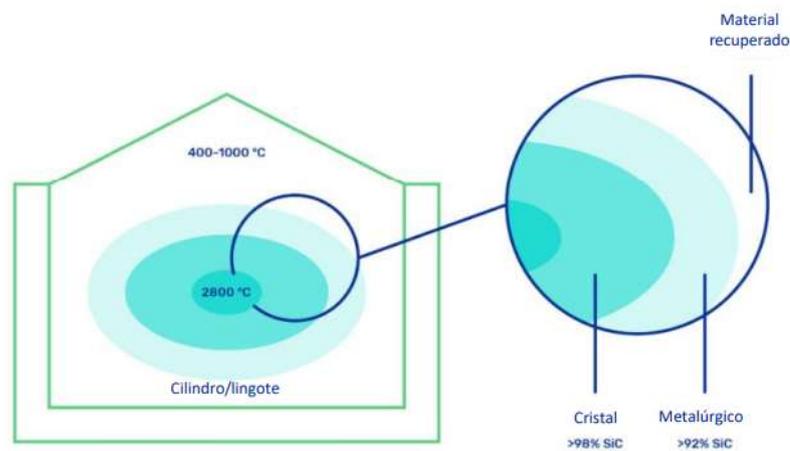




Para o acompanhamento do processo e para a produção estável do carbetto de silício, minimizando variações, é necessário analisar as curvas de resistência e de passagem de corrente dos fornos, retornadas pelos *softwares* de controle de operação, pois, em decorrência das elevadas temperaturas e da alta pressão dos gases presentes dentro do forno, na zona de reação, possíveis distúrbios podem acarretar projeções do material e aparecimentos de chamas.

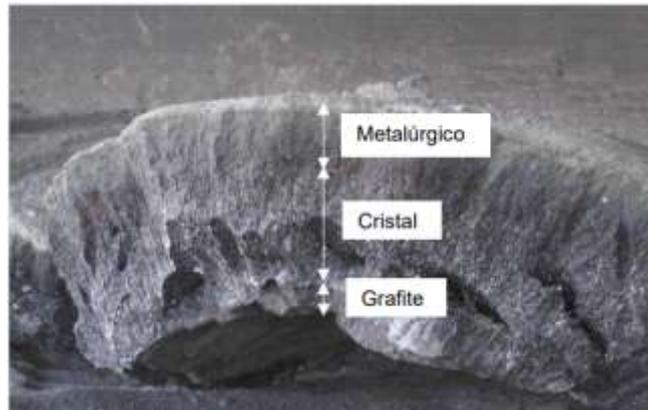
Devido a geometria do forno, as regiões internas da zona de reação, mais próximas ao eletrodo, tendem a alcançar maiores temperaturas em relação às partes mais externas, acarretando um gradiente de temperatura durante o processo e a formação de diferentes fases microestruturais, de acordo com a temperatura local (LINDSTAD, 2002). Desta forma, ao final do processo *Acheson*, ao entorno do eletrodo, é obtido um cilindro (também conhecido como lingote), apresentado como as estruturas vermelha e amarela na Figura 3, que pode ser separado em três diferentes fases, conforme o esquema apresentado na Figura 4 e a imagem da Figura 5.

Figura 4 - Esquema ilustrativo das fases formadas no interior do forno *Acheson*.



Fonte: Do autor (2022).

Figura 5 - Fragmento do cilindro de carbetto de silício com as fases identificadas.

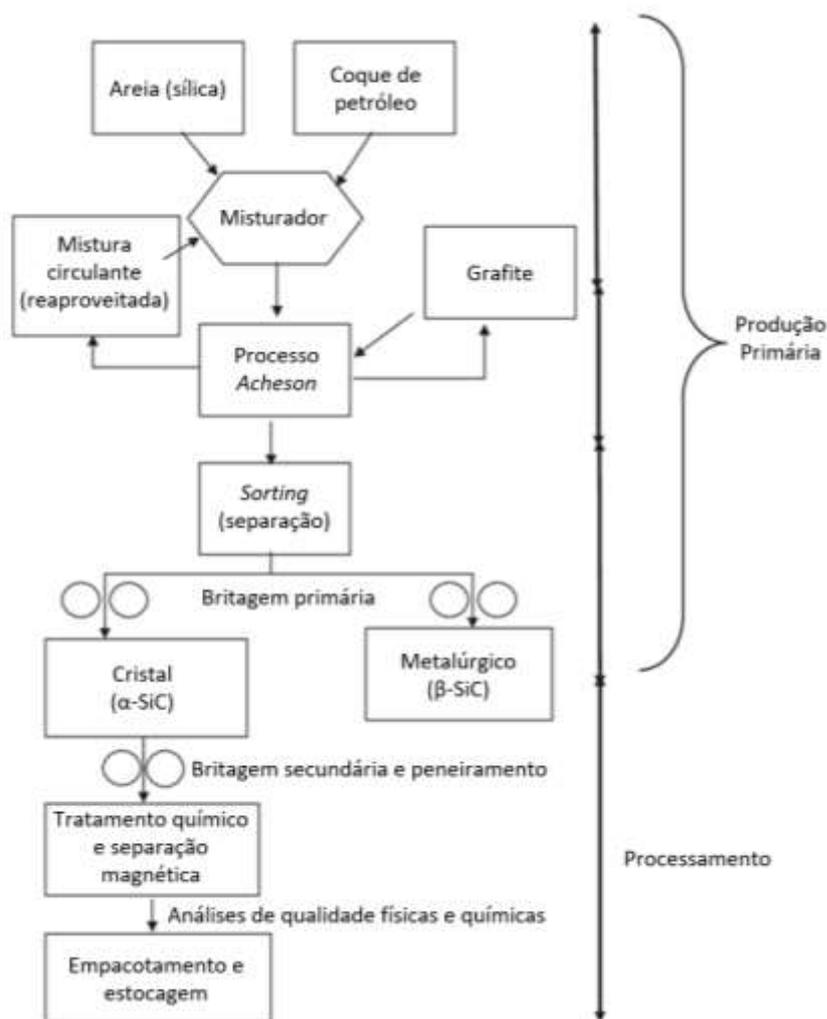


Fonte: Adaptado de Germano (2018).

Como ilustrado nas Figuras 4 e 5, na fase mais interna, de maior contato com a resistência de grafite, e conseqüentemente, de maiores temperaturas, é formado o α -SiC, popularmente chamado de cristal, com teores aproximados de SiC de 98%, possuindo maior dureza e menor friabilidade devido à estrutura cristalina. Já na parte mais externa, na qual a temperatura alcançada é inferior a 2000 °C, ocorre a formação de β -SiC, também denominado SiC metalúrgico, com teor de SiC de, aproximadamente, 92% e maior índice de impurezas, devido à difusão existente durante o processo a elevadas temperaturas (CHIMELLI, 2010).

Na Figura 6 se encontra o fluxograma referente ao processo de produção dos grãos de carbetto de silício, dividido em duas partes: a produção primária e o processamento.

Figura 6 – Etapas de produção dos grãos de carbeto de silício.



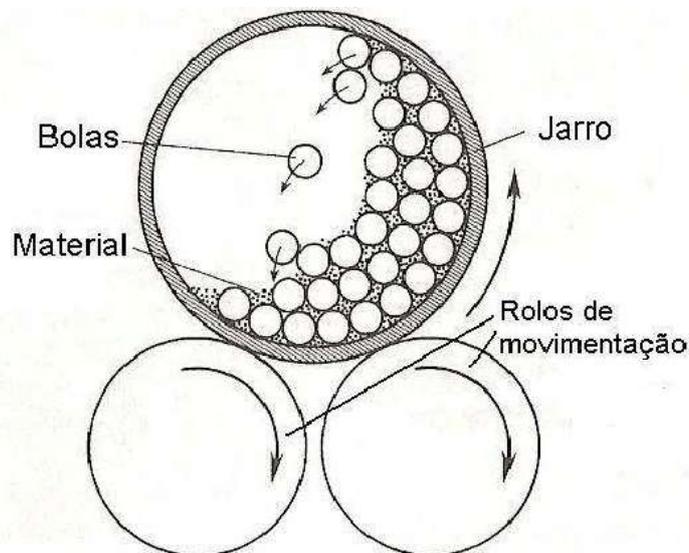
Fonte: Adaptado de Foreland et al. (2008).

Na produção primária ocorre a produção do carbeto de silício a partir do processo *Acheson*. Durante o processo, tanto o grafite utilizado no forno, quanto a mistura circulante (mistura de coque de petróleo e areia não consumida pela reação), podem ser armazenadas e reutilizadas para fornos futuros. Após o resfriamento do forno, o material produzido é destinado às etapas de separações (*sorting*), nas quais as fases do cilindro formado são separadas, à britagem primária, de forma a realizar uma britagem inicial no material e facilitar os processos seguintes de britagem, e, em seguida, é encaminhado às devidas áreas de processamento, conforme o interesse comercial e a aplicação (FORELAND et al., 2008).

Para a transformação do carbeto de silício em grãos, tem-se o processamento, no qual, a partir da utilização de diferentes conjuntos de britadores, moedores, peneiras, com aberturas específicas, e classificadores aéreos, o material é cominuído e trabalhado de forma a alcançar a

granulometria necessária, o teor de SiC requisitado e as características básicas dos grãos para que seja comercializado (britagem secundária) (FORELAND et al., 2008). Nessa etapa, diferentes tipos de moinho e peneiras podem acarretar resultados diferentes para os grãos de carbeto de silício. Um exemplo é a produção de grãos a partir do moinho a bolas (FIGURA 7), com bolas de metal como corpos moedores, colocadas junto ao material no interior do equipamento. Nesse caso, obtém-se grãos com maior esfericidade, devido ao atrito presente no equipamento, porém, em consequência, devido ao desgaste dos corpos, ocorre o aumento dos teores de FeO₂, na forma de impurezas.

Figura 7 - Ilustração esquemática do moinho a bolas, utilizado em processos de moagem de grãos.



Fonte: Adaptado de Zanatta (2007).

Devido às impurezas presentes tanto nas matérias primas, quanto advindas de desgaste de equipamentos ao longo do processamento, etapas de tratamento química e separação magnética auxiliam na descontaminação do material e na remoção de componentes indesejáveis. Após o grão finalizado, análises químicas e físicas se fazem de extrema relevância para aferição da qualidade do grão cerâmico produzido (GERMANO, 2018).

2.2.3. Propriedades

A extrema relevância do carbeto de silício, quando comparado às demais cerâmicas, se dá devido às seguintes propriedades (FIGURA 8): é um material de extrema dureza, ficando atrás apenas de materiais como diamante, nitreto de boro e carbeto de boro, de classificação 9

na escala *Mohls*, sendo 10 o fator máximo de dureza; possui alta resistência à abrasão, o que torna o material de extrema relevância para a aplicação em processos abrasivos e nas indústrias de acabamento; pode ser submetido a altas temperaturas sem a ocorrência de modificações das propriedades do material, com alto ponto de fusão; é resistente a choques térmicos, o que permite com que seja elevado a altas temperaturas sem quebra ou danificação do material (alta refratariedade); é um material friável e possui elevada condutividade térmica e elétrica, uma das características que mais se destaca quando comparado à outras cerâmicas, pois as cerâmicas em si se caracterizam pela baixa condutividade térmica e elétrica, além de ser pouco reativo e tenaz (SILVA et al., 2019). Grande parte das propriedades são acarretadas devido à natureza covalente de 88% das ligações entre os átomos de carbono e silício (ABDERRAZAK; HMIDA, 2011).

Figura 8 - Propriedades do carbeto de silício.



Fonte: Do autor (2023).

2.2.4. Aplicações

Os grãos de carbeto de silício podem ser aplicados em diferentes segmentos industriais, devido às suas propriedades singulares, citadas anteriormente, sendo os principais as indústrias de abrasivos e refratários.

Indústrias de abrasivos: Para que o carbeto de silício seja utilizado na indústria de abrasivos, devido à alta dureza e alta capacidade de abrasão, é necessário que se tenha uma pureza mínima de 96,5%, que é ideal para a aplicação em processos de corte e polimento. Os

grãos são destinados, em sua maioria, a indústrias voltadas para a área de transformação, como aplicação em ferramentas de corte e desbaste, como lixas e rebolos, manutenção de equipamento, afiação de ferramentas e polimentos de ferramentas e joias (GERMANO, 2018).

O tamanho do grão e o formato são pontos de extrema relevância para a aplicação do SiC no ramo de abrasivos, pois grãos menores aumentam a capacidade de desbaste do material e permitem com que se tenha um maior acabamento na peça na qual se é realizada o processo, além de facilitar no processo de aderência do material aos equipamentos nos quais são utilizados. No Quadro 1 é apresentado uma correlação entre o tamanho do grão, e a aplicação do material.

Quadro 1 - Correlação entre a faixa de tamanho do grão e o tipo de aplicação.

Tipo de grãos	Tipo de Operação Abrasiva
Grossos	Desbaste pesado, operações de corte, grandes remoções de material e grandes áreas de contato, retificação plana – segmentos.
Médios	Semi-acabamento e média remoção de material.
Finos	Operação de acabamento, pequenas remoções, pequenas áreas de contato e rebolos com perfis especiais.
Ultrafinos	Superacabamento.

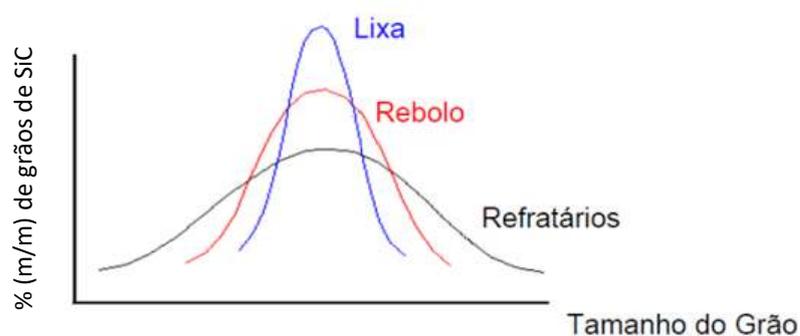
Fonte: Adaptado de Morais (2005).

Indústria de refratários: devido à alta refratariedade, os materiais cerâmicos de carbetos de silício são amplamente utilizados na fabricação de materiais refratários, sendo aplicados para a produção de cadinhos, utilizados para fusão de ligas metálicas, e em materiais de laboratório usados para análises a altas temperaturas, mobílias de forno, revestimento de tubos com altos índices de corrosão, tijolos refratários, trocadores de calor, bicos queimadores, massas de tamponamento, entre outros (KORDINA, 2004). Como a dureza não é o critério chave para a aplicação, teores de pureza podem variar entre 90% e 98%.

A Figura 9 apresenta a relação entre a distribuição granulométrica dos grãos de carbetos de silício e as aplicações citadas. Para materiais abrasivos, como lixas e rebolos, é necessário que os grãos não apresentem grande variabilidade de tamanhos, se mantendo com tamanhos próximos, de distribuição estreita, devido à necessidade de padronização e homogeneidade nos processos nos quais são utilizados. Isso porque grãos com distribuição mais largas podem tornar o processo mais suscetível a desvios, em casos que seja necessário um controle mais rígido. Já

para a aplicação dos grãos em refratários, teoricamente, intervalos mais amplos aumentam a característica de refratariedade do material. Porém, na prática, é necessário encontrar um equilíbrio entre a proporção de vazios e a refratariedade, pois materiais porosos tendem a ser mais quebradiços e frágeis, logo, materiais com distribuição mais estreita, mesmo com os impactos na refratariedade, contribuem para um refratário mais resistente, de acordo com a aplicação (MOURÃO et al., 2014).

