



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA

Escola Politécnica

DCTM - Departamento de Ciência e Tecnologia dos Materiais

Técnicas de Caracterização de Materiais

Prof. Dr. Marcelo Strozi Cilla

Prof. Dr. Daniel Véras Ribeiro

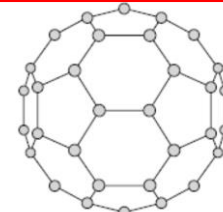
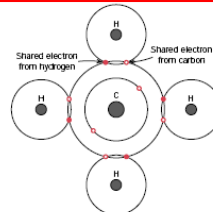
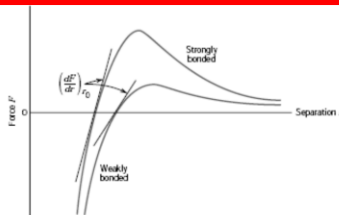
Prof. Dr. Márcio Luis Ferreira Nascimento

Prof. Dr. Paulo Roberto L. Lima

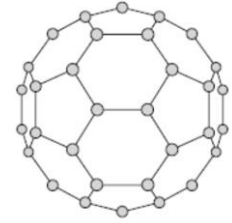
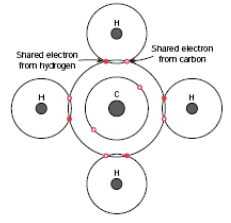
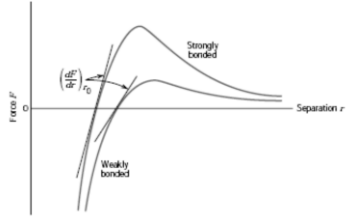
Profa. Dra. Débora C. Rios

Profa. Dr. Silvana Mateddi

Key		Metal		Nonmetal		Metalloid	
1st Ions. Number		1st Ions. Number		1st Ions. Number		1st Ions. Number	
2nd Ions. Number		2nd Ions. Number		2nd Ions. Number		2nd Ions. Number	
3rd Ions. Number		3rd Ions. Number		3rd Ions. Number		3rd Ions. Number	
1	H	2	He	3	Li	4	Be
5	B	6	C	7	N	8	O
9	F	10	Ne	11	Na	12	Mg
13	Al	14	Si	15	P	16	S
17	Cl	18	Ar	19	K	20	Ca
21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr
25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni
29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge
33	As	34	Se	35	Br	36	Kr
37	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr
41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru
45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd
49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te
53	I	54	Xe	55	Ba	56	La
57	Ce	58	Pr	59	Nd	60	Pm
61	Sm	62	Eu	63	Gd	64	Tb
65	Dy	66	Ho	67	Er	68	Tm
69	Tm	70	Yb	71	Lu	72	Hf
73	Ta	74	W	75	Re	76	Os
77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg
81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po
85	At	86	Rn	87	Fr	88	Ra
89	Ac	90	Th	91	Pa	92	U
93	Np	94	Pu	95	Am	96	Cm
97	Bk	98	Cf	99	Es	100	Fm
101	Lr	102	Rf	103	Db	104	Sg
105	Bh	106	Hs	107	Mt	108	Uu
109	Uut	110	Uuq	111	Uub	112	Uuq
113	Uut	114	Uuq	115	Uub	116	Uuq
117	Uup	118	Uuq	119	Uub	120	Uuq

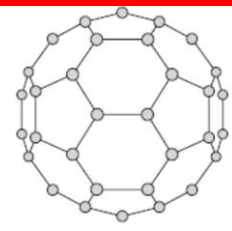
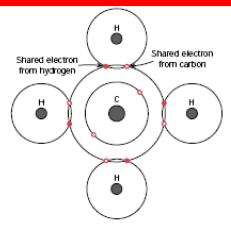
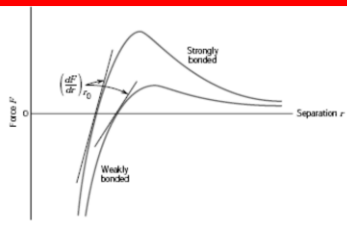


Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
1	H	2	He	3	Li	4	Be	5	B	6	C	7	N	8	O	9	F	10	Ne																																																																																																																																																
11	Na	12	Mg	13	Al	14	Si	15	P	16	S	17	Cl	18	Ar	19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr																																																																																																																
37	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr	41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru	45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd	49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te	53	I	54	Xe	55	Cs	56	Ba	57	La	58	Ce	59	Pr	60	Nd	61	Pm	62	Sm	63	Eu	64	Gd	65	Tb	66	Dy	67	Ho	68	Er	69	Tm	70	Yb	71	Lu	72	Hf	73	Ta	74	W	75	Re	76	Os	77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg	81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po	85	At	86	Rn	87	Fr	88	Ra	89	Ac	90	Th	91	Pa	92	U	93	Np	94	Pu	95	Am	96	Cm	97	Bk	98	Cf	99	Es	100	Fm	101	Mendelevium	102	Nobelium	103	Lawrencium	104	Rutherfordium	105	Dubnium	106	Seaborgium	107	Bh	108	Hassium	109	Mt	110	Darmstadtium	111	Roentgenium	112	Copernicium	113	Nihonium	114	Flerovium	115	Moscovium	116	Livermorium	117	Tennessine	118	Oganesson



Introdução

Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
1	H	2	He	3	Li	4	Be	5	B	6	C	7	N	8	O	9	F	10	Ne																																																																																																																																																
11	Na	12	Mg	13	Al	14	Si	15	P	16	S	17	Cl	18	Ar	19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr																																																																																																																
37	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr	41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru	45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd	49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te	53	I	54	Xe	55	Cs	56	Ba	57	La	58	Ce	59	Pr	60	Nd	61	Pm	62	Sm	63	Eu	64	Gd	65	Tb	66	Dy	67	Ho	68	Er	69	Tm	70	Yb	71	Lu	72	Hf	73	Ta	74	W	75	Re	76	Os	77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg	81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po	85	At	86	Rn	87	Fr	88	Ra	89	Ac	90	Th	91	Pa	92	U	93	Np	94	Pu	95	Am	96	Cm	97	Bk	98	Cf	99	Es	100	Fm	101	Mendelevium	102	Nobelium	103	Lawrencium	104	Rutherfordium	105	Dubnium	106	Seaborgium	107	Bh	108	Hassium	109	Mt	110	Darmstadtium	111	Roentgenium	112	Copernicium	113	Nihonium	114	Flerovium	115	Moscovium	116	Livermorium	117	Tennessine	118	Oganesson



● Calendário Oficial

- **Curso: 51 horas (17 dias de aulas)**
- **Horário: Qui, 14h50 - 17h35;**
- **Faltas permitidas (25%): 8 (4 dias);**
- **Avaliações;**
- **2ª Chamada.**

Programa

- **TÓPICO I: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO FÍSICA**
 - **Conceitos gerais, área superficial (BET e Blaine), massa específica real e aparente, porosidade, tamanho de partículas.**
- **TÓPICO II: TÉCNICAS DE PETROGRAFIA**
- **TÓPICO III: TÉCNICAS DE ANÁLISE QUÍMICA**
 - **FRX, espectrometria e outras técnicas analíticas.**
- **TÓPICO IV: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA**
 - **Difração de raios-X, elétrons, nêutrons.**

Programa

- **TÓPICO V: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL**

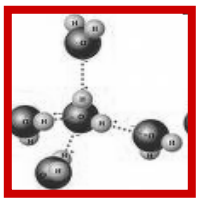
- **Microscopia óptica, MEV e MET.**

- **TÓPICO VI: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO POR MEIO DE ANÁLISES TÉRMICAS**

- **TG/DTG, DTA, DSC, IR, dilatométrica, EGD e EGA**

- **TÓPICO VII: TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA**

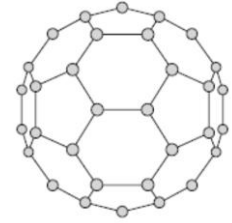
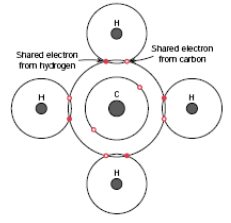
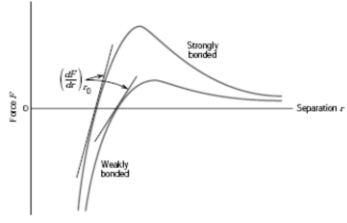
- **Dureza, tenacidade, fadiga, fluência, flexão, compressão.**



Objetivos

- Transferir os conhecimentos sobre as principais técnicas de caracterização em materiais, permitindo que os discentes tenham capacidade de interpretar os resultados provenientes destas técnicas, auxiliando no desenvolvimento de suas pesquisas;
- Construir base teórica que permita a escolha da técnica mais adequada à sua necessidade.

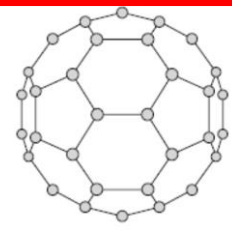
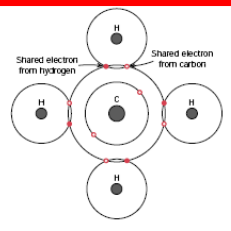
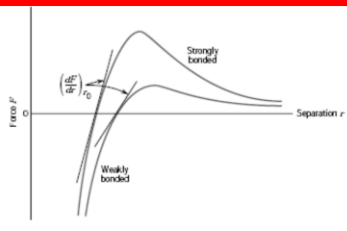
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid	
1-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18
1-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18
1	2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	31	32
33	34	35	36	37	38	39	40
41	42	43	44	45	46	47	48
49	50	51	52	53	54	55	56
57	58	59	60	61	62	63	64
65	66	67	68	69	70	71	72
73	74	75	76	77	78	79	80
81	82	83	84	85	86	87	88
89	90	91	92	93	94	95	96
97	98	99	100	101	102	103	104
105	106	107	108	109	110	111	112
113	114	115	116	117	118	119	120
121	122	123	124	125	126	127	128
129	130	131	132	133	134	135	136
137	138	139	140	141	142	143	144
145	146	147	148	149	150	151	152
153	154	155	156	157	158	159	160
161	162	163	164	165	166	167	168
169	170	171	172	173	174	175	176
177	178	179	180	181	182	183	184
185	186	187	188	189	190	191	192
193	194	195	196	197	198	199	200

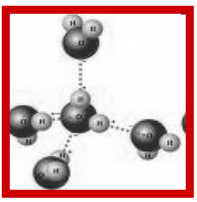


Técnicas de caracterização física

Área superficial, massa específica, tamanho de partículas, porosimetria de Hg

Key		Metal		Nonmetal		Metalloid	
1-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18
1-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18	19-10	11-18
1	2	3	4	5	6	7	8
9	10	11	12	13	14	15	16
17	18	19	20	21	22	23	24
25	26	27	28	29	30	31	32
33	34	35	36	37	38	39	40
41	42	43	44	45	46	47	48
49	50	51	52	53	54	55	56
57	58	59	60	61	62	63	64
65	66	67	68	69	70	71	72
73	74	75	76	77	78	79	80
81	82	83	84	85	86	87	88
89	90	91	92	93	94	95	96
97	98	99	100	101	102	103	104
105	106	107	108	109	110	111	112
113	114	115	116	117	118	119	120
121	122	123	124	125	126	127	128
129	130	131	132	133	134	135	136
137	138	139	140	141	142	143	144
145	146	147	148	149	150	151	152
153	154	155	156	157	158	159	160
161	162	163	164	165	166	167	168
169	170	171	172	173	174	175	176
177	178	179	180	181	182	183	184
185	186	187	188	189	190	191	192
193	194	195	196	197	198	199	200





Introdução

CLASSIFICAÇÃO PERIÓDICA DOS ELEMENTOS

(com massas atômicas referidas ao isótopo 12 do carbono)

	1 1A											13 3A	14 4A	15 5A	16 6A	17 7A	18 0	
I	H 1,008											He 4,0026						
II	Li 6,94	Be 9,012											B 10,81	C 12,011	N 14,007	O 15,999	F 18,998	Ne 20,180
III	Na 22,990	Mg 24,305	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Al 26,982	Si 28,085	P 30,974	S 32,06	Cl 35,45	Ar 39,948
IV	K 39,098	Ca 40,078(4)	Sc 44,956	Ti 47,867	V 50,942	Cr 51,996	Mn 54,938	Fe 55,845(2)	Co 58,933	Ni 58,693	Cu 63,546(3)	Zn 65,38(2)	Ga 69,723	Ge 72,63(1)	As 74,922	Se 78,96(3)	Br 79,904	Kr 83,798(2)
V	Rb 85,468	Sr 87,62	Y 88,906	Zr 91,224(2)	Nb 92,906	Mo 95,96(2)	Tc 97,907(1)	Ru 101,07(2)	Rh 102,91	Pd 106,42	Ag 107,87	Cd 112,41	In 114,82	Sn 118,71	Sb 121,76	Te 127,60(3)	I 126,90	Xe 131,29
VI	Cs 132,91	Ba 137,33	57 – 71	Hf 178,49(2)	Ta 180,95	W 183,84	Re 186,21	Os 190,23(3)	Ir 192,22	Pt 195,08	Au 196,97	Hg 200,59(2)	Tl 204,38	Pb 207,2	Bi 208,98	Po 208,98†	At 209,99†	Rn 222,02†
VI	Fr 223,02†	Ra 226,03†	89 – 103	Rf 261,10†	Db 268,10†	Sg 271,10†	Bh 274,10†	Hs 277,10†	Mt 288,10†	Ds 289,10†	Rg 290,10†	Cn 291,10†	Nh 292,10†	Fl 293,10†	Mc 293,10†	Lv 293,10†	Ts 294,10†	Og 294,10†
	bloco s		bloco d										bloco p					

NOME DO ELEMENTO	Número Atômico
ELETRONS NAS CAMADAS	Símbolo
	Massa Atômica

Série dos lantanídeos

57 La 138,91	58 Ce 140,12	59 Pr 140,91	60 Nd 144,24	61 Pm 144,91†	62 Sm 150,36(2)	63 Eu 151,96	64 Gd 157,25(3)	65 Tb 158,93	66 Dy 162,50	67 Ho 164,93	68 Er 167,26	69 Tm 168,93	70 Yb 173,05	71 Lu 174,97
---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	----------------------------	------------------------------	---------------------------	------------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------	---------------------------

Série dos actinídeos

89 Ac 227,03†	90 Th 232,04	91 Pa 231,04	92 U 238,03	93 Np 237,05†	94 Pu 244,06†	95 Am 243,06†	96 Cm 247,07†	97 Bk 247,07†	98 Cf 251,08†	99 Es 252,08†	100 Fm 257,10†	101 Md 258,10†	102 No 259,10†	103 Lr 262,11†
----------------------------	---------------------------	---------------------------	--------------------------	----------------------------	----------------------------	----------------------------	----------------------------	----------------------------	----------------------------	----------------------------	-----------------------------	-----------------------------	-----------------------------	-----------------------------

bloco f

Referências:
WIESER, M.E. e COPLEN, T.B. Atomic weights of the elements 2009. *Pure and Applied Chemistry*, v. 83, p. 359-396, 2011.

Notas:

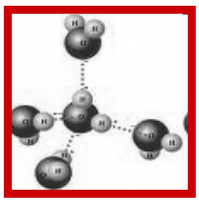
Versão IUPAC (pt-br), com 5 algarismos significativos, baseada em [DOI:10.1515/pac-2015-0305](https://doi.org/10.1515/pac-2015-0305).
Massa atômica relativa. A incerteza no último dígito é ± 1, exceto quando indicado entre parênteses.
† Os valores referem-se ao isótopo mais estável.

Caso encontre algum erro favor avisar pelo e-mail silverio_f.dasilvafilho@hotmail.com

Os quatro novos elementos da tabela periódica, de número atômico 113, 115, 117 e 118, nomeados em 2016, foram ratificados no dia 13 de julho de 2017, durante o 46º Congresso Mundial de Química da União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC), que foi realizado na cidade de São Paulo.

Os nomes (em português) foram obtidos em publicação da Fapesp (jan/2017) e não há uma nomenclatura consolidada ainda.

Atualizada em março de 2018.

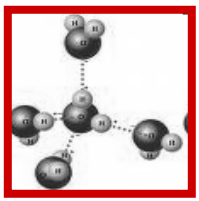


Introdução

É crescente o interesse pela área de análise e caracterização de materiais devido à necessidade de seleção adequada do material baseado no desempenho do sistema em estudo.

Dependendo das solicitações a que este material ou sistema será submetido, a caracterização poderá abranger a avaliação de propriedades, físicas, mecânicas, elétricas, bioatividade, imunogenicidade, eletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas e até mesmos a combinação de duas ou mais destas propriedades.