Figura 9 - Distribuição granulométrica dos materiais de SiC refratários e abrasivos.



Fonte: Adaptado de Moraes (2005).

Além das aplicações citadas, existem outras áreas nas quais o carbetto de silício pode ser aplicado, como em semicondutores, no setor automotivo, na indústria de metalurgia, entre outras.

2.3. Métodos de caracterização dos materiais cerâmicos

Para a aplicação dos materiais cerâmicos, de acordo com as suas propriedades, nos diferentes setores industriais, é necessário, inicialmente, conhecer suas características básicas químicas, físicas e microestruturais, pois todas interferem diretamente no comportamento da cerâmica e no sucesso da aplicação.

Com o desenvolvimento dos estudos acerca das cerâmicas e do entendimento acerca dos princípios físicos de análise, novos equipamentos foram desenvolvidos, de forma a proporcionar um estudo mais aprofundado, tanto para a caracterização química (relacionada às análises quantitativas e qualitativas dos elementos e impurezas presentes no material cerâmico), caracterização física (relativa às propriedades físicas de partículas ou sistemas particulados, como formato de grão, densidade, porosidade, diâmetro de partícula, distribuição

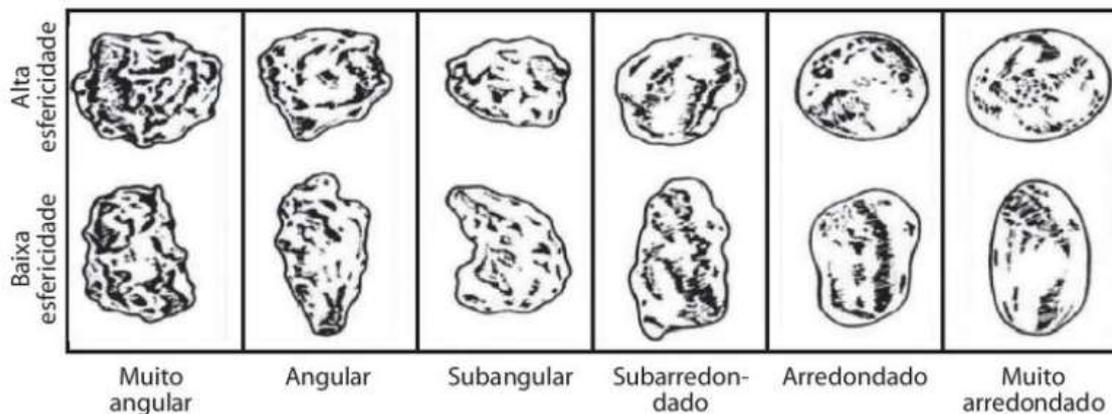
granulométrica) e caracterização microestrutural (com foco na microestrutura do material, como fases e geometria, por exemplo) (CARTER; NORTON, 2013).

2.3.1. Morfologia de grãos e fatores de forma

Para se caracterizar um determinado sistema particulado, é importante, primeiro, se obter as características das partículas que compõem o sistema, de forma a entender como a morfologia dos grãos influencia nas propriedades do material cerâmico. Segundo Cremasco (2014), os grãos podem possuir diferentes tamanhos e formatos, de acordo com os processos físicos e químicos aos quais são submetidos nas etapas de produção.

Devido à dificuldade de caracterização de partículas irregulares, um dos principais métodos baseia-se na utilização de fotografias digitais e *softwares* de análise de imagem, em razão à praticidade e rapidez dos resultados (MENEGALLI; SOUZA, 2016; WANG, 2006). A utilização das ferramentas de análise de imagem, a partir de projeções bidimensionais estáveis das partículas sobre uma superfície, torna possível a realização de análises quantitativas, a partir de fatores de forma, que buscam comparar as partículas irregulares a partículas de geometrias regulares, como esferas e cubos. Dentre os diversos fatores de forma utilizados para caracterizar os grãos, os principais são: arredondamento e circularidade, alongamento e esfericidade (CREMASCO, 2014), os quais são detalhados a seguir. A Figura 10 representa um padrão de imagem de arredondamento e esfericidade, nela é possível observar que existe uma diferença entre a forma geométrica da partícula e as irregularidades presentes na superfície. Uma partícula pode se aproximar de uma esfera, mas apenas essa característica não classifica a partícula como regular, pois as irregularidades (angularidades) presentes na superfície também influenciam nas características da partícula, assim como o contrário também pode ser observado.

Figura 10 - Padrão de imagem para estudo de fatores de forma em partículas.



Fonte: Adaptado de McLane (1995)

- **Arredondamento e circularidade:** O arredondamento e a circularidade são fatores de forma baseados na comparação entre a superfície da partícula com a superfície de uma esfera de mesmo perímetro, conforme a razão apresentada na Equação 4, na qual Ar equivale ao arredondamento, C à circularidade, A_p à área projetada da partícula e P_e ao perímetro do grão (CREMASCO, 2014).

$$Ar = \frac{1}{C} = \frac{4\pi A_p}{P_e^2} \quad (4)$$

De acordo com Cremasco (2014), partículas com valores de arredondamento próximos a 1 equivalem a partículas com menos irregularidades no quesito formato, tendo uma maior proximidade de uma superfície esférica. O mesmo raciocínio pode ser aplicado para a circularidade: na Tabela 1, é apresentada uma das classificações de partículas conforme valores de circularidade, podendo a partícula ser classificada como circular, angular ou comprida (SOUZA, 2007).

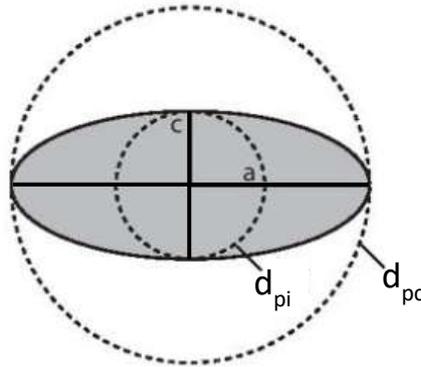
Tabela 1 - Classificação das partículas por circularidade

Valor de Circularidade	Classificação
$C < 1,25$	Circular
$1,25 < C < 2,00$	Angular
$C > 2,00$	Comprida

Fonte: Adaptado de Souza, 2007.

- **Alongamento:** para a análise de projeção de partículas, dois parâmetros de extrema importância devem ser mensurados, o diâmetro equivalente à menor esfera circunscrita (d_{pc}) e o diâmetro equivalente à maior esfera inscrita (d_{pi}), como mostrado na Figura 9.

Figura 11 - Diâmetro Circunscrito (d_{pc}) e diâmetro inscrito (d_{pi}) de uma partícula.



Fonte: Adaptado de Melo (2010).

De modo que, o alongamento consiste na razão entre o maior eixo (a) e menor eixo (c) da partícula. O cálculo pode ser realizado a partir da Equação 5, sendo Al o alongamento, d_{pc} o diâmetro circunscrito e d_{pi} o diâmetro inscrito (CREMASCO, 2014).

$$Al = \frac{d_{pc}}{d_{pi}} \quad (5)$$

De acordo com Araújo (2001), partículas com alongamento próximo de 1 aproximam-se de cubos e esferas. Conforme o aumento do valor de alongamento, distanciando-se de 1, mais alongada é a partícula.

- **Esfericidade:** a definição clássica desse fator de forma foi criada por Wendell (1932), na qual estabeleceu-se o fator de forma como a razão entre o diâmetro de uma esfera de mesmo volume do volume da partícula (V_p) e o diâmetro da menor esfera circunscrita (d_{pc}), conforme Equação 6. O grau de esfericidade (Φ) pode variar de 0,45, para partículas alongadas a 0,97, para partículas com altos índices de esfericidade (CREMASCO, 2014).

$$\phi = \frac{1}{d_{pc}} \times \left(\frac{6}{\pi} V_p \right)^{1/3} \quad (6)$$

De acordo com Peçanha e Massarani (2002), quando utilizada a técnica de imagem bidimensional, pode-se utilizar da Equação 7 para correlacionar o grau de alongamento Al, com o grau de esfericidade.

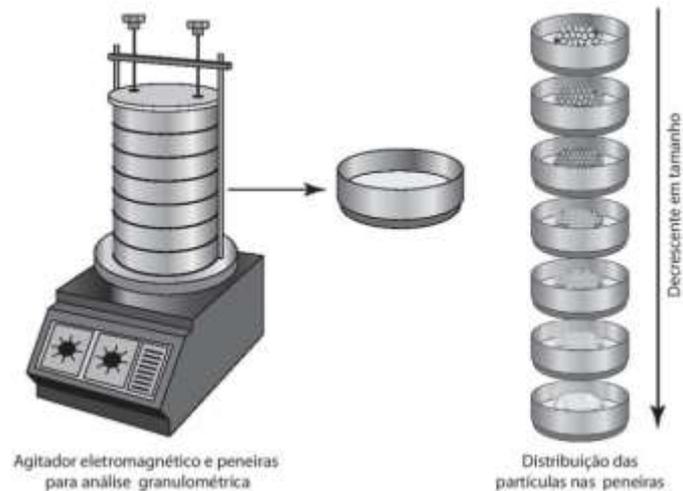
$$\phi = \frac{1}{Al} \quad (7)$$

2.3.2. Distribuição granulométrica

Os grãos comercializados são sistemas particulados, compostos por grãos de diferentes tamanhos, dentro de uma faixa de granulometria. Os sistemas podem possuir faixas com maior quantidade de grãos mais finos, ou grãos mais grossos, não necessariamente de forma homogênea, o que torna o conhecimento das frações presentes em cada faixa um ponto de extrema relevância para a escolha de determinado grão e para a análise dos impactos desses tamanhos na aplicação desejada (CREMASCO, 2014).

A análise de distribuição granulométrica é um método utilizado com base na separação do grão em diferentes frações, possibilitando uma análise completa da amostra estudada. Para que a análise seja realizada, é utilizada a operação de peneiramento, na qual as partículas são submetidas a um conjunto de peneiras em constante agitação, por um intervalo de tempo pré-estabelecido. De acordo com a massa, o diâmetro e a ação da gravidade, as partículas percorrem uma trajetória descendente entre as peneiras selecionadas, de acordo com o diâmetro dos orifícios de cada peneira. Parte da amostra será retida na peneira cuja malha seja menor que o diâmetro da partícula, e parte, com diâmetro menor, passará para a peneira seguinte (FIGURA 12). As dimensões de cada peneira podem ser fornecidas em unidade de medida métrica (milímetros ou micrômetro, conforme o tamanho aproximado das partículas analisadas) ou podem serem apresentadas em *mesh*. A relação entre a porcentagem de massa retida em cada peneira, e o diâmetro correspondente permite a caracterização e padronização da distribuição de tamanho de determinados tipos de grão (CREMASCO, 2013).

Figura 12 - Peneiramento para a análise granulométrica.



Fonte: Adaptado de Cremasco (2014).

Para a padronização dos grãos utilizados nas indústrias de abrasivos e refratários, normas foram criadas de forma a regularizar e classificar os grãos conforme a distribuição granulométrica do material, sendo elas as normas FEPA (*Federation of European Producers of Abrasives*), JIS (*Japanese Institute Standards*) e ANSI (*American Standards Institute Abrasives*). Cada grupo de normas se difere principalmente em relação a região do mundo na qual foram criadas e são escolhidas conforma a necessidade de cada cliente. No Brasil, as três normas podem ser utilizadas, devido à grande similaridade entre elas, variando de empresa para empresa.

Conhecer a distribuição granulométrica dos materiais é uma grande ferramenta para o estudo das demais características dos materiais.

2.3.3. Densidade e efeito de compactação

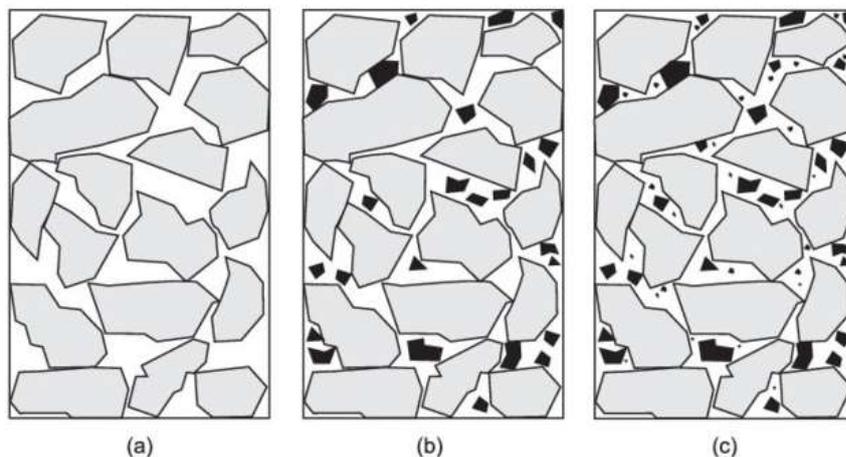
A densidade é uma das principais variáveis para a análise de grãos e sistemas particulados, devido ao fato dela influenciar diretamente nas propriedades dos materiais produzidos a partir do carbetto de silício, como refratariedade e dureza. Segundo Atkins e Jones (2001), a densidade de um material é uma propriedade extensiva, obtida através da razão entre duas propriedades intensivas: a massa de um material e o volume ocupado, e se encontra matematicamente apresentada na Equação 8, na qual d equivale à densidade, m à massa do material e v ao volume ocupado.

$$d = \frac{m}{v} \quad (8)$$

A porosidade, característica referente a presença de espaços vazios em uma partícula ou conjunto de partículas, é considerada uma grandeza inversamente proporcional a densidade, em consequência de o volume ocupado pelos poros mascarar o verdadeiro volume da partícula (CREMASCO, 2014). Formas de diminuir a influência dos interstícios na obtenção da densidade é a partir dos estudos de compactação e empacotamento de partículas sólidas.

De acordo com Daminelli, John e Pileggi (2017), a partir da teoria de empacotamento de partículas, a utilização de sistemas particulados com partículas de tamanhos diferentes, possibilita o maior rearranjo dos grãos dentro dos interstícios do sistema particulado, devido ao fato de partículas menores terem a tendência de ocupar os espaços vazios entre as partículas maiores, aumentando a densidade do material (FIGURA 13c). Em materiais com partículas de tamanhos similares (FIGURA 13a), os interstícios entre as partículas não se encontram preenchidos, devido à inexistência de partículas com características adequadas para preencher os vazios formados, acarretando um menor valor de densidade. Na Figura 13, está ilustrado o impacto das partículas de tamanhos diferentes no processo de empacotamento. A compactação dos grãos também influencia diretamente na propriedade de densidade, pois, quando realizado um processo de compactação, as partículas tendem a preencher os espaços intersticiais presentes naquele sistema, o que acarreta um material com menos espaços vazios, e, conseqüentemente, maior densidade, devido a necessidade de um menor volume para acomodar todos os grãos.