Esta caracterização visa principalmente fornecer subsídios para o desenvolvimento de novos materiais ou melhoria dos materiais existentes, e estimar o desempenho no período de “vida útil” do material, minimizando a possibilidade de degradação e falhas indesejáveis durante a utilização do produto. (adaptado de Herman Sander Mansur)



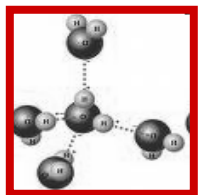
Introdução

Existem várias definições para caracterização na literatura, dependendo basicamente do enfoque adotado pelo autor. Sob a óptica da Engenharia e Ciências de Materiais pode-se conceituar:

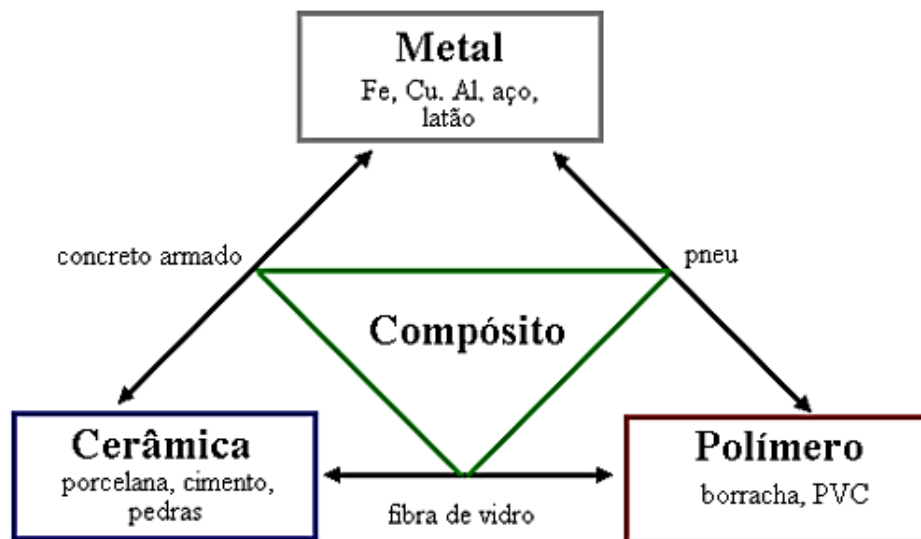
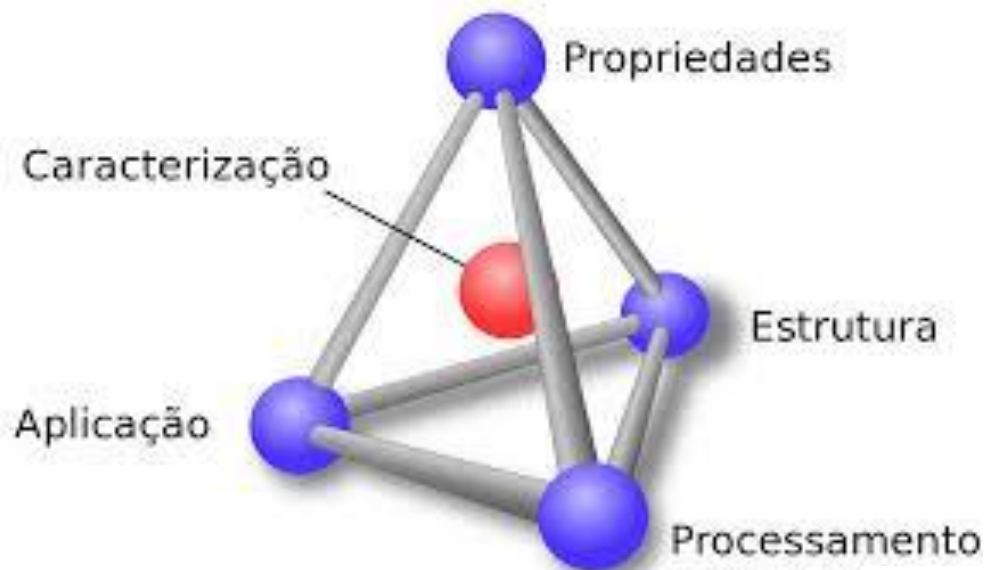
“A caracterização descreve os aspectos de composição e estrutura (incluindo defeitos) dos materiais, dentro de um contexto de relevância para um processo, produto ou propriedade em particular” (Materials Advisory Board of National Research Council – USA).

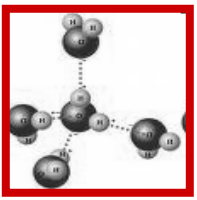
No procedimento de caracterização de materiais, pode-se definir os seguintes aspectos importantes, a serem avaliados, não necessariamente na sequência apresentada:

- Composição química
- Tamanho, forma e distribuição
- Fases e estruturas (cristalino, amorfo, etc)
- Microestrutura



Introdução





Introdução

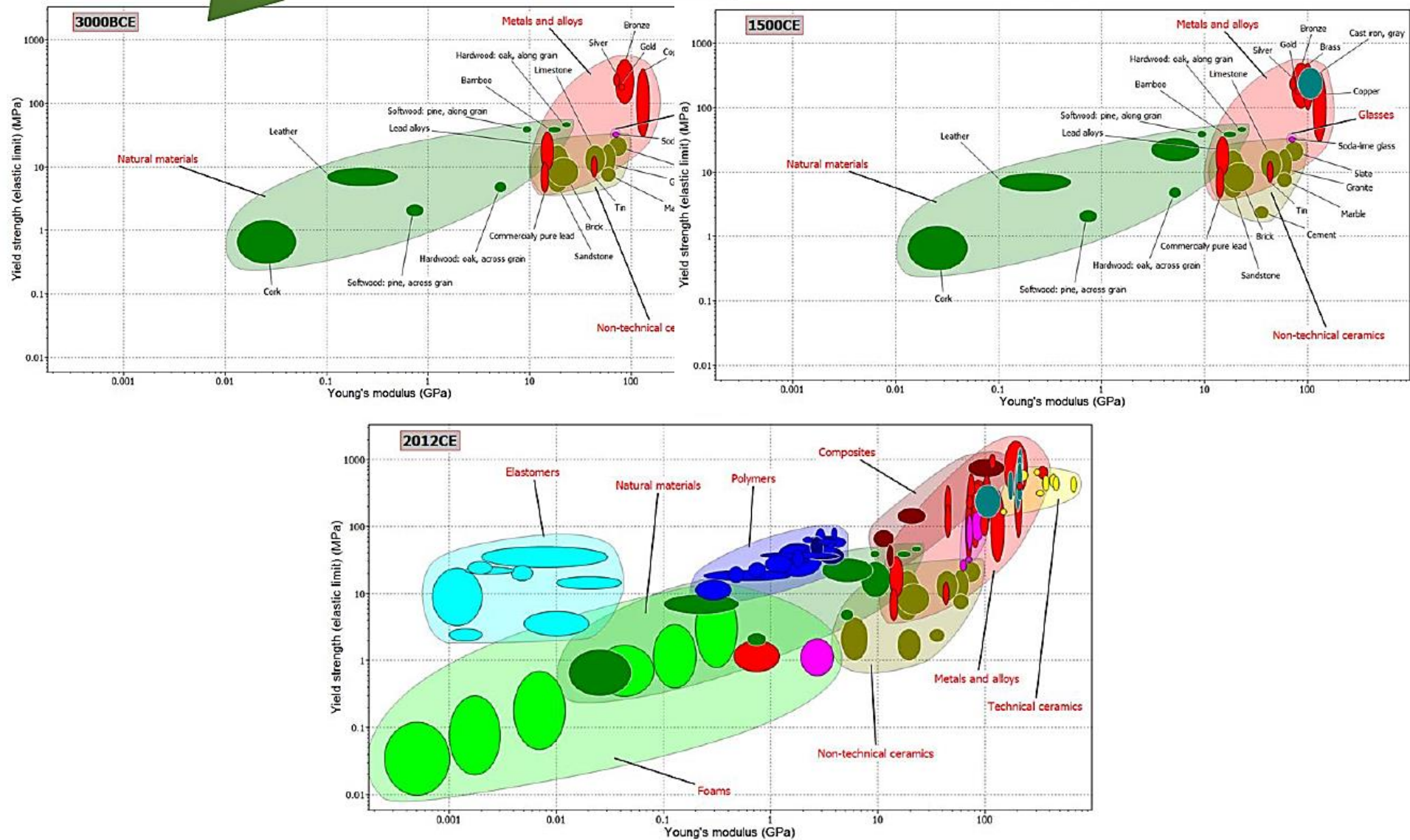
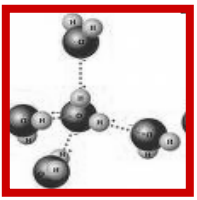
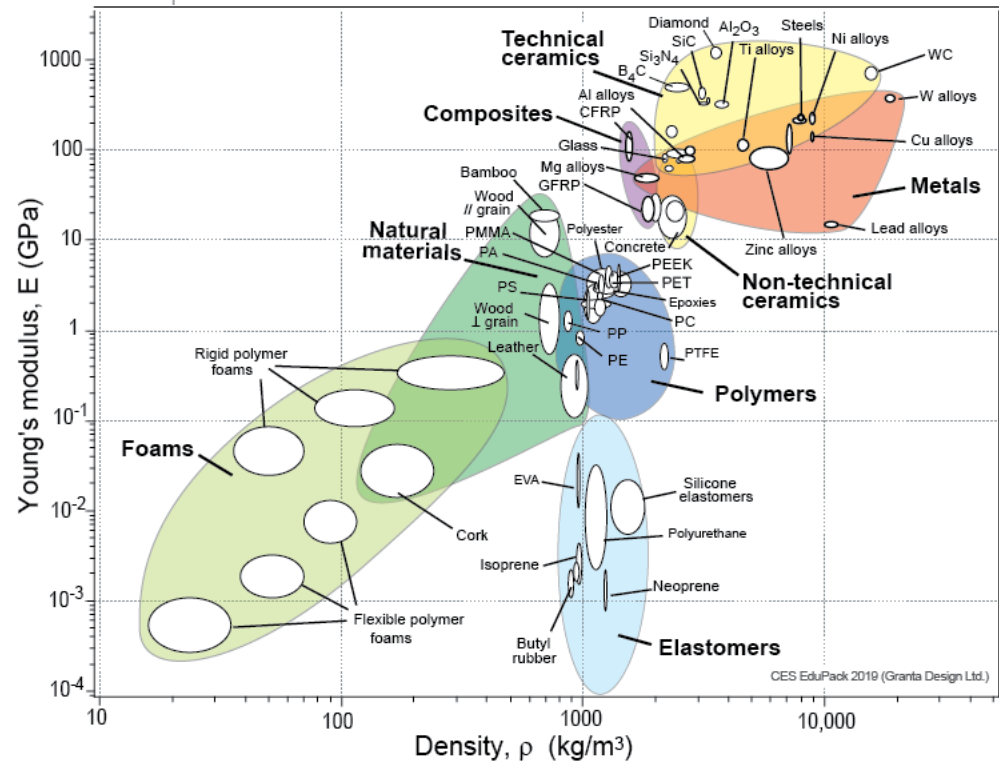
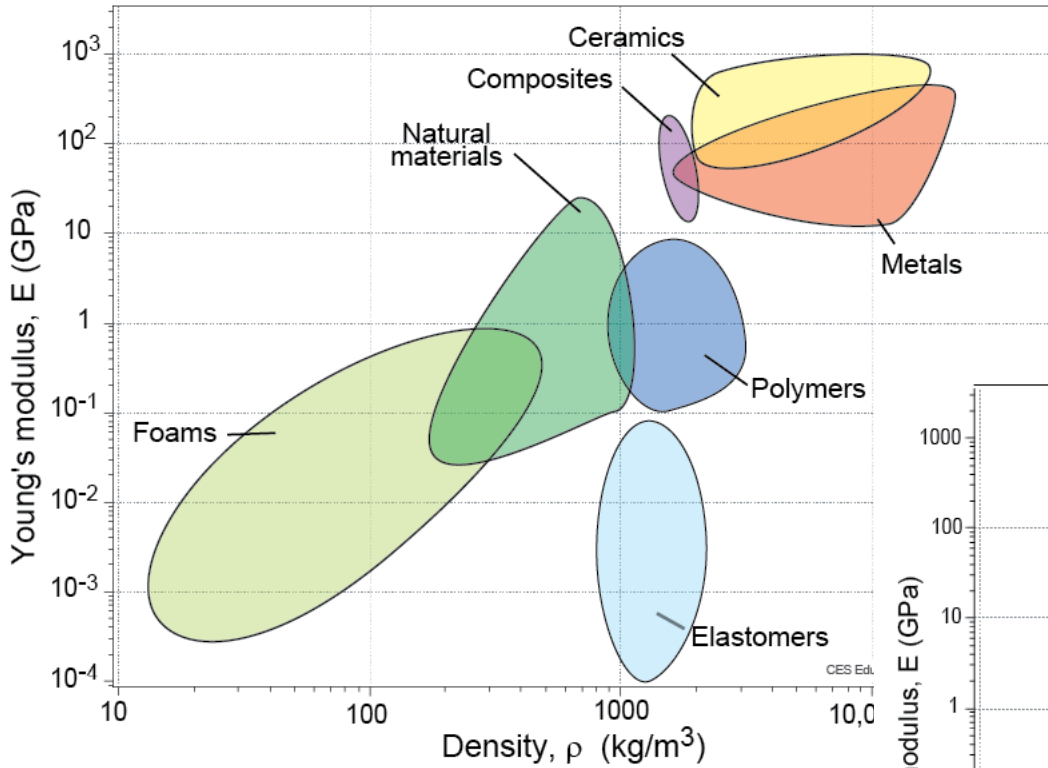
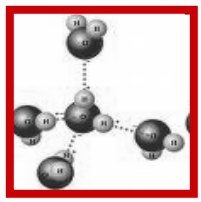


Figure 1. The evolution of materials availability.



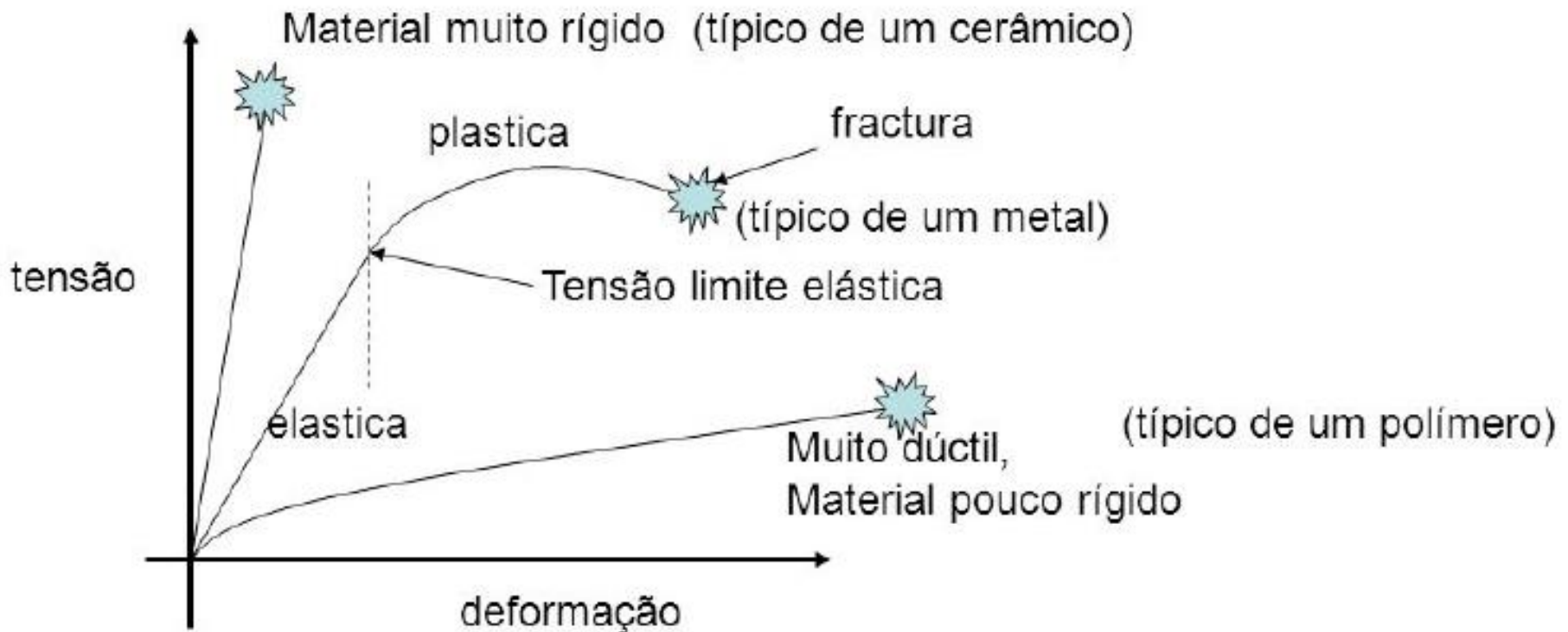
Introdução

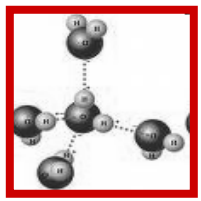




Introdução

Comportamento dos Materiais: tensão x deformação

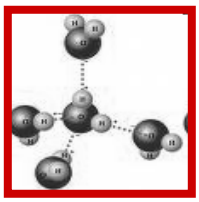




Introdução

Materials





Conceitos Gerais

Partículas monodispersas: composto de partículas de tamanho semelhantes

Partículas polidispersas: partículas de vários tamanhos (caso real).