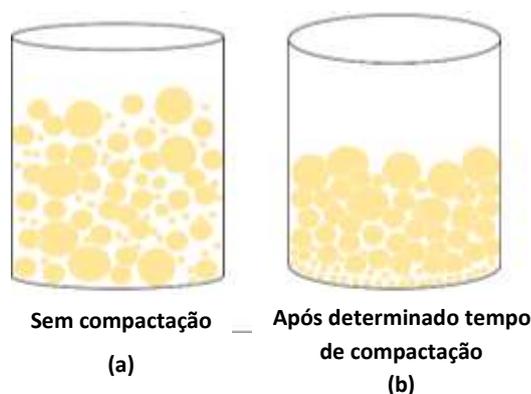
Figura 13 - Sistema de baixo (a), médio (b) e alto empacotamento (c).



Fonte: Adaptado de Santhanam (2003).

A densidade do material pode ser quantificada através da utilização de diferentes métodos, de acordo com a necessidade de se desconsiderar ou não os espaços intersticiais. Primeiramente, é necessário estabelecer o conceito de massa específica, sendo considerada a razão entre a massa e o volume de uma determinada substância, desconsiderando interstícios e a porosidade interna das partículas. A principal diferença entre a massa específica e a densidade é que, enquanto a massa específica se refere a uma porção de material, a densidade se refere ao volume de um corpo não necessariamente maciço. Desta forma, considera-se a densidade relativa do material a densidade obtida através de métodos nos quais o único volume analisado é o volume dos grãos, desconsiderando os interstícios, porém não necessariamente a porosidade das partículas. O método é realizado a partir da razão entre a densidade do material e a densidade de uma substância de referência, como a água, que apresenta densidade $1,0000 \text{ g/cm}^3$ a $4 \text{ }^\circ\text{C}$ (SAMPAIO; SILVA, 2006). Para se obter a densidade do material, considerando os volumes dos interstícios, utiliza-se a densidade aparente ou livre, que considera o volume total ocupado pelo material. O método é realizado através da aferição da massa de material em um volume específico. A ação da gravidade influencia diretamente na obtenção da densidade, devido ao fato de qualquer mínima perturbação do sistema influenciar diretamente na conformação dos grãos (SAMPAIO; SILVA, 2006). Além disso, uma forma de avaliar o efeito da compactação na densidade é a partir da obtenção da densidade compactada, tendo como diferença principal da densidade aparente, a ação de uma força que auxiliará na compactação dos grãos dentro do volume disponível. A Figura 14 apresenta uma comparação entre as partículas durante a obtenção da densidade aparente (14a) e a densidade compactada (14b).

Figura 14 - Comparação entre densidade aparente (a) e densidade compactada (b).



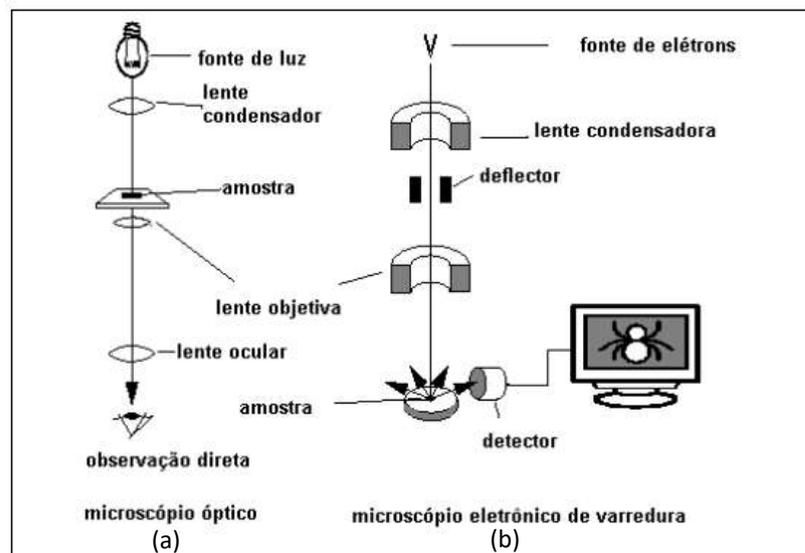
Fonte: Adaptado de Bettersize Instruments Ltd (2022).

2.3.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura é um método de análise de imagem utilizado em diferentes áreas de pesquisa, devido ao fato de conseguir proporcionar uma análise detalhada de materiais na escala nano, com precisão e ampliações de magnitude elevada, na escala de 2 a 5 nanômetros em microscópios comerciais, podendo alcançar resoluções de até 1 nanômetro em equipamentos de pesquisa avançados (CARTER; NORTON, 2013).

Diferente dos microscópios ópticos convencionais, que possuem como princípio a iluminação do objeto com luz visível e ultravioleta, com um aumento máximo de 2000 vezes, cuja resolução depende diretamente do comprimento de onda da radiação incidente, os microscópios eletrônicos de varredura (MEV) substituem o feixe de fótons, por um feixe de elétrons, que quando submetido a um campo elétrico acelerado, de voltagem relativamente grande, curtos comprimentos de onda e elétron de alto poder de resolução podem ser produzidos e focalizados, por campos eletrostáticos e eletromagnéticos, formando uma imagem de alta definição (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2017). A Figura 15 apresenta uma comparação entre as técnicas de microscopia óptica tradicional e a microscopia eletrônica de varredura.

Figura 15 - Comparação microscópio óptico (a) e microscópio eletrônico de varredura (b).



Fonte: Adaptado de Dedavid; Gomes; Machado (2017).

Como mostra a Figura 15b, o feixe de elétrons, após ser acelerado, é difundido pela amostra, sendo a profundidade de difusão definida pela energia do feixe e pelo peso molecular do material. O sinal é captado de acordo com que os elétrons ou as ondas eletromagnéticas

resultantes da interação entre elétron e material, retornam à superfície e são redirecionadas ao detector. Desta forma, diferentes imagens podem ser formadas de acordo com os sinais captados pela varredura. Os elétrons secundários, gerados pelas interações entre o elétron e o material presente na superfície da amostra, são os mais utilizados para análises de microscopia convencionais, pois formam imagens de alto contraste, em razão da captação do relevo ser o princípio básico para a formação da imagem (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2017).

Devido à alta definição proporcionada, o MEV é capaz de fornecer, de forma precisa, informações sobre morfologia, estrutura e composição química de inúmeros grãos e compostos sólidos, permitindo uma análise detalhada da superfície do material.

2.3.5. Difratomia de Raios-X (DRX)

Segundo Carter e Norton (2013), a difratometria de raios-X é um dos métodos mais utilizados e mais completos para o estudo de materiais, sendo utilizado em universidades, institutos de pesquisa e indústrias, devido ao fato de proporcionar a realização de diferentes análises, conforme o objetivo do experimento, podendo variar desde a análise da geometria do cristal, arranjo de átomos, simetria, orientação cristalográfica, identificação de componentes, entre outros.

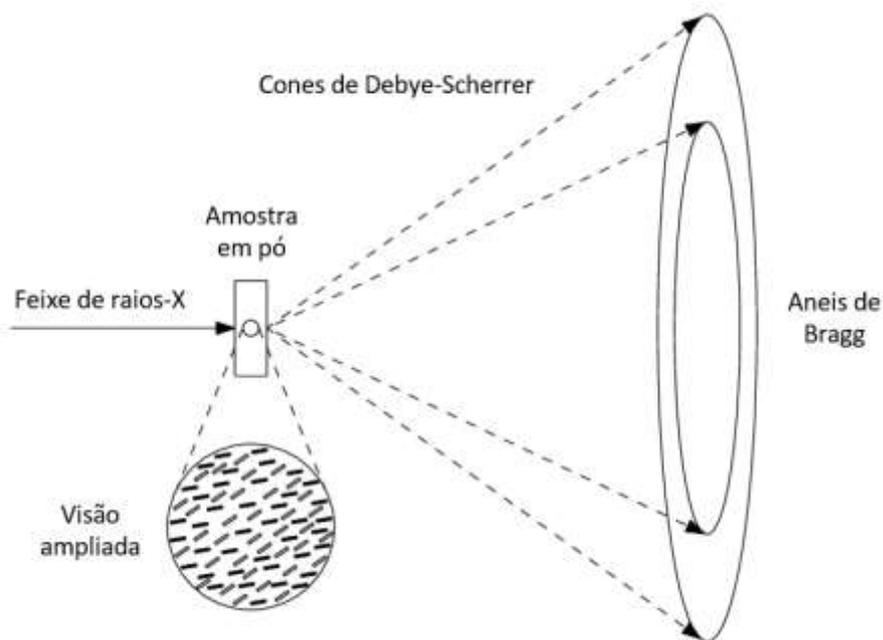
A principal técnica utilizada para a difração de raios-X é a Difração de Pó (*Powder DRX*). Ao se utilizar o material, os grãos possuem maior tendência em assumirem diferentes orientações dentro da amostra, o que possibilita uma análise mais completa do material e de suas orientações, e uma maior abrangência de valores de d (distância interplanar) e θ (ângulo de incidência ou reflexão do feixe incidente). Os resultados são registrados na forma de difratogramas, em termos da intensidade da radiação em função do ângulo de dispersão (2θ). (CARTER; NORTON, 2013).

Uma das principais fontes de informação para análise de difratogramas é o *Powder Diffraction File* (PDF), documento com informações de diferentes padrões de difratometria de pó para materiais de fase única, na forma de tabelas, correlacionando valores de d com as respectivas intensidades de pico. Para materiais com múltiplas fases, a análise é realizada a partir das áreas de pico dos valores determinados pelo PDF. (CARTER; NORTON, 2013).

Na difração de pó, o método mais utilizado é o de Debye Scherrer, que consiste na difração de um feixe de raios-x monocromático, por um material constituído por pequenos cristais. Alguns dos cristais presentes na amostra possuirão a orientação ideal para que o feixe seja reemitido, similarmente a um fenômeno de reflexão. Desta forma, o feixe também poderá

ser reemitido pelos conjuntos de planos, desde que a condição de Bragg seja satisfeita. Quando o plano é girado de maneira a tornar θ constante, é possível obter um cone para cada conjunto de amostras, conforme Figura 16. Os cones são detectados por detectores especiais, que captam as linhas geradas pelos cones referentes a cada conjunto de planos da rede cristalina e, a partir delas, retorna o valor do ângulo de incidência θ , conseqüentemente, o difratograma (WASEDA; MATSUBARA; SHINODA, 2011).

Figura 16 - Representação do princípio de funcionamento do DRX pelo método de Debye Scherrer.



Fonte: Adaptado de Carter e Norton (2013).

3. METODOLOGIA

Para a análises dos grãos de carbetto de silício, foram fornecidas três amostras do mesmo material particulado, produzidas em anos diferentes pela empresa *FIVEN* (SIKA – CARBETO DE SILÍCIO). Os métodos de caracterização foram executados conforme metodologias padrões, definidas pela norma FEPA, e exigências dos laboratórios responsáveis por cada um dos equipamentos utilizados, seguindo os procedimentos internos padronizados para cada análise.

3.1. Análises Granulométricas

As análises granulométricas das três amostras foram realizadas em triplicata pelo método de peneiramento, no qual pesou-se 100 gramas de cada material e adicionou-se ao conjunto de peneiras formado pelas aberturas 2,36 mm (8 mesh), 1,70 mm (12 mesh), 710 μm (25 mesh) e 150 μm (100 mesh). Para registro, foi adotado o método de análise a partir dos valores de massa retidos em cada peneira, sendo a massa presente na última peneira, também chamada de fundo, a massa dos grãos de menor diâmetro de partícula. Os ensaios foram realizados a partir do equipamento ROTAP RX-29 (FIGURA 17), com agitador de bancada da marca W.S. TYLER, presentes nos laboratórios de análise da empresa *FIVEN*, com configuração de 278 rotações por minuto. Para que as normas internacionais fossem satisfeitas, durante a realização da análise, manteve-se as amostras em agitação durante o intervalo de 5 minutos.

Figura 17 - Equipamento para testes de peneiramento (*Rotap*).



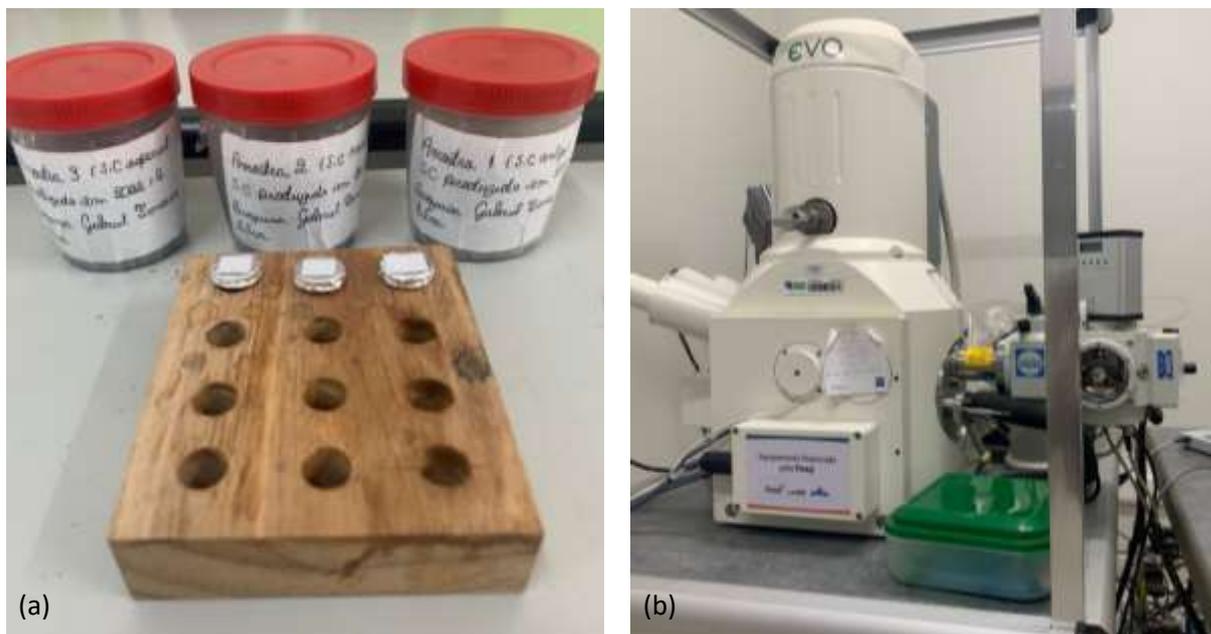
Fonte: Do autor (2023).

3.2. Análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O método de microscopia eletrônica de varredura foi realizado em parceria com o Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da Universidade Federal de Lavras. As amostras foram preparadas em *stubs* (suportes metálicos recobertos com papel alumínio), como apresentado na Figura 18a, e submetidas a um recobrimento superficial de carbono, a partir do aparelho evaporador de carbono CED 020 (Bal-Tec), de forma a tornar a superfície do material condutora e possibilitar a leitura a partir do microscópio.

As três amostras foram analisadas a partir do Microscópio Eletrônico de Varredura LEO EVO 40 XVP (Carl Zeiss), com tensão de aceleração 20kV, com sistema de microanálise de raios-x XFLASH 6160 (Bruker) (FIGURA 18b), e *take-off angle* de 35. Para a análise das micrografias, também foi utilizado o *software Image J* versão 1.8.0_345 [64-bit] (Wayne Rasband, National Institutes of Health, USA).