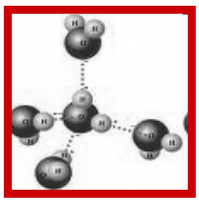
- Ensaio de um sistema polidisperso: medida da probabilidade que uma dada partícula escolhida ao acaso tenha um determinado tamanho. Então o tamanho de partícula medido está associado com sua frequência de ocorrência.

- Quando os dados obtidos são divididos em grupos de partículas com a mesma faixa de tamanho, cada grupo incluirá uma certa percentagem das partículas medidas.

- Tipos de sólidos: quanto ao tamanho e massa específica

homogêneo: mesmo tamanho, forma e massa específica

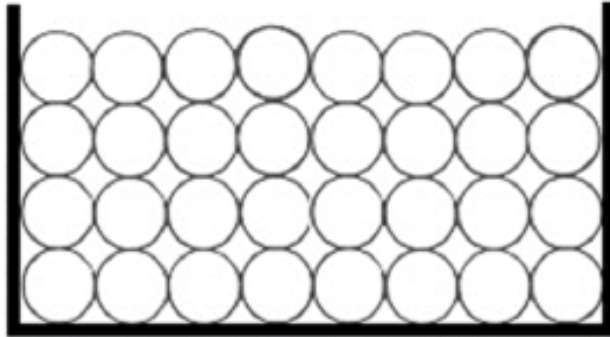
heterogêneo: ampla faixa de tamanho, forma e massa específica



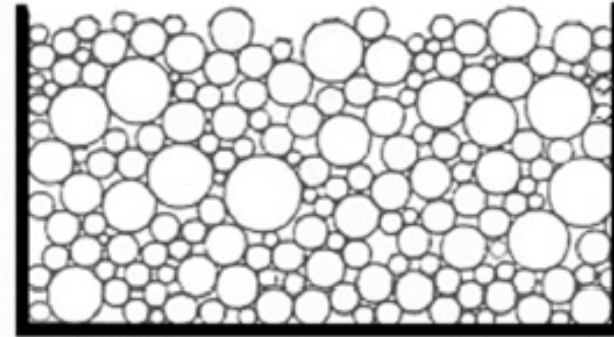
Conceitos Gerais

Empacotamento

Como as partículas dos pós empacotam ?

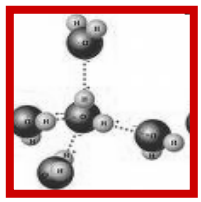


(a)



(b)

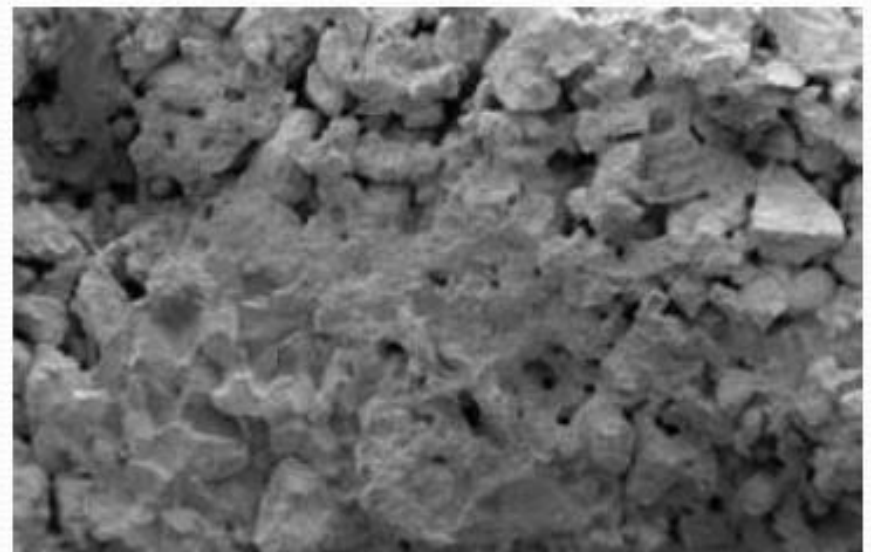
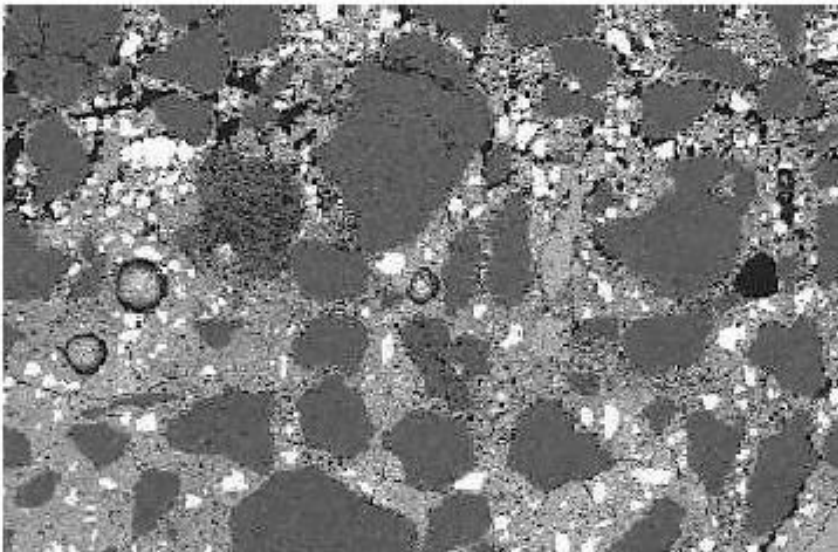
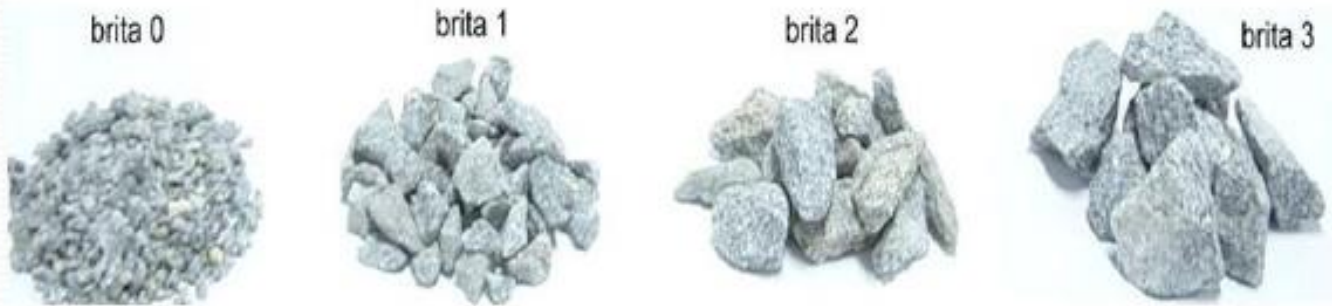
Empacotamento de partículas: (a) homogêneas, (b) com diferentes tamanhos

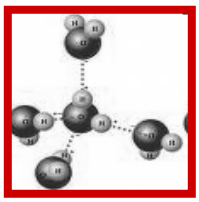


Conceitos Gerais

Importância do Empacotamento:

Agregados (escala milimétrica)

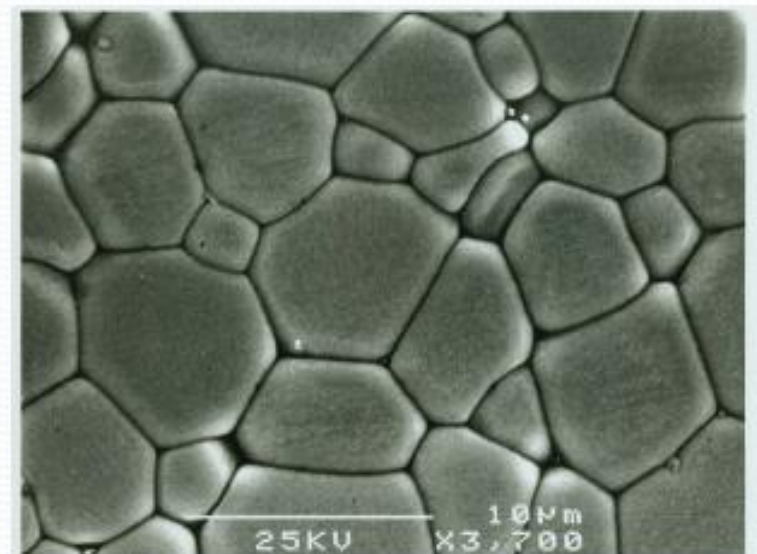
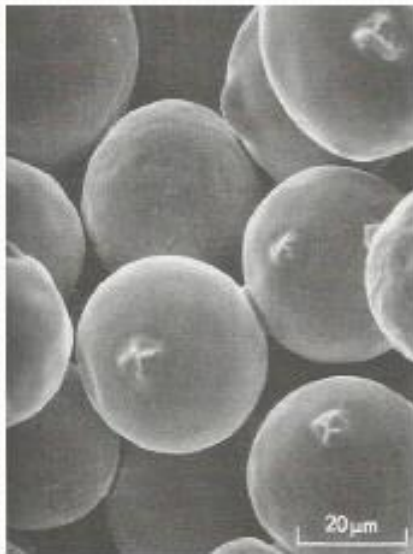