Figura 18 - Preparo das amostras para leitura em MEV (a) e equipamento utilizado (b).



Fonte: Do autor (2023).

A partir das micrografias obtidas pelo MEV, foram calculados os fatores de forma: arredondamento, circularidade, alongamento e esfericidade, pelas Equações 4, 5 e 7, respectivamente.

3.3. Análises por Difractometria de raios X (DRX)

As análises de difratometria de raio X foram realizadas pela Dra. Marina Trevelin Souza em parceria com o Laboratório de Materiais Vítreos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos. As três amostras foram preparadas em pó, para a utilização do método de Difração de Pó. Utilizou-se do difratômetro de raios X Última IV – Rigaku (FIGURA 19), com ângulo de início 10° e ângulo de término 90° , e a medida contabilizada a cada 1s, equivalente ao ângulo de $0,05^\circ$ (*step*). Os dados obtidos foram analisados a partir do *software Crystallographica Search Match* versão 2.1.1.1 (Oxford Cryosystems, EN), com base no *Powder Diffraction File 2* (PDF2).

Figura 19 - Difratômetro de Raio X.



Fonte: Adaptado de DEMa UFSCAR (2023).

3.4. Análise de densidade

Para a aferição da densidade, utilizou-se de dois dos métodos definidos pela norma FEPA como métodos padrões para a obtenção da densidade de pós e materiais particulados finos de carbetos de silício: densidade aparente e densidade compactada. Ambos os métodos foram realizados em triplicata, para cada uma das amostras, no laboratório de análises físicas da empresa *FIVEN*.

3.4.1. Densidade aparente

A densidade aparente foi obtida através do Funil de Hall (FIGURA 20). O aparato se baseia no princípio de escoamento natural de um pó através de um cone com angulação 30°, de forma a preencher por completo um recipiente cilíndrico de volume padronizado e se obter a densidade (CARLOS, 2016).

Para a realização do teste, adicionou-se o material particulado no cone, mantendo o orifício de escoamento tampado. Para a obtenção de um escoamento natural, baseado apenas na ação da gravidade, o orifício foi liberado para a passagem do material e o preenchimento do recipiente cilíndrico (IASI, 2017). De forma a se evitar vibrações e demais variáveis que possam interferir nos resultados, com uma régua, retirou-se o excesso presente por cima do cilindro e mediu-se a massa do material. Dessa forma, calculou-se a densidade aparente pela razão entre massa dos grãos de carvão de silício e volume do cilindro.

Figura 20 – Funil de Hall para medição de densidade aparente.



Autor: Adaptado de Carlos (2016).

3.4.2. Densidade compactada

Para a obtenção da densidade compactada, utilizou-se um analisador de densidade compactada com proveta de 250 ml acoplada, com configurações de 250 batidas por minuto e altura de batida de 3 mm. As amostras foram dispostas dentro da proveta de forma, que após 1 minuto, se tem a relação entre a massa adicionada na vidraria e o volume da massa compactada medido através da proveta (FIGURA 21).

Figura 21 - Equipamento para a medição de densidade compactada.



Fonte: Adaptado de Labulk (2018).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir da metodologia apresentada, foram realizadas análises de forma a comparar os três grãos estudados, conforme a identificação apresentada no Quadro 2.

Quadro 2 - Identificação dos grãos de carbeto de silício.

Identificação	Amostra de grãos de SiC	Característica
Amostra 1	produzido em 2008.	Grãos com melhor fluidez, produzidos através de processo convencional.
Amostra 2	produzido em 2022.	Grãos produzidos através do processo convencional.
Amostra 3	produzidos em 2022.	Amostra semelhante a Amostra 2, porém produzida a partir de cristais de maior pureza.

Fonte: Do autor (2023).

Cabe ressaltar que as amostras 1 e 2 foram obtidas através do caminho convencional de produção, apresentado no tópico 2.2.2. A amostra 3 também foi produzida a partir do processo convencional, porém, durante os processos de separação e obtenção dos cristais, foram realizados procedimentos de forma a diminuir as contaminações de metalúrgico junto ao material enviado ao processamento do cristal para produção de grãos. Ou seja, Foram adotadas medidas de maior rigor durante as operações dos equipamentos de separação e durante a seleção das melhores pedras. As amostras se encontram na Figura 22.

Figura 22 - Amostras de carbeto de silício (SiC).



Fonte: Do autor (2023).

4.1. Granulometria

Analisou-se separadamente a granulometria dos três grãos fornecidos pela empresa *FIVEN*. Os valores obtidos de massa para os conjuntos de peneiras utilizados, se encontram nas Tabelas 2, 3 e 4, sendo referentes as amostras 1, 2 e 3, respectivamente. As análises granulométricas foram realizadas em triplicata.

Tabela 2 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 1.

Faixa de granulometria	% mássica (g.g ⁻¹)			Média
	Teste 1 (± 0,05)	Teste 2 (± 0,05)	Teste 3 (± 0,05)	
Maior que 2,36 mm	5,00	5,20	5,00	5,1 ± 0,1
2,36 – 1,70 mm	12,40	12,80	13,80	13,0 ± 0,7
1,70 mm – 0,71 mm	24,70	24,50	25,90	25,0 ± 0,8
0,71 mm – 0,15 mm	27,00	27,40	27,60	27,3 ± 0,3
0,15 mm – 0,045 mm	17,20	15,40	15,00	16,0 ± 1,0
Menor que 0,45 mm	13,70	14,70	15,90	13,4 ± 1,0

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Tabela 3 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 2.

Faixa de granulometria	% mássica (g.g ⁻¹)			Média
	Teste 1 (± 0,05)	Teste 2 (± 0,05)	Teste 3 (± 0,05)	
Maior que 2,36 mm	2,90	3,70	3,00	3,2 ± 0,4
2,36 – 1,70 mm	11,30	12,00	11,10	11,5 ± 0,4
1,70 mm – 0,71 mm	28,60	29,30	28,70	28,9 ± 0,4
0,71 mm – 0,15 mm	29,60	28,20	29,50	29,1 ± 0,8
0,15 mm – 0,045 mm	15,70	14,90	15,90	15,5 ± 0,5
Menor que 0,45 mm	11,90	11,90	11,80	11,9 ± 0,1

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

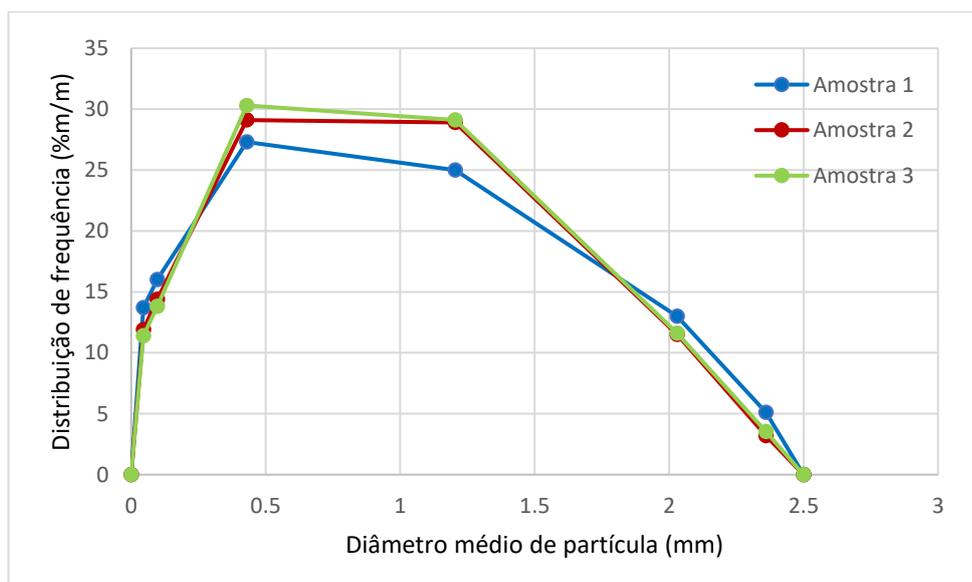
Tabela 4 - Resultados do teste de peneiramento para a Amostra 3.

Faixa de granulometria	% mássica (g.g ⁻¹)			
	Teste 1 (± 0,05)	Teste 2 (± 0,05)	Teste 3 (± 0,05)	Média
Maior que 2,36 mm	3,60	3,60	3,50	3,60 ± 0,06
2,36 – 1,70 mm	11,60	11,60	11,50	11,60 ± 0,06
1,70 mm – 0,71 mm	29,10	30,00	28,20	29,10 ± 0,90
0,71 mm – 0,15 mm	29,30	31,00	30,60	30,30 ± 0,90
0,15 mm – 0,045 mm	14,40	13,80	14,00	14,00 ± 0,30
Menor que 0,45 mm	12,00	10,00	12,20	11,00 ± 1,00

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A partir dos valores médios de %mássica encontrados para cada faixa granulométrica, apresentados nas Tabelas 2, 3 e 4, para as amostras 1, 2 e 3, respectivamente, foram plotados dois gráficos, de forma a comparar o comportamento das três amostras analisadas. A Figura 23 apresenta o gráfico de distribuição de frequência, sendo o diâmetro médio de partícula, a média entre os valores máximo e mínimo de cada intervalo. Na Figura 24 encontra-se o gráfico de distribuição cumulativa, calculado a partir da soma das porcentagens mássicas das peneiras, conforme o aumento do diâmetro.

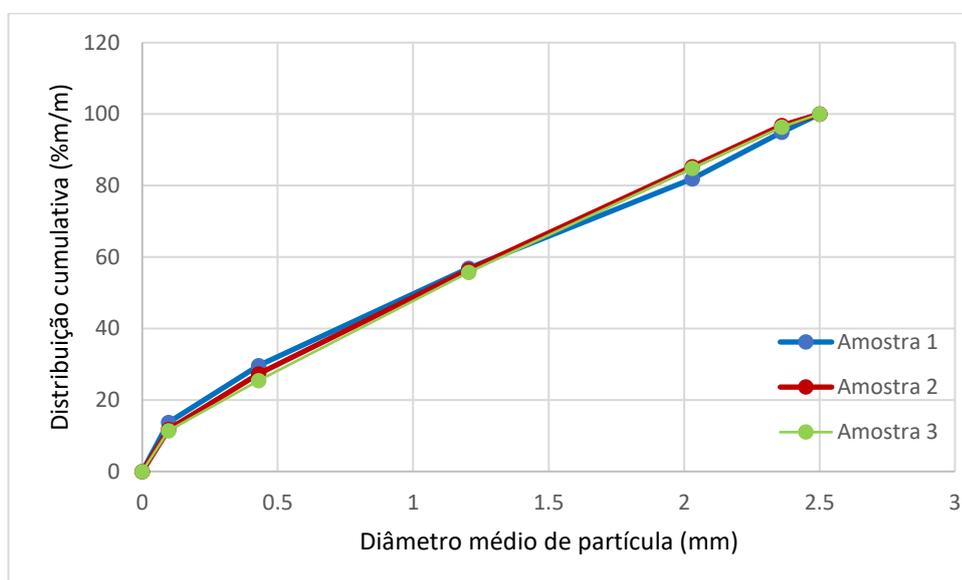
Figura 23 - distribuição de frequência das amostras de carbetto de silício.



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A partir do primeiro gráfico (FIGURA 23), é possível observar uma ligeira diferença entre os valores apresentados da amostra 1 e das amostras 2 e 3, que apresentam comportamento similar. Esta diferença se dá devido ao processamento do grão. Observa-se que a Amostra 1 apresentou maiores valores nos extremos da distribuição (peneiras 2,36 mm, 1,7 mm, 0,045 mm e fundo), já as amostras 2 e 3, que apresentaram distribuições quase similares, obtiveram uma maior frequência nas aberturas relacionadas ao meio da distribuição (peneiras 0,71 mm e 0,15 mm).

Figura 24 - distribuição cumulativa das amostras de carbetto de silício.



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

As três amostras apresentaram o mesmo comportamento granulométrico, como pode-se observar pelo gráfico de distribuição cumulativa (FIGURA 24), devido ao fato de a produção dos grãos ser realizada a partir dos requisitos internos da empresa no quesito granulometria, logo é necessário que a somatória das frações se mantenha semelhante, conforme as especificações. As variações de material retido em cada peneira se dão devido a faixa de confiabilidade aceita internamente para cada peneira.

Ao se comparar o gráfico de distribuição de frequência (FIGURA 23), com o gráfico apresentado pela Figura 9, no tópico 2.2.4, pode-se observar que os grãos analisados apresentaram distribuição com comportamento de maior similaridade aos grãos destinados à indústria de materiais refratários, do que aos grãos destinados a indústria de abrasivos, devido a larga faixa granulométrica das amostras.

4.2. Densidades solta e compactada

A avaliação da densidade do carbetto de silício foi realizada tanto por meio da obtenção da densidade aparente quanto da densidade compactada. Os valores de densidade obtidos se encontram nas Tabelas 5 e 6. Para cada método de densidade, as análises foram realizadas em triplicata.

Tabela 5 – Valores referentes a análise de densidade compactada.

Análise	Teste 1 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Teste 2 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Teste 3 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Média (g.cm ³⁻¹)
Amostra 1	2,347	2,365	2,362	2,358 ± 0,009
Amostra 2	2,362	2,345	2,340	2,349 ± 0,010
Amostra 3	2,357	2,360	2,355	2,357 ± 0,007

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Tabela 6 – Valores referentes a análise de densidade aparente.

Análise	Teste 1 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Teste 2 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Teste 3 (g.cm ³⁻¹) (± 0,005)	Média (g.cm ³⁻¹)
Amostra 1	1,920	1,912	1,921	1,920 ± 0,010
Amostra 2	1,890	1,891	1,890	1,890 ± 0,006
Amostra 3	1,901	1,900	1,898	1,900 ± 0,006

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Observa-se que os grãos presentes na amostra 1 apresentaram maiores valores de densidade, tanto aparente quanto compactada, quando comparados aos demais amostras analisadas. Além disso, pode-se constatar que as três amostras apresentaram grande proximidade entre os valores analisados de densidade compactada (2,358 g/ml, 2,349 g/ml e 2,357 g/ml), porém, ao se analisar a densidade aparente, os valores encontrados de densidade para as amostras 2 e 3 apresentaram uma diferença significativa em relação a primeira amostra, com diferença de 0,028 g/ml e 0,018 g/ml, respectivamente.