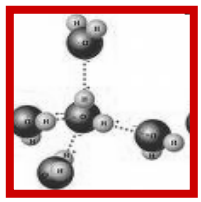


Conceitos Gerais

Importância do Empacotamento:

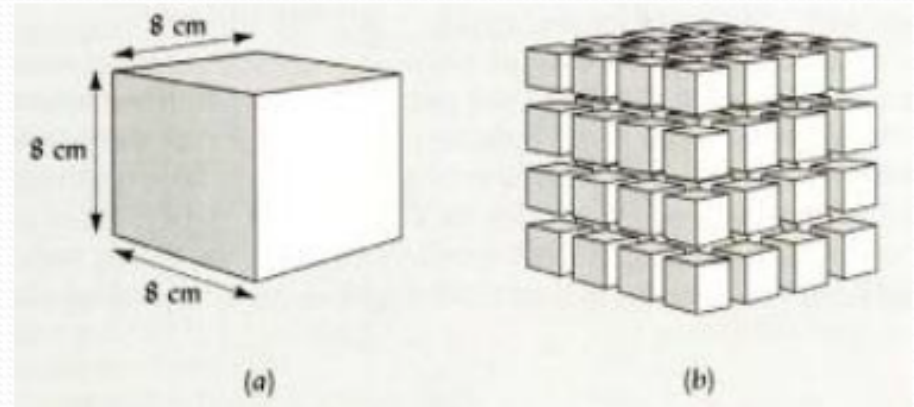
Partículas (escala sub-micrométrica)



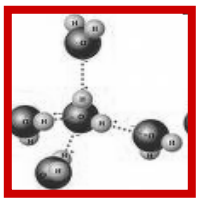


Caracterização Física

Área Superficial:



Relação entre a área superficial de um cubo de massa conhecida e o tamanho de suas partículas. No cubo maior (a) cada lado possui 64 cm^2 de área superficial. O cubo tem seis lados, com área superficial total de 384 cm^2 ($6 \text{ lados} \times 64 \text{ cm}^2$). Se o mesmo cubo fosse dividido em cubos menores (b) de modo que cada um tenha 2 cm de lado, o mesmo material será agora representado por 64 cubos pequenos ($4 \times 4 \times 4$). Cada lado do cubo pequeno terá 4 cm^2 (2×2) de área superficial, resultando em 24 cm^2 de área superficial ($6 \text{ lados} \times 4 \text{ cm}^2$). A área superficial total será de 1536 cm^2 ($24 \text{ cm}^2 \times 64 \text{ cubos}$).



Caracterização Física

Área Superficial:

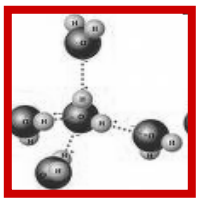
A área da superfície ou área superficial é a quantidade total de espaço ocupada por todas as superfícies de um objeto (material). Ela é a soma da área de todas as superfícies do objeto (material).

Área Superficial Específica:

A área superficial específica é a medida da área da superfície do material por unidade de peso.

Importância:

Entendimento dos fenômenos físico-químicos que estão relacionados com a área superficial específica das partículas sólidas.

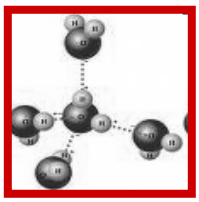


Caracterização Física

Exemplo: Fragmentos de Clinker



Número de Cubos		Comprimento do Lado	Área Superficial Específica
1		1 cm	6 cm ² /g
10 ³		1 mm	60 cm ² /g
10 ⁶		0.1 mm	600 cm ² /g
10 ⁹		0.01 mm	6.000 cm ² /g
10 ¹²		1 μm	60.000 cm ² /g
10 ¹⁵	colóide	0.1 μm	600.000 cm ² /g

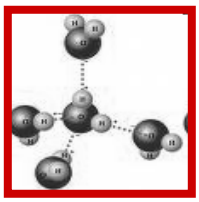


Caracterização Física

Área Superficial:

Fatores de Interferência:

- Alguns fatores determinantes para a área específica, que é a soma total da área superficial de um sólido (denso ou poroso) ou um sistema particulado, por unidade de massa:
 - Porosidade
 - Rugosidade
 - Forma (sólido ou partículas)
 - Distribuição dos tamanhos (sólido ou partículas)
- Para a determinação da área superficial existem duas técnicas principais:
 - ✓ Método de Adsorção Gasosa → Direta e Científica
B.E.T. - **B**runauer, **E**mmett, **T**eller
 - ✓ Método de Permeabilidade ao Ar → Indireta e Comparativa
Método de Blaine



Caracterização Física

Técnicas de Caracterização Física

- Área Superficial:

Método de Adsorção Gasosa

B.E.T. - **B**runauer, **E**mmett, **T**eller



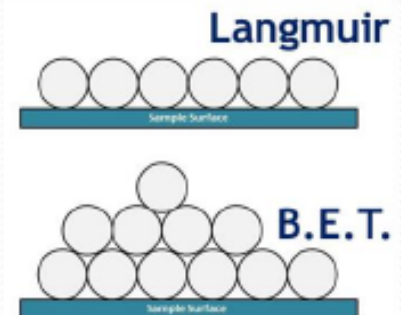
Caracterização Física

- O método BET introduz o conceito de adsorção física (forças de interação molecular fracas entre o adsorbato - moléculas de gás - e adsorvente) de multicamadas segundo três hipóteses adicionais:

- As moléculas de gás irão adsorver fisicamente na superfície sólida em camadas infinitamente.
- As diferentes camadas de adsorção não interagem entre si.
- A teoria se aplica a todas as camadas de adsorção.

Uma monocamada de moléculas de gás em torno de um sólido é a base conceitual para esse modelo de adsorção.

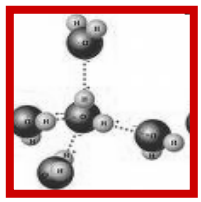
A superfície é recoberta por infinitas camadas moleculares superpostas.



- N_2 : Fácil de obter na forma pura e boa interação com a maioria dos compostos.

- Medidas: realizadas em temperatura de nitrogênio líquido para se obter valores detectáveis de adsorção.

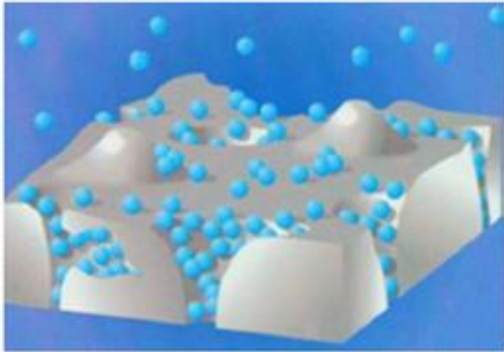
- Influência da reatividade (sítios livres para adsorção) e finura.

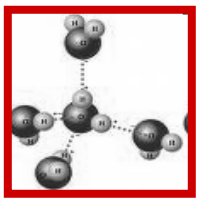


Caracterização Física

Parâmetros:

- Quantidade mínima de amostra: 0,5 mg.
- Calibração: Gás Helio.
- Desgaseificação (vácuo e temperatura) e após imersão em nitrogênio líquido.

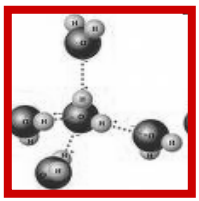




Caracterização Física

Procedimento:

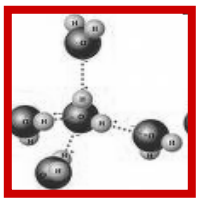
- Adiciona-se em etapas, quantidades conhecidas de pressão de nitrogênio (p_0) ao recipiente da amostra, de forma que diferentes pressões de vapor (p) sejam alcançadas no equilíbrio do sistema.
- Durante o procedimento, um sensor de pressão monitora as variações de pressão (p) devido aos processos de adsorção.
- Quando a pressão de saturação é alcançada não ocorre mais adsorção física independente de acréscimo na pressão.
- Após as camadas de adsorção serem formadas — p_0 for igual a pressão de saturação — a amostra é removida da atmosfera de nitrogênio, e aquecida para que ocorra a dessorção e quantificação das moléculas de nitrogênio adsorvidas no material.



Caracterização Física

Fatores que Afetam a Área Superficial de um Sólido:

- O tamanho das partículas: quanto menor o tamanho das partículas maior a área superficial disponível.
- Formato das partículas: por exemplo, partículas cúbicas de mesmo peso que partículas esféricas terão área superficial (S) maior ($S_{\text{cubo}} / S_{\text{esfera}} = 2r_{\text{esfera}} / l_{\text{cubo}}$).
- Distribuição de tamanho e forma dos poros: de modo geral, a presença de poros em um sólido aumenta a sua área superficial. Assim como para o tamanho das partículas, quanto maior a quantidade de poros pequenos sobre a superfície maior será a área superficial.

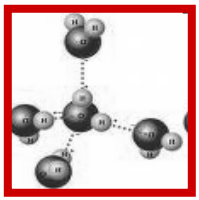


Caracterização Física

Isotermas de Adsorção:

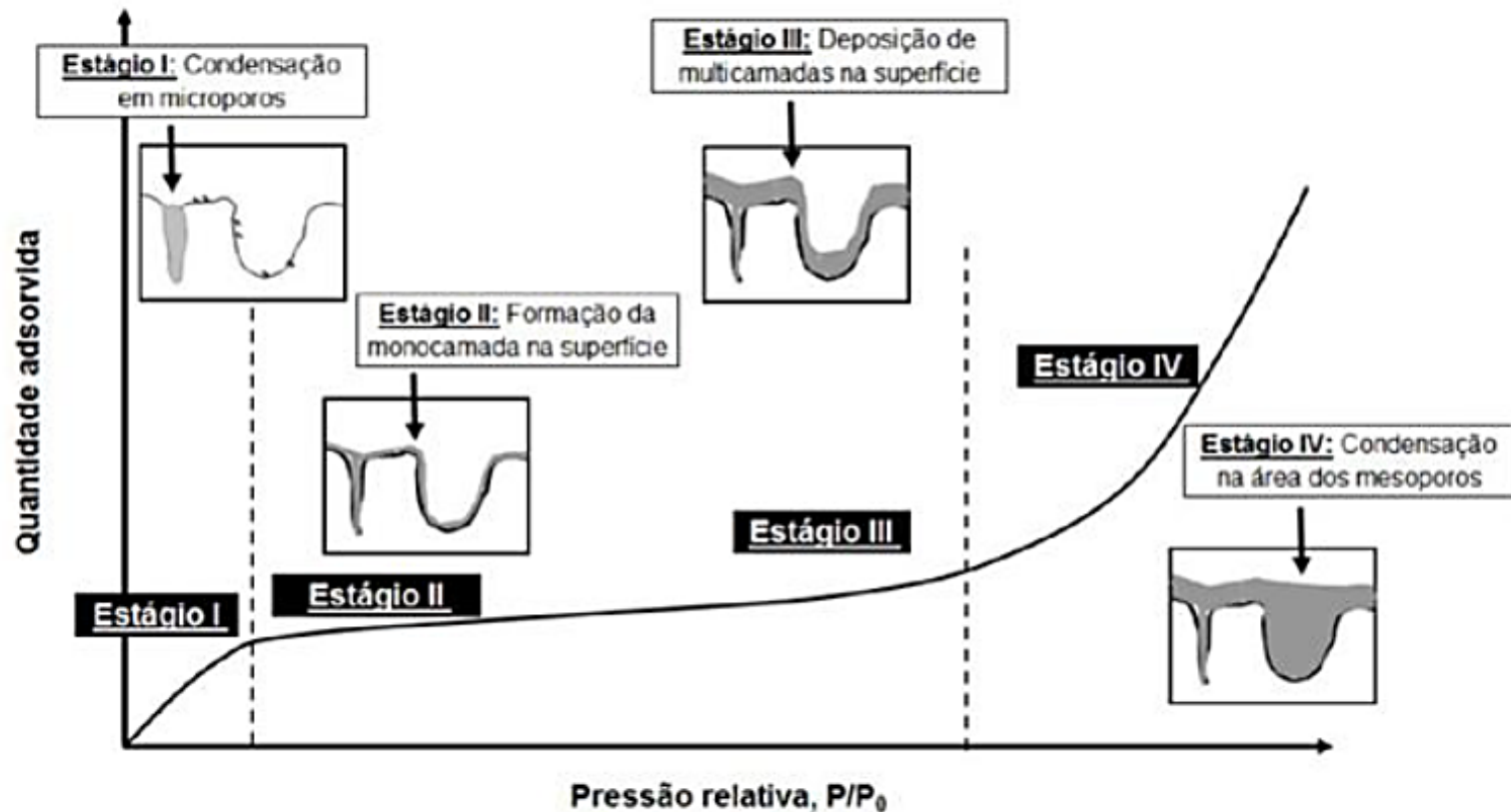
O gráfico da quantidade de gás adsorvido, a temperatura constante, contra a pressão de adsorção é chamado de isoterma de adsorção.

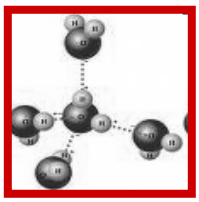
As isotermas auxiliam na determinação da capacidade de adsorção do material e, além disso, ajudam na apreciação do desempenho do sistema de adsorção. Exercem um papel importante na elaboração de modelos para análise e especificação dos sistemas de adsorção, permitindo uma melhor avaliação teórica e interpretações termodinâmicas.



Caracterização Física

Adsorção Física e Respectiva Isotherma





Caracterização Física

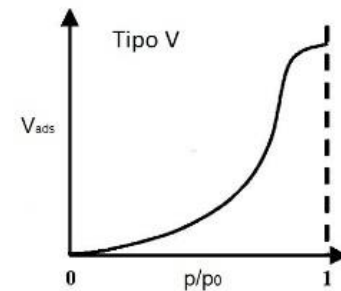
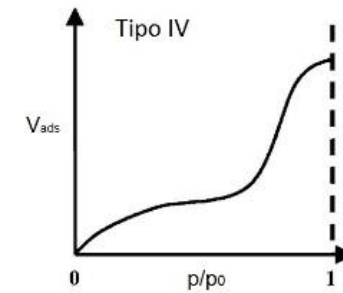
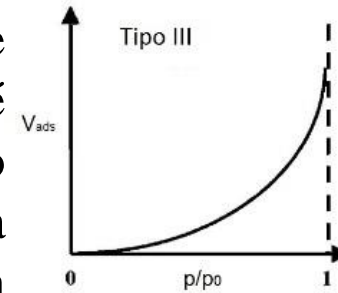
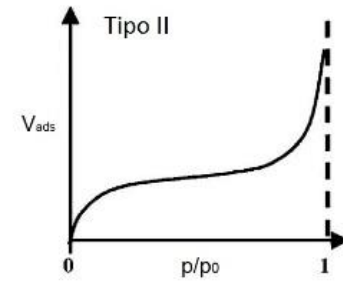
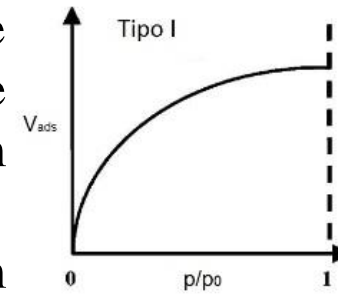
Tipos de isoterma de adsorção física

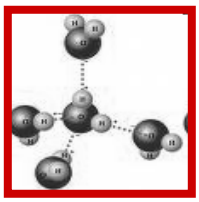
Tipo I: pseudo-isoterma de Langmuir (adsorção de uma única camada sobre a superfície sólida, típica de materiais microporosos, onde os poros excedem em pouco o diâmetro molecular do adsorbato).

Tipo II: São as mais comuns de serem encontradas em medidas de adsorção, típicas de sistemas não porosos.

Tipo III e V: Ocorrem em sistemas contendo macro e mesoporos quando a interação adsorvente-adsorbato é mais fraca que a interação adsorbato-adsorbato (adsorção ocorre em multicamadas, sem que ocorra necessariamente a formação completa da primeira camada), portanto o método de BET não pode ser aplicado.