Comparando-se com os valores obtidos no tópico 4.1, pode-se relacionar a distribuição granulométrica dos grãos e as densidades encontradas. A amostra 1, cuja distribuição granulométrica se apresentou mais equilibrada, apresentou maiores valores de densidade. Pode-

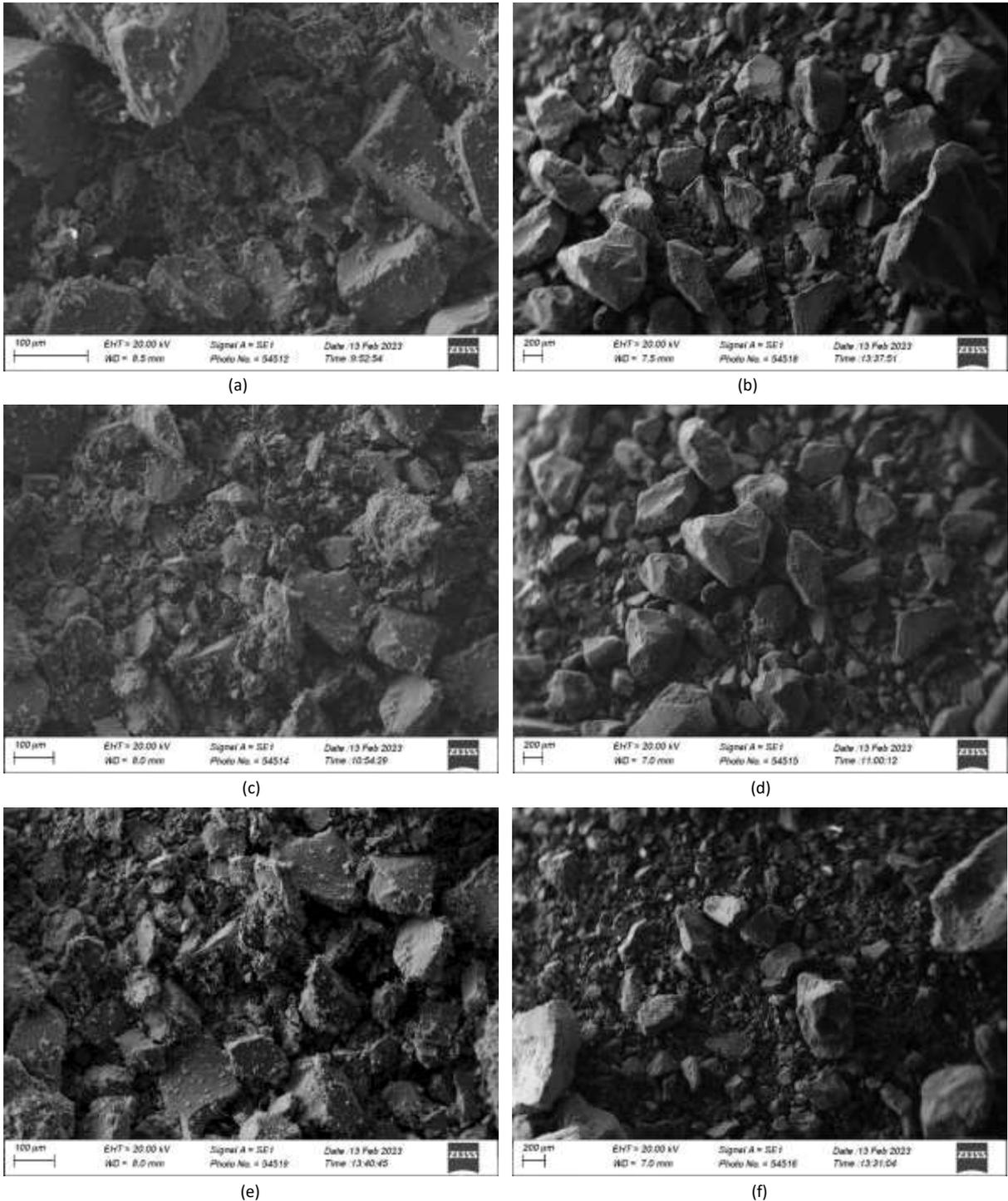
se justificar o comportamento dos dados a partir da teoria de empacotamento de partículas, pois, a amostra 1 apresentou uma distribuição granulométrica mais equilibrada, de forma a se ter uma compensação entre a quantidade de materiais particulados finos e grossos presentes no material, tendo um impacto direto na densidade aparente e na densidade compactada.

Devido ao fato de o procedimento da densidade aparente possuir como força atuante apenas a gravidade, materiais com equilíbrio entre grãos grossos e finos, apresentam a tendência de possuir maior densidade livre, devido ao escoamento natural dos grãos e preenchimento dos espaços vazios, como constatado pelo comportamento da amostra 1. Ao se analisar a densidade compactada, devido a existência de uma segunda força atuante, advinda das vibrações do equipamento, a tendência é a aproximação entre os valores de densidade das três amostras, devido a uma compactação forçada, como constatado a partir dos valores apresentados na Tabela 5.

4.3. Análise das micrografias e fatores de forma

A Figura 25 representa as micrografias das amostras analisadas, na qual as Figuras 25a e 25b, representam regiões da amostra 1, as Figuras 25c e 25d regiões da amostra 2, e as Figuras 25e e 25f, regiões da amostra 3.

Figura 25 - Micrografias de grão de carбето de silício, sendo: ampliações amostra 1, 200x (a) e 40x (b). Ampliações Amostra 2, 200x (c) e 40x (d). Ampliações Amostra 3, 200x (e) e 40x (f).



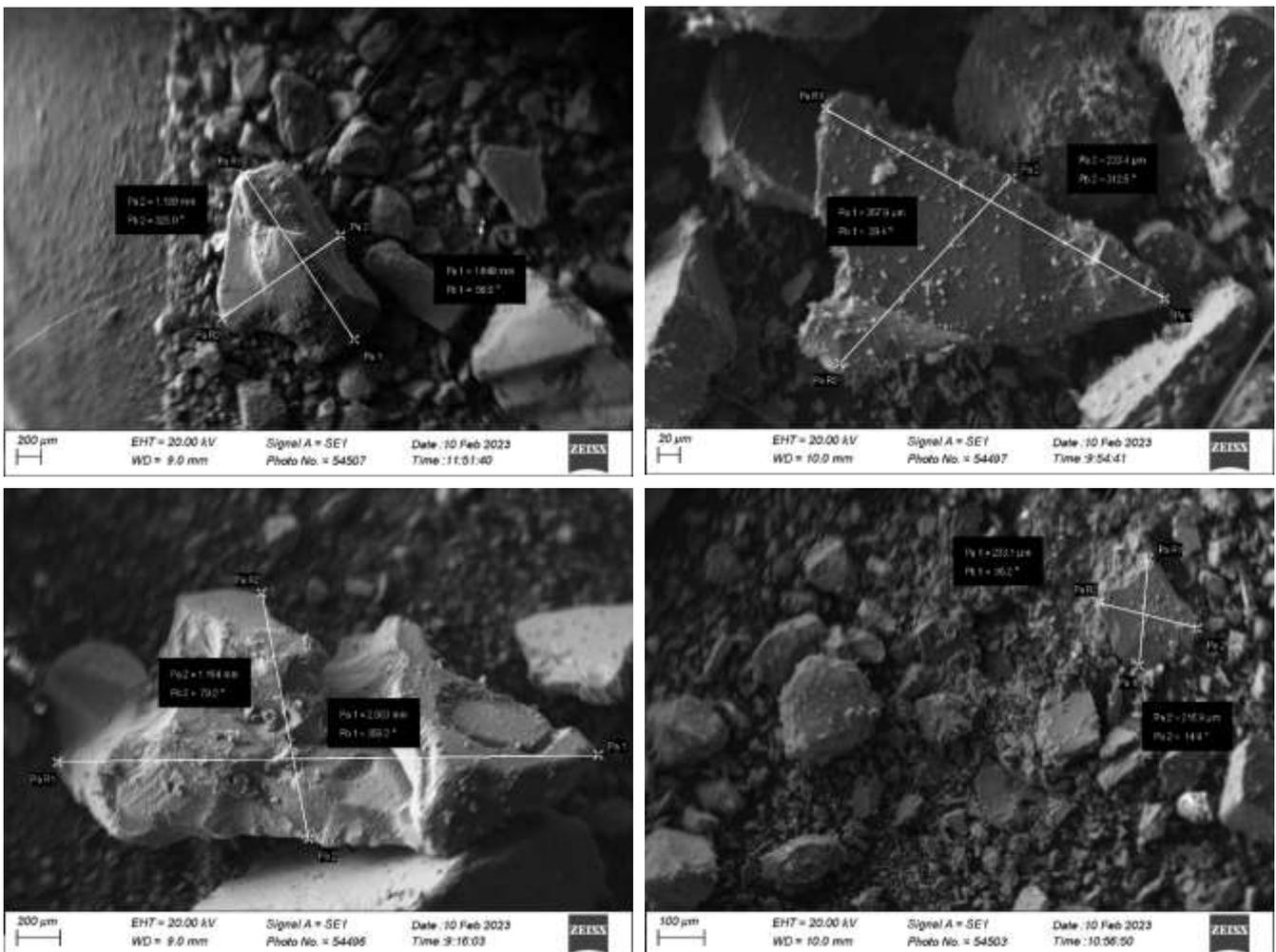
Fonte: Do autor (2023).

Pela análise visual das amostras, de acordo com a Figura 22, foi observada a existência de grãos mais grosseiros na Amostra 1, quando comparada às demais. Ao se analisar as imagens obtidas pelo MEV, pela Figura 25, também por uma análise visual, e comparar com o padrão

de imagem apresentado pela Figura 10 no tópico 2.1.1, foi notada uma similaridade entre os formatos dos grãos encontrados e os dos classificados como angulares e de baixa esfericidade.

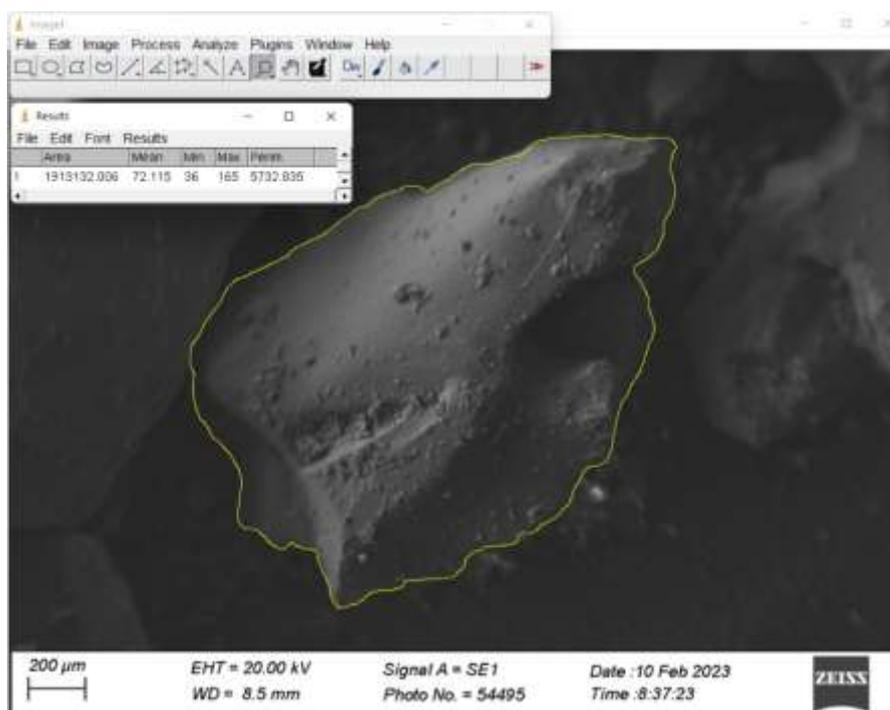
De forma a mensurar as dimensões dos grãos, foram obtidos valores para os diâmetros da circunferência inscrita (d_{pi}) e circunscrita (d_{pc}) para 100 partículas, escolhidas de forma aleatória e em diferentes aplicações, de forma a contemplar a maior variedade possível de tamanhos e formatos, de cada uma das amostras analisadas, de acordo com o apresentado na Figura 26, a partir de ferramentas disponibilizadas pelo próprio MEV. Para a obtenção da área de partícula (A_c) e perímetro de partícula (P_e), foi utilizado do *software Image J*, conforme apresentado na Figura 27. Os valores obtidos pelos *softwares* utilizados foram copilados e analisado a partir da ferramenta *Microsoft Excel* (2023).

Figura 26 – Análise das micrografias dos grãos de carбето de silício pelo MEV.



Fonte: Do autor (2023).

Figura 27 – Análise das micrografias dos grãos pelo *software Image J*.



Fonte: Do autor (2023).

Na Tabela 7, encontram-se os valores médios de arredondamento (Ar), circularidade (C), alongamento (Al) e esfericidade (Φ), calculados através das equações 1, 2 e 4, respectivamente, e dos desvios padrões associados. Os valores de diâmetros da circunferência inscrita (d_{pi}) e circunscrita (d_{pc}), se encontram nos ANEXO A, e os da área de partícula (A_c) e perímetro de partícula (Pe), no ANEXO B.

Tabela 7 – Valores médios dos fatores de forma para as amostras analisadas.

Amostra	Ar	C	Al	Φ
1	$0,71 \pm 0,10$	$1,4 \pm 0,3$	$1,8 \pm 0,5$	$0,61 \pm 0,01$
2	$0,76 \pm 0,07$	$1,3 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,3$	$0,88 \pm 0,21$
3	$0,74 \pm 0,08$	$1,3 \pm 0,2$	$1,3 \pm 0,4$	$0,87 \pm 0,21$

Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A partir dos dados apresentados na Tabela 7, observa-se que as três amostras apresentaram grãos angulares, conforme classificação apresentada anteriormente para os valores de circularidade, com valores de C entre 1,25 e 2. A amostra 1 apresentou o menor valor médio de arredondamento e o maior valor médio de circularidade dentre as três amostras analisadas, indicando a presença de grãos mais irregulares e angulares.

Ao se analisar os valores de alongamento e esfericidade, foi possível observar que a amostra 1, novamente, apresentou valor de alongamento mais distante dos de uma partícula regular (alongamento 1) e o menor valor de esfericidade dentre as três amostras analisadas, indicando o distanciamento das partículas dessa amostra do formato esférico regular. Para as amostras 2 e 3, observou-se a repetição de um comportamento similar.

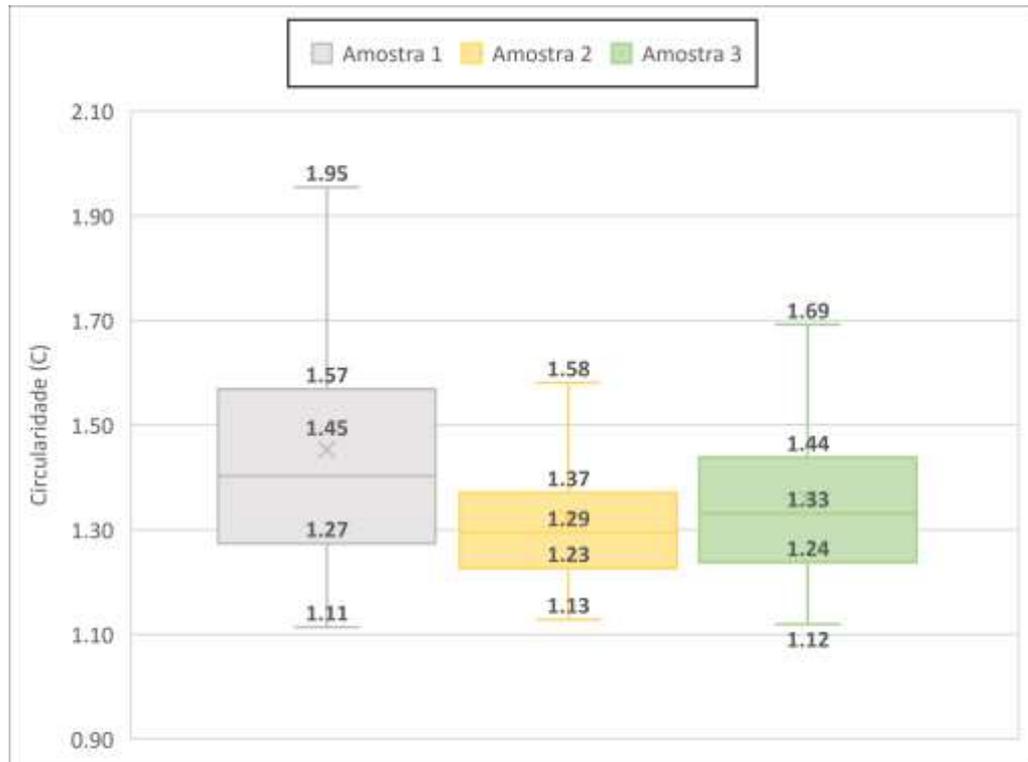
Os valores de desvio padrão obtidos para as médias foram significativamente elevados, o que pode ser justificado pela distribuição granulométrica aberta dos grãos, tendo tamanhos e formatos muito diferentes. De forma a se avaliar o comportamento dos resultados, foram plotados quatro gráficos *Boxplot*, sendo o gráfico 1 referente ao arredondamento (FIGURA 28), o gráfico 2 à circularidade (FIGURA 29), o gráfico 3, ao alongamento (FIGURA 30) e o gráfico 4, à esfericidade (FIGURA 31).

Figura 28 - *Boxplot* referente aos resultados de arredondamento (Ar).



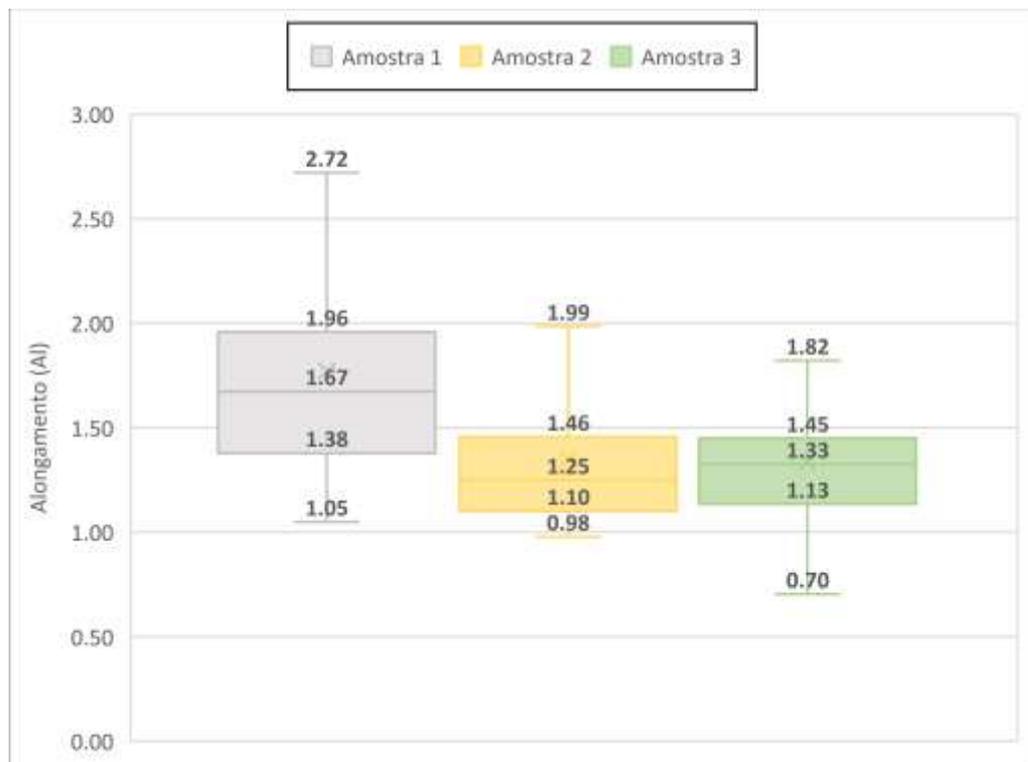
Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Figura 29 - *Boxplot* referente aos resultados de circularidade (C).



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Figura 30 - *Boxplot* referente aos resultados de alongamento (Al).



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Figura 31 - *Boxplot* referente aos resultados de esfericidade (Φ).



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A partir dos gráficos apresentados nas Figuras 28, 29, 30 e 31, é possível observar uma simetria entre os *Boxplots* obtidos, devido a mediana se encontrar próxima ao centro dos retângulos, que equivalem à amplitude de 50%, indicando a aproximação dos valores de mediana e média dos conjuntos de dados, de forma a validar as análises realizadas a partir das médias dos fatores de forma encontrados.

Observa-se também, pela análise dos gráficos, que os grãos das amostras 2 e 3 apresentaram comportamentos similares para os quatro fatores de forma analisados, sendo a amostra 3 ligeiramente mais irregular, devido aos valores médios (TABELA 7) e a amplitude dos resultados (FIGURAS 28, 29, 30 e 31).

Mesmo com a grande dispersão de resultados, constatada a partir dos valores extremos um tanto distantes dos *Boxplots*, observa-se que a amostra 1 apresentou maior grau de irregularidade, a partir da análise dos fatores de forma, quando comparada as demais amostrais, tanto em angularidade, arredondamento e alongamento.

De acordo com Arnold (2011), o formato do grão pode interferir diretamente nas características do material, devido ao fato de grãos irregulares possuírem uma maior quantidade de espaços vazios na conformação das partículas, o que torna a compactação de grãos com

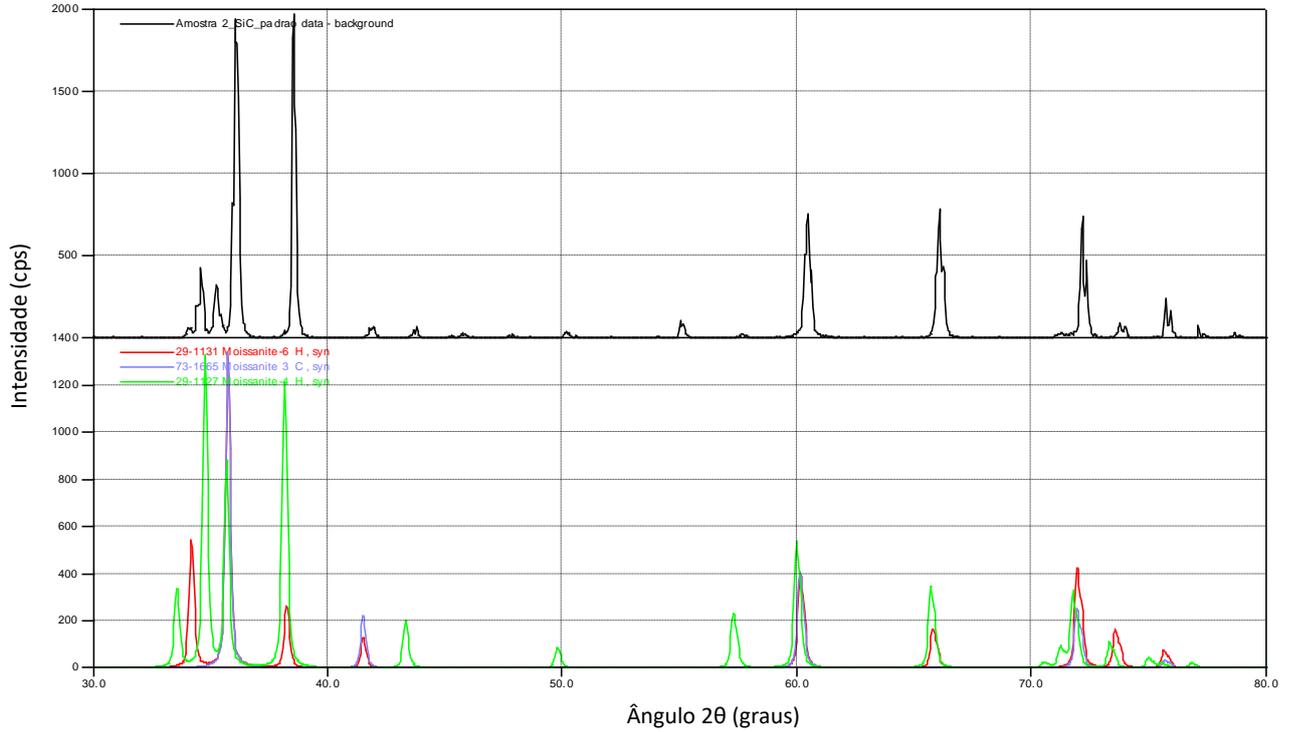
ampla distribuição granulométrica, mais propícia. Quando os grãos se aproximam de esferas, com baixos valores de alongamento e arredondamento, a compactação se torna desfavorecida, devido à similaridade entre os grãos, tanto para faixas amplas quanto para faixas mais restritas de granulometria.

Ao se realizar um comparativo com a distribuição granulométrica e a densidade analisada, constatou-se que a amostra 1, a qual apresentou maior densidade e distribuição granulométrica mais larga, quando comparada às demais, também apresentou maiores irregularidades a partir da análise dos fatores de forma, como apresentado anteriormente. Desta forma, a partir dos resultados obtidos e das teorias apresentadas por Cremasco (2014) e Arnold (2011), constatou-se que grãos irregulares e de tamanhos diferentes apresentaram uma melhor conformação dentro de um determinado volume. Cabe ressaltar que é necessário a análise correlata entre formato de grão e granulometria para avaliar os impactos na densidade, pois grãos mais irregulares, de distribuições granulométricas estreitas, tendem a apresentar menor densidade, devido à existência de poucas partículas para preencher os espaços vazios ocasionados, tanto pela irregularidade dos grãos quanto pela baixa compactação (ARNOLD, 2011).

4.4. Análise dos difratogramas

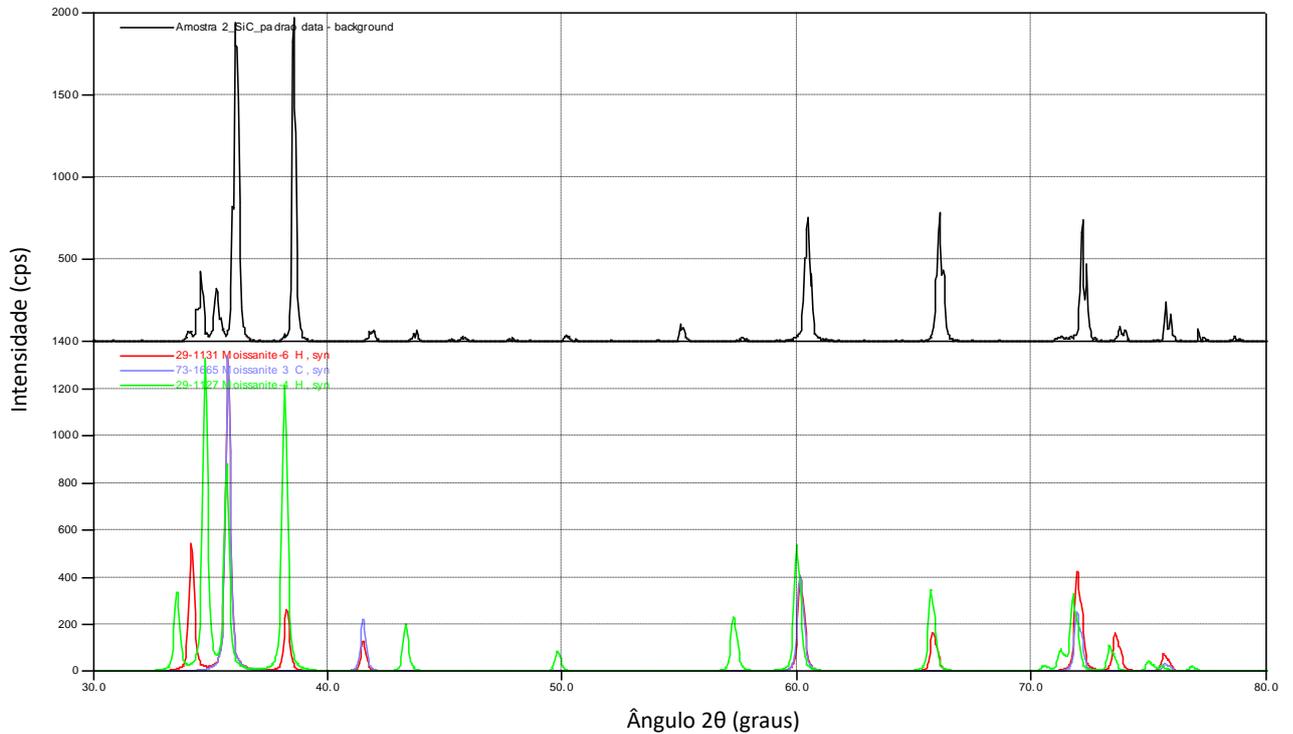
A partir dos dados obtidos pela difratometria de raios X, foram obtidos os difratogramas apresentados nas Figuras 32, 33, 34, referentes às amostras 1, 2 e 3, respectivamente.

Figura 32 – Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 1.



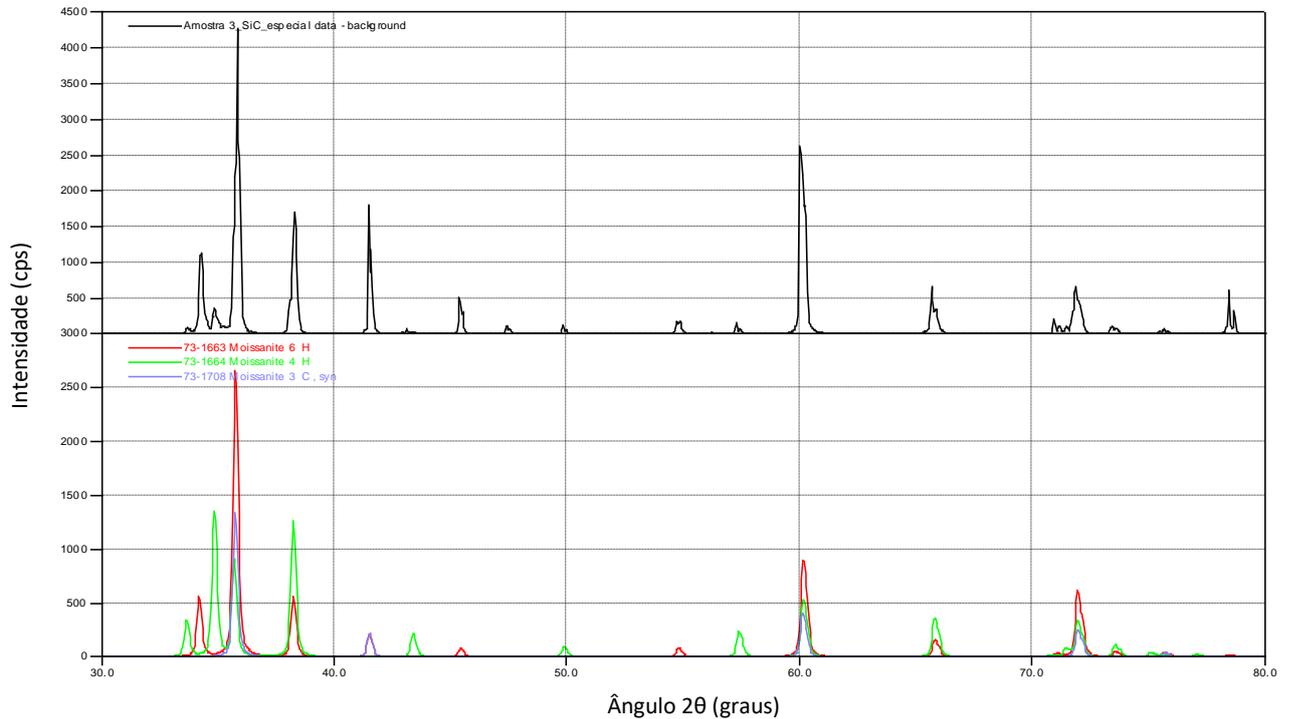
Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Figura 33 - Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 2.



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

Figura 34 - Difratoograma referente a análise de DRX para a amostra 3.



Fonte: Elaborado pelo autor (2023).

A partir das análises realizadas, foram encontrados 17 politipos de carbeto de silício (*mossanite*) nas três amostras apresentadas, sendo eles os politipos: 6H, 57R, 4H, 24R, 51R, 3C, 27R, 2H, 15R, 5H, 15R, 8H, 75R, 2H, 84R, 3C e 6H. Os politipos de SiC que apresentaram maior taxa de confiabilidade foram os presentes nas formas 4H, 6H (um dos principais politipos de α -SiC) e a 3C (β -SiC), sendo o 6H o de maior ocorrência conforme a análise de picos realizada nas três amostras de SiC (picos em 35.8 e 60.3 graus). Observou-se também a predominância da geometria hexagonal do carbeto de silício na estrutura dos materiais, pelo fato desta ser a geometria da forma predominante 6H (SILVA, 2018).

Ao se comparar os três difratogramas, constata-se uma similaridade no comportamento dos três gráficos. A amostra 2 apresentou alguns picos com intensidades diferentes das amostras 1 e 3, tais picos podem ser atribuídos a impurezas presentes na amostra, decorrentes de elementos como cálcio (Ca), magnésio (Mg), ferro (Fe) e alumínio (Al) (SILVA, 2018). Observou-se também maior intensidade das estruturas romboédricas (forma 6H) nas amostras 1 e 3, quando comparadas com o segundo difratograma (LINDSTAD, 2002).

A estrutura cristalina pode influenciar diretamente a densidade do material, devido ao fato de materiais com predominância de estruturas mais compactas, tenderem a apresentar maior densidade (WASEDA; MATSUBARA; SHINODA, 2011). As amostras 1 e 3, por

apresentarem maior incidência de estruturas 6H e 4H, possuem uma maior tendência de apresentarem uma maior densidade, o que foi observado pelos testes de densidade realizados.

A diferença entre a quantidade dos politipos presentes em cada uma das amostras pode ser atribuída à proporção entre os grãos de cristal e de material metalúrgico. Grãos de cristal possuem, predominantemente, as formas 4H ou 6H (α -SiC), já os materiais metalúrgicos apresentam os politipos intermediários 3C (β -SiC). A presença de determinada quantidade de material metalúrgico durante o processamento dos cristais pode influenciar diretamente na queda da densidade, devido à existência de estruturas cristalinas cúbicas, de menor densidade, misturadas às estruturas hexagonais (LINDSTAD, 2002).

5. CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos e das pesquisas realizados para fundamentação do trabalho, foi possível observar a importância da avaliação física, química e microestrutural do grão de carvão de silício. Pelas análises granulométricas, foi constatada uma ampla faixa de tamanhos de grãos nas três amostras analisadas, porém a amostra produzida em 2018 apresentou uma distribuição com menor quantidade de grãos intermediários.

Já pela análise morfológica, constatou-se também a presença de grãos com maiores irregularidades, tanto em formato quanto em angularidade e alongamento, na amostra 1 e grãos com fatores de forma similares entre as amostras 2 e 3, mesmo com a grande dispersão dos dados devido aos diferentes tamanhos e formatos de grão presentes.

Ao se analisar a densidade, foi possível relacionar os parâmetros obtidos com os valores encontradas para as amostras: a amostra 1 apresentou o maior valor de densidade, porém apresentou a maior irregularidade de grão e a distribuição granulométrica menos concentrada em determinadas faixas, estes fatores, quando combinados, contribuem para um aumento da densidade aparente do material, devido ao aumento dos interstícios entre partículas e o preenchimento desses interstícios com grãos de diferentes tamanhos. Observou-se também que a amostra 3 apresentou grãos ligeiramente mais irregulares que a amostra 2, o que justifica o resultado de densidade também ser ligeiramente superior.

Pela microestrutura, foi possível constatar a existência de diferentes politipos presentes nas amostras de SiC, sendo os politipos nas formas 6H, 4H e 3C predominantes. Dessa forma, relacionou-se a estrutura cristalina dos politipos com a influência deles sobre a densidade, sendo as amostras 1 e 3 constituídas de uma maior porcentagem de estruturas hexagonais (devido aos politipos 6H e 4H) de maior densidade.

Diante do apresentado, foi possível correlacionar as características analisadas com as diferenças entre os materiais produzidos em 2008 e 2022 e entender como as características dos grãos se relacionam entre si, sendo os grãos da amostra 1 (2008) mais densos, mais irregulares e de distribuição granulométrica mais aberta, e os grãos das amostras 2 e 3 (produzidos em 2022) ligeiramente menos densos, grãos com maior regularidade, e de distribuição granulométrica mais estreita. Mesmo o processo de produção tendo sido realizado a partir do mesmo equipamento para as três amostras, parâmetros de utilização do equipamento podem interferir nas características citadas, se tornando possível fonte de divergências.

Desta forma, para a aplicação na indústria de refratários, devido a necessidade de uma alta densidade, baixa porosidade e distribuição mais estreita, a amostra 1 é a que melhor se

enquadraria. Ao se analisar os grãos mais recentes, a amostra 3 também poderia ser selecionado para a aplicação, por ser a que mais se aproximou da amostra 1.

Cabe ressaltar que as diferenças encontradas de densidade entre as amostras foram mínimas, com diferenças centesimais, desta forma, porém, mesmo diferenças pequenas podem interferir diretamente na estabilidade de um processo ou na resistência de um material. Devido a isso, analisar a influência da morfologia e do tamanho do grão são critérios de extrema relevância.

Sugestões para a continuidade da pesquisa seriam: a avaliação química dos materiais a partir de um processo de sinterização, a análise de escoabilidade do material, de forma a se analisar o impacto dessa propriedade ao longo da execução do teste de densidade aparente, análise da densidade real por picnometria e prensagem uniaxial. Além dos pontos citados, avaliar os fatores de forma para cada faixa separada de granulometria seria uma forma de analisar a compactação dos grãos das amostras de forma mais aprofundada.

REFERÊNCIAS

ABDERRAZAK, H.; HMIDA, E. S. B. H. **Silicon Carbide: Synthesis and Properties**. In Tech. Tunísia, 2011. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/5305653_Exposure_to_Fibres_Crystalline_Silica_Silicon_Carbide_and_Sulphur_Dioxide_in_the_Norwegian_Silicon_Carbide_Industry. Acesso em 10 de março de 2023

ARAÚJO, G. S. **Estudo de parâmetros texturais das areias para argamassas de revestimento através de análise de imagem**. Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória, 2001. Disponível em: < <http://livros01.livrosgratis.com.br/cp133209.pdf> >. Acesso em 12 de fevereiro de 2023.

ARNOLD, D. C. M. **Análise da influência da forma dos grãos nas propriedades das argamassas**. Dissertação de mestrado, Universidade do Vale do Rio dos Sinos. São Leopoldo, 2011. Disponível em: <http://biblioteca.asav.org.br/vinculos/000006/000006AD.pdf>. Acesso em 17 de fevereiro de 2023.

BETTERSIZES INSTRUMENTS LTD. **Perfecting food packing through measurement of tapped density**. 2021. Disponível em: < <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=21057> >. Acesso em 18 de Janeiro de 2023.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciências e engenharia de materiais: Uma Introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. cap 1, 12 e 13. 882 p.

CARLOS, H. A. **Influência do processo de moagem do carbetto de silício na tenificação de materiais cerâmicos a base de argila**. Belo Horizonte, 2016. 58 p. Trabalho Final de Curso. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Disponível em: < https://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC_2%C2%B0_2016-Helen-Arantes-Carlos-vers%C3%A3o-final.pdf >. Acesso em 23 de janeiro de 2023.

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic materials: science and engineering**. 3. ed. Nova York: Springer, 2013. Cap 6, 1 e 20. 766 p.

CHIMELLI, C. P. **Processamento, caracterização e propriedades do carbetto de silício (SiC) obtido por sinterização de fase líquida**. Rio de Janeiro, 2010. 64 p. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Disponível em < <http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10003420.pdf> >. Acesso em 29 de janeiro de 2023.

CREMASCO, M. A. **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**. 2. Ed. São Paulo: Blucher, 2014. cap 6. 423 p.

DAMINELI, B. L.; JOHN V. M.; PILLEGI R. G. **Influência do empacotamento e dispersão de partículas no consume de cimento e concretos**. Revista IBRACON de Estruturas e materiais. São Paulo, 2017. Disponível em: < <https://www.scielo.br/j/riem/a/YPncCmnYGc5BT3csswzVPrR/?lang=en> >. Acesso em 18 de janeiro de 2023.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I., MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: Aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores.** Porto Alegre: EDIPUCRS, 2017. Disponível em: <https://editora.pucrs.br/edipucrs/acessolivres/livros/microscopia.pdf>. Acesso em 6 de fevereiro de 2023.

DEMA. **Difratômetro de raios X (DRX) com acessórios para pequenas áreas.** Disponível em: <https://www.dema.ufscar.br/pt-br/institucional/equipamento-multiusuario/caracterizacao-de-materiais/difratometro-de-raios-x-drx-com-acessorios-para-pequenas-areas>. Acesso em 6 de fevereiro de 2023.

FORELAND, S. **Exposure to fibres, crystalline silica, silicon carbide and sulphur dioxide in the Norwegian silicon carbide industry.** Oxford: Oxford University Press, 2008. Disponível em: <<https://academic.oup.com/annweh/article/52/5/317/167385>>. Acesso em 14 de março de 2023.

GERMANO, P. H. P. **Carbeto de silício: propriedades, aplicações e mercado.** Monografia de graduação em Engenharia de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2018.

GRAND VIEW RESEARCH. **Silicon carbide market size, share & trends analysis report by product (black, green), by application (steel, automotive, aerospace), by region, (north America, APAC), and segment forecasts, 2022 – 2030.** Disponível em: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/silicon-carbide-market>. Acesso em 14 de março de 2023.

IASI, M. M.; **Estudo do efeito de parâmetros de sinterização nas propriedades de um material ferroso com gradiente de função.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017. Disponível em: [Folha de estilo \(usp.br\)](#). Acesso em 6 de fevereiro de 2023.

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

IZHEVSKYI, V. A. et al. **Review article: silicon carbide: Structure, properties and processing.** São Paulo: Cerâmica, 2000. v. 46, n. 297. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/F4SH9Vtwgg7jTwf9vb5vGhv/?lang=en>. Acesso em 6 de fevereiro de 2023.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction of ceramics.** Nova York: John Wiley, c1976. 1032 p.

KORDINA, O. SADDOW, S. E. **Silicon Carbide Overview.** In: SADDOW, S. E.; AGARWAL, A. **Advances in silicon carbide: Processing and Applications.** Norwood: Artech House, P.1-26. 2004.

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

LABULK. **Tap density tester**. Disponível em: <<http://www.labulk.com/as-100-tap-density-tester2-stations/>>. Acesso em 18 de janeiro de 2023.

LINDSTAD, L.H. **Recrystallization of Silicon Carbide**. Department of Materials Technology and Electrochemistry. Norwegian University of Science and Technology, 2002.

MATOS, C.M. **Produção de carbetos de silício reforçado por óxido de grafeno**. Dissertação de Mestrado do curso de Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <<https://docplayer.com.br/50845730-Philippe-cardoso-matias.html>>. Acesso em 15 de fevereiro de 2023.

MOURÃO, A. A. C. et al. **Revisão: fundamento e materiais para o projeto da microestrutura de isolamentos térmicos refratários de alto desempenho**. São Carlos, 2014. Disponível em: <<https://www.scielo.br/j/ce/a/mG8CyTWMkxsx9FVbtJnH9qD/?lang=pt&format=pdf>>. Acesso em 10 de fevereiro de 2023.

MORAIS, L. M. T. **Inteligência competitiva aplicada a tecnologias do carbetos de silício para o setor de abrasivos**. Tese de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais UFSC – São Carlos - SP, 2005.

MELO, K. P. **Secagem de biomassa residuária de leveduras (*Saccharomyces cerevisiae*) em um secador atmosférico condutivo com agitação mecânica: caracterização e avaliação do produto seco como biosorvetne e complemento nutricional**. Tese de Doutorado. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2010.

MENEGALLI, F. C.; SOUZA, D. O. C. **Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo**. Dissertação de mestrado em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2007. Disponível em: https://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UNICAMP-30_56b593fe955ad8cff7d7058ee13dbd00. Acesso em 14 de fevereiro de 2023

PEÇANHA, R. P.; MASSARANI, G. **Dimensões características e farma de partícula**. **Anais do XIV Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos**. Enemp. Campinas, 2001.

RABACK, P. **Modeling of the sublimation growth of silicon carbide crystals**. Helsinki: Helsinki University of Technology: Helsinki, 1999.

SAMPAIO, J. A.; SILVA, F. A. N. G. **Capítulo 2 – determinação das densidades de sólidos e polpas**. Tratamento de Minérios: Práticas laboratoriais. CETEM/MCT. 2006. Disponível em: <<http://mineralis.cetem.gov.br:8080/bitstream/cetem/1019/1/Cap%202%20Densidade%20Final.pdf>>. Acesso em 11 de fevereiro de 2023.

SANTHANAM. M. **Particle packing theories and their application in concrete mixture proportioning: a review**. Indian Concret Jornal. 2023. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/286840879_Particle_packing_theories_and_their_application_in_concrete_mixture_proportioning_A_review>. Acesso em 11 de março de 2023.

SILVA, K. L. et al. **Uso do Carbetos de Silício como pré-inoculante em ferros fundidos**. ABIFA, [S.L], n. 186, p. 28-34, fev./nov. 2016.

SILVA, R. P. **Estudo do processamento e da microestrutura de carbetos de silício ligados por reação**. Rio de Janeiro, 2009. 69 p. Projeto de Graduação. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Disponível em Acesso em 29 de janeiro de 2023.

SMITH, W. F; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. 5. ed. Porto Alegre: McGrawHill, 2012. cap. 1 e 11. 707 p.

WANG, W. **Image analysis of particles by modified Ferret method** – best-fit rectangle. Powder Technology, v.165, p.1-10, 2006.

WASEDA, Y.; MATSUBARA, E.; SHINODA, K. **X-ray diffraction crystallography: introduction, examples and solved problems**. Sendai: Springer, 2011. Disponível em: <https://faculty.ksu.edu.sa/sites/default/files/ebooksclub.org_X-Ray-Diffraction-Crystallography-Introduction-Examples-and-Solved-Problems.pdf>. Acesso em 29 de janeiro de 2023.

WENDELL, H.; **Volumes, shapes and roundness of rock particles**. Journal of Geology, v 40, p. 443. Chigago, 1932.

ZANATTA, A. M. **Influência do tratamento térmico e do tipo de reforço nas propriedades de compósitos a base de ligas de alumínio obtidos via metalurgia do pó**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina. Florianópolis, 2008. Disponível em: https://www.researchgate.net/figure/Figura-22-Esquema-do-moinho-de-bolas-Fonte-GERMAN-1994_fig2_273874046. Acesso em 15 de janeiro de 2023.

ANEXO A - Valores de diâmetros da circunferência inscrita (d_{pi}) e circunscrita (d_{pc}).

Nº	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3	
	$d_{pi} (\pm 0,5)$	$d_{pc} (\pm 0,5)$	$d_{pi} (\pm 0,5)$	$d_{pc} (\pm 0,5)$	$d_{pi} (\pm 0,5)$	$d_{pc} (\pm 0,5)$
1	2272,9	2448,0	944,8	2374,0	861,9	1096,0
2	494,8	913,2	796,6	2768,0	947,3	1386,0
3	1567,0	2170,0	383,1	529,6	363,2	502,4
4	1469,0	2077,0	564,6	568,8	236,5	336,5
5	894,0	1144,4	625,3	892,3	250,4	283,5
6	509,1	946,3	554,1	560,0	243,6	263,6
7	1038,0	1402,0	236,8	356,2	246,2	372,3
8	672,3	1139,0	147,9	320,1	222,5	363,2
9	620,0	1018,0	339,0	461,8	69,72	92,97
10	245,5	414,0	303,8	531,9	65,59	88,92
11	116,4	185,5	256,2	486,0	45,19	64,35
12	132,2	138,7	215,8	277,5	49,28	100,2
13	30,23	43,53	445,4	540,4	60,83	78,71
14	40,71	77,87	239,0	437,4	50,02	60,23
15	32,32	43,53	445,1	853,9	491,7	697,6
16	40,71	77,87	448,4	465,1	1031,0	1398,0
17	34,43	57,17	226,2	344,1	671,2	1301,0
18	26,2	41,86	673,9	839,8	273,0	567,5
19	51,11	66,53	591,6	753,1	1496,0	2080,0
20	74,6	107,5	273,8	483,7	701,2	813,8
21	83,76	102,5	273,4	279,0	510,0	809,0
22	17,41	33,88	201,2	235,2	504,4	540,6
23	68,63	96,57	225,6	248,9	232,7	252,1
24	39,51	66,47	183,5	257,6	183,1	197,8
25	47,17	61,23	284,5	344,1	328,9	364,0
26	26,07	40,74	233,3	268,9	232,8	292,9
27	29,23	66,68	172,1	177,8	103,8	134,3
28	94,3	364,5	222,5	275,4	165,6	259,0
29	350,5	421,0	278,5	385,2	79,79	116,5
30	59,85	69,28	599,2	750,3	96,23	104,9
31	85,57	112,0	840,8	939,4	91,71	130,2
32	31,75	60,99	508,9	553,9	678,8	844,3
33	67,92	124,0	449,9	454,4	599,6	812,4
34	60,33	100,9	609,2	823,3	377,1	464,5
35	35,21	68,61	353,7	702,2	382,3	398,7
36	61,29	132,8	236,7	434,1	255,3	393,3
37	38,73	74,7	247,7	342,4	204,3	264,7
38	55,76	105,0	247,3	270,6	221,6	297,9
39	40,24	66,7	201,6	226,7	225,7	242,3
40	1421,0	3011,0	539,5	673,3	209,6	240,3
41	467,9	648,9	566,1	576,6	171,4	240,7
42	523,9	897,1	344,6	402,7	733,2	825,6

43	605,5	1515,0	245,8	345,0	309,9	352,3
44	534,7	1064,0	453,0	569,0	291,7	318,2
45	423,3	945,4	455,8	807,8	387,7	439,9
46	233,6	443,7	259,6	320,2	214,1	201,9
47	1989,0	2581,0	551,4	845,0	198,6	212,8
48	467,3	997,2	565,8	655,6	233,6	285,4
49	514,8	1070,0	418,5	409,0	211,9	241,4
50	231,2	666,6	484,4	665,1	712,1	1034,0
51	179,3	534,9	477,9	549,4	236,8	341,7
52	1186,0	1826,0	330,9	432,2	205,7	232,5
53	601,1	1061,0	306,1	595,8	184,8	200,1
54	983,7	1063,0	932,7	948,5	149,6	184,8
55	606,1	1009,0	202,4	285,4	268,3	630,9
56	1194,0	1575,0	673,3	840,2	339,0	470,3
57	288,4	879,5	468,7	544,3	215,4	243,6
58	193,0	491,4	360,3	623,6	257,7	285,3
59	592,1	829,0	354,5	364,5	177,2	295,3
60	570,6	713,6	299,1	374,5	150,8	229,8
61	873,1	1385,0	979,2	1048,0	218,4	256,5
62	691,7	936,0	517,7	698,0	157,3	286,4
63	292,2	873,1	520,4	661,7	163,8	211,0
64	375,1	1020,0	941,3	980,1	178,9	256,8
65	1222,0	1932,0	1370,0	1753,0	110,9	159,7
66	253,4	728,8	571,0	1044,0	296,9	297,4
67	982,0	1451,0	396,0	421,0	694,1	706,9
68	773,2	1290,0	357,7	534,3	354,0	375,9
69	597,0	707,7	634,6	674,7	561,3	995,6
70	275,9	648,6	548,6	556,7	301,2	404,4
71	193,0	374,9	432,2	1043,0	489,2	562,8
72	148,1	299,1	321,6	571,0	467,7	676,0
73	296,2	395,5	516,4	655,0	551,6	876,1
74	189,9	401,3	652,8	886,5	977,6	1420,0
75	159,0	310,4	245,9	361,5	678,2	780,1
76	315,8	388,3	194,8	200,0	325,0	441,3
77	121,5	223,4	204,1	251,5	238,5	273,6
78	121,2	181,2	231,5	262,8	295,1	389,1
79	138,3	296,4	143,3	162,2	276,0	425,0
80	59,63	155,5	167,5	182,3	284,1	402,1
81	126,5	235,3	188,8	295,4	159,9	274,4
82	74,34	136,9	109,5	155,7	248,0	428,4
83	33,15	65,58	128,2	153,6	149,1	172,5
84	55,29	74,98	525,8	541,0	278,0	302,3
85	91,89	97,23	520,4	558,1	221,7	234,9
86	138,3	266,4	1145,0	1185,0	273,6	281,5
87	29,29	66,38	933,9	1118,0	300,7	414,0
88	403,7	591,7	231,2	298,0	118,5	148,9

89	764,1	1249,0	122,1	63,62	190,9	282,9
90	679,1	1137,0	168,9	247,5	98,04	132,8
91	1160,0	1793,0	65,84	87,21	254,1	410,0
92	603,9	1103,2	94,12	118,0	317,5	443,8
93	307,0	663,0	82,6	90,85	229,2	235,0
94	1036,0	1577,0	112,1	134,7	127,3	184,3
95	594,3	1080,0	179,5	192,2	264,4	309,7
96	941,1	1022,0	96,71	108,0	146,6	233,9
97	33,73	89,75	80,78	126,6	245,4	252,6
98	1218,0	1525,0	39,01	71,37	662,8	754,7
99	953,6	1287,0	117,3	143,0	211,5	328,0
100	216,9	233,1	175,6	195,3	365,1	458,6

ANEXO B – Valores de área de partícula (Ac) e perímetro de partícula (Pe).

Nº	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3	
	Ac (mm ²) (± 0,05)	Pe (mm) (± 0,05)	Ac (mm ²) (± 0,05)	Pe (mm) (± 0,05)	Ac (mm ²) (± 0,05)	Pe (mm) (± 0,05)
1	591165,71	3179,81	136949,97	1506,55	8525,66	358,01
2	436507,08	2769,97	32378,85	769,49	11526,5	415,80
3	70739,89	1072,72	81934,13	1094,33	6930,70	331,57
4	198485,26	2074,16	36557,59	810,80	4908,22	270,27
5	744003,38	3354,43	36557,59	810,80	5557,71	304,14
6	1309860,74	4810,57	13664,23	536,75	10745,46	433,86
7	903415,03	3967,22	40146,70	808,32	8015,93	375,87
8	214472,72	2134,02	1443178,92	4923,18	9479,35	375,73
9	415858,18	2512,10	347297,13	2635,84	104157,75	1272,50
10	554036,53	3129,22	140359,62	1535,04	18473,63	557,11
11	424933,15	2682,47	60014,96	961,60	4192,95	275,74
12	1864184,35	5609,54	265798,83	2165,55	6240,09	327,34
13	1184189,27	4400,23	198708,21	1757,14	29449,29	661,51
14	689285,29	3194,07	117235,54	1341,48	11748,48	444,32
15	413043,34	2604,56	39992,88	780,79	97580,58	1440,43
16	76340,93	1033,77	31071,39	674,75	9783,54	402,36
17	15106,35	517,33	52195,83	937,41	7941,94	354,97
18	2096,81	194,05	70756,63	1121,54	8221,47	426,42
19	2755,09	234,23	143333,45	1548,58	10161,73	425,17
20	11551,28	447,56	59271,5	1076,69	68978,1	1113,71
21	20279,32	574,22	57861,49	957,4	91373,37	1234,69
22	3664,48	261,80	18894,07	577,83	15883,87	507,90
23	5974,74	366,53	238008,9	1980,85	12225,32	430,84
24	9154,93	366,02	43035,00	829,01	4604,02	272,96
25	4145,19	257,54	3703,00	239,00	16204,51	517,08
26	35227,82	739,43	19485,00	607,53	52543,39	900,99
27	2473,48	210,06	1799,00	175,92	9035,39	366,18
28	2590,07	248,53	10318,00	409,60	15776,99	537,85
29	2622,36	307,03	12691,00	458,24	28248,96	713,44
30	8421,32	355,81	4124,00	257,43	39060,18	795,56
31	9603,35	405,19	43442,00	849,87	23316,08	599,25
32	2008,92	174,95	11831,00	525,78	34168,41	794,69
33	10046,39	424,13	3804,00	233,44	5072,64	292,32
34	4362,22	273,73	5880,00	307,56	27237,72	707,35
35	17056,08	510,81	920,00	134,58	22839,23	596,36
36	5691,34	299,40	7411,00	333,33	341569,02	2508,86
37	2932,66	240,43	2182,00	190,33	37736,53	812,68
38	19879,33	555,03	1638,00	165,39	8106,37	397,91
39	3434,89	290,46	16916,00	536,97	10063,07	434,28
40	5624,97	303,34	3666,00	238,26	10079,52	411,21
41	2084,25	174,80	3398,00	244,04	40523,61	834,21

42	9406,04	377,32	1521,00	160,8	9117,61	410,79
43	17306,00	544,54	1875,00	173,72	13529,00	451,95
44	10299,00	429,8	7286,00	326,67	10858,00	403,95
45	5643,00	349,22	2764,00	205,03	7064,00	317,55
46	4872,00	337,23	2281,00	204,81	7064,00	317,55
47	10735,00	420,3	544,00	91,09	2293,00	187,39
48	8306,00	386,02	3659,00	232,61	1278,00	135,74
49	4719,00	305,8	5195,00	275,94	4677,00	256,51
50	10046,00	464,34	1932,00	165,95	1339,00	154,2
51	13610,00	465,14	3069,00	243,27	3460,00	258,11
52	7178,00	383,22	24936,00	635,98	3460,00	258,11
53	19845,00	554,22	7354,00	342,41	13956,00	447,04
54	1618096,50	5121,48	439097,25	2628,64	13956,00	447,04
55	341720,69	2207,15	75100,66	1059,25	2040,00	187,87
56	58597,09	1074,87	136254,29	1539,99	2021,00	169,93
57	52762,25	911,4	301744,01	2184,58	2156,00	208,88
58	15907,11	599,37	50099,43	929,31	10223,00	397,47
59	57037,94	1019,74	45590,48	841,94	1927,00	187,4
60	982252,1	4330,7	327811,88	2313,89	8745,00	367,48
61	25444,91	619,34	99649,38	1220,82	4531,00	293,14
62	2728,99	217,97	48693,41	846,87	1059,00	131,61
63	5598,78	297,39	24855,78	635,31	1851,00	183,15
64	36588,77	789,35	38382,63	801,67	37480,09	818,87
65	8623,89	406,05	18229,73	509,13	28522,58	742,17
66	3626,07	297,31	31045,49	778,03	47026,9	922,25
67	3505,59	316,48	72320,95	1089,01	44453,58	835,81
68	20037,74	564,02	255006,09	2048,00	127565,88	1482,32
69	14607,35	516,95	151381,08	1551,57	37283,65	764,01
70	2517,06	227,90	141151,1	1691,91	10627,22	435,86
71	3019,31	241,40	51020,61	879,66	11314,74	443,71
72	11007,4	429,91	26229,48	624,18	88553,58	1195,61
73	9253,88	405,55	49129,76	987,99	89496,48	1197,22
74	1799,97	189,66	50002,46	867,71	112675,99	1357,87
75	6632,31	329,25	144948,96	1802,11	100379,06	1208,11
76	4925,24	341,06	53816,48	925,35	42999,95	822,13
77	4131,22	270,55	228065,53	1901,78	88789,31	1195,89
78	6080,71	323,57	47529,81	890,79	423261,77	2487,71
79	4672,67	294,00	192834,64	1750,32	53057,5	972,8
80	9108,72	366,34	67107,52	1115,35	94466,32	1398,26
81	4633,47	294,30	46285,62	849,73	110200,89	1601,49
82	6942,95	387,28	22837,78	620,59	39385,52	947,37
83	3646,39	250,47	35569,64	770,14	41330,24	855,52
84	11058,21	443,93	28381,44	634,39	35967,53	850,89
85	4562,35	266,81	143286,49	1562,38	51644,85	919,04
86	1834,81	188,07	8620,38	377,33	51644,85	919,04
87	4936,86	324,53	34687,85	738,34	8865,26	398,04

88	2820,44	231,47	13686,37	453,01	8081,50	375,09
89	2614,31	232,25	12931,3	452,92	2230,82	191,87
90	311758,36	2171,31	2187,65	187,92	22639,8	630,91
91	1012978,22	4027,07	19466,46	628,18	2339,38	197,1
92	1229231,29	4693,49	5488,89	326,18	6270,08	379,6
93	737412,67	3349,77	3504,64	238,8	8255,5	381,96
94	593776,41	3107,49	4824,55	273,82	12897,09	456,27
95	851855,08	3893,88	35804,36	805,78	6774,24	331,11
96	174511,54	2136,60	24151,99	609,27	8673,41	397,89
97	1633,15	187,02	20356,15	546,44	7320,05	356,61
98	6408,51	338,86	7313,64	353,85	7041,94	327,28
99	1636,7	164,88	9960,78	396,02	5831,35	363,66
100	2251,52	213,20	10821,20	395,63	1151,10	134,65