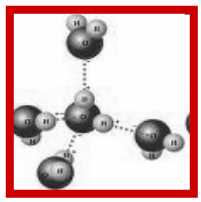
Tipo IV: Obtida quando ocorre condensação capilar, em que observa-se a formação de monocamada seguida a adsorção de multicamadas até inflexão e saturação da isoterma. A isoterma do tipo IV é típica de sistemas com mesoporos ou macroporos.





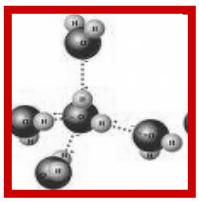
Caracterização Física

A utilização da adsorção física para caracterização da porosidade e área superficial de sólidos porosos tem sido bastante utilizada nos últimos anos como técnica para controle de qualidade e para caracterização de novos materiais. Em especial através do uso do gás N_2 como agente a ser adsorvido (adsorvato).



Caracterização Física





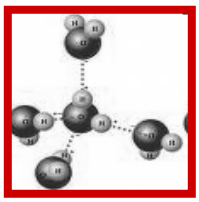
Caracterização Física

Técnicas de Caracterização Física

- Área Superficial:

Método de Permeabilidade ao Ar

Método de Blaine



Caracterização Física

Teoria:

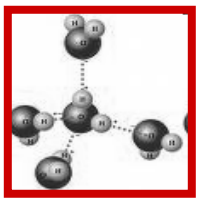
Por meio deste método, a área superficial específica é obtida a partir da medida da permeabilidade do material, isto é, do tempo gasto para um certo volume de ar, sob dada pressão, atravessar o material.

A amostra é introduzida na célula do equipamento, acoplada no topo de um tubo em U preenchido parcialmente com óleo. Desloca-se a coluna de óleo até o topo de um dos lados do tubo e, operando-se uma válvula, permite-se que essa coluna desloque-se gravitacionalmente, o que faz passar um fluxo de ar pela célula.

O tempo de deslocamento é cronometrado, e esse tempo é diretamente proporcional à área superficial específica.

Uma equação matemática reúne os parâmetros para a determinação da área superficial específica.





Caracterização Física

Teoria:

Equação para determinação da área superficial específica pelo Método de Blaine:

$$ASE = \frac{K\varepsilon^{1,5}t^{0,5}}{\rho(1-\varepsilon)\eta^{0,5}}$$

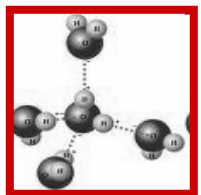
onde

ASE – área superficial específica, em massa (m^2/kg)

t – tempo, em s

ρ – massa específica do material

η – viscosidade do ar, em (Pa.s)



Caracterização Física

Aplicação:

Na Engenharia Civil

CIMENTO PORTLAND DETERMINAÇÃO DA FINURA PELO MÉTODO DE PERMEABILIDADE AO AR (MÉTODO DE BLAINE)

MATERIAIS / EQUIPAMENTOS:

- Permeabilímetro de Blaine;	- Termômetro;
- Balança com precisão de 0,001g;	- Recipiente para pequenas massas;
- Cronômetro;	- Espátula e funil

NORMA
BRASILEIRA

ABNT NBR
16372

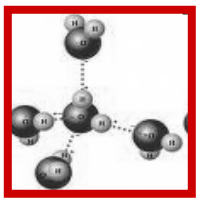
Primeira edição
12.05.2015

Válida a partir de
12.06.2015

Cimento Portland e outros materiais em pó
— Determinação da finura pelo método de
permeabilidade ao ar (método de Blaine)

Portland cement and other powdered materials — Determination of fineness
by the air permeability method (Blaine method)





Caracterização Física

Aplicação:

Na Engenharia Civil

$$S = \frac{k \cdot \sqrt{\varepsilon^3} \cdot \sqrt{t}}{\rho \cdot (1-e) \cdot \sqrt{0,1 \cdot \eta}}$$

onde,

S = área superficial específica

ε = porosidade da camada (adimensional)

ρ = massa específica do material – “cimento” (g/cm^3)

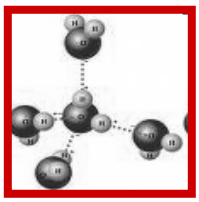
k = constante do aparelho

t = tempo em segundos

η = viscosidade dinâmica do ar ($\text{Pa}\cdot\text{s}$)

Viscosidade do ar em função da temperatura:

<i>Temp. ambiente</i>	16 °C	17 °C	18 °C	19 °C	20 °C	21 °C	22 °C	23 °C	24 °C
Visc. do ar $\times 10^{-6}$	18,00	18,05	18,10	18,15	18,19	18,24	18,29	18,34	18,39



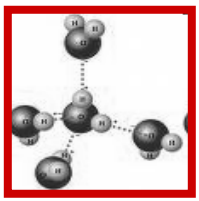
Caracterização Física

Técnicas de Caracterização Física

- Massa Específica (densidade)

Massa Específica Real

Massa Específica Aparente



Caracterização Física

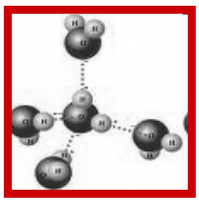
Massa Específica ou Densidade

As propriedades das substâncias podem ser classificadas como intensivas e extensivas.

As propriedades intensivas não dependem do tamanho da amostra, enquanto as propriedades extensivas dependem do tamanho da amostra.

A densidade de uma substância é uma propriedade intensiva, obtida pela razão entre duas propriedades extensivas (Atkins e Jones, 2001).

Esta grandeza é definida como a razão entre a massa de uma determinada substância, que, no processamento do material, pode ser uma amostra de rocha, minério ou mineral, e o seu volume (Atkins e Jones, 2001).



Caracterização Física

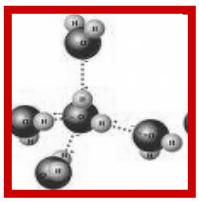
Massa Específica

Massa específica de uma substância é a razão entre a massa de uma porção compacta dessa substância e o volume ocupado por ela.



A massa específica de uma substância (μ) não é necessariamente igual à densidade (d) de um corpo formado totalmente dessa substância.

Elas são diferentes quando o corpo não é maciço: se o corpo possui em seu interior espaços vazios, ele ocupa um volume bem maior do que ocuparia se fosse composto.



Caracterização Física

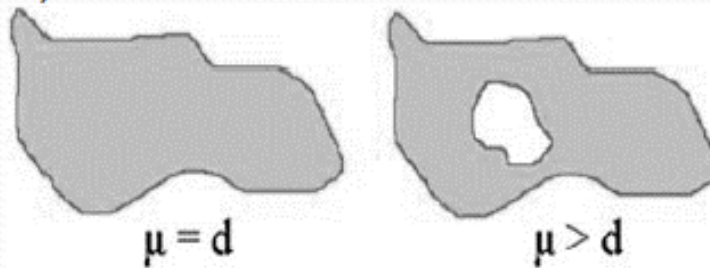
Massa Específica

A massa específica dessa substância através da razão entre a massa (m) de uma porção compacta e homogênea dessa substância e o volume (V) ocupado por ela. Matematicamente:

$$\mu = \frac{m}{V}$$

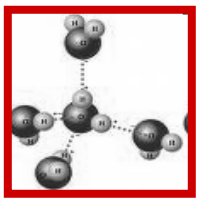
onde m é a massa da porção de substância e V é o volume ocupado por ela.

No Sistema Internacional de Unidades a unidade de massa específica é kg/m^3 (g/cm^3 ou kg/dm^3).



A massa específica de uma substância leva em consideração somente a quantidade de massa desse corpo.

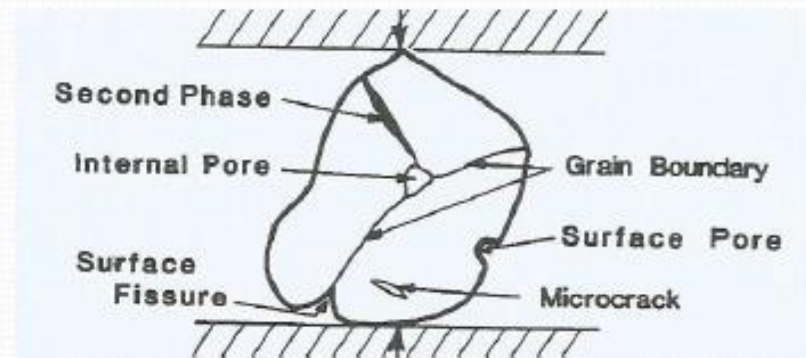
É importante ter clareza de que a massa específica é definida para uma substância e que a densidade é definida para um corpo.



Caracterização Física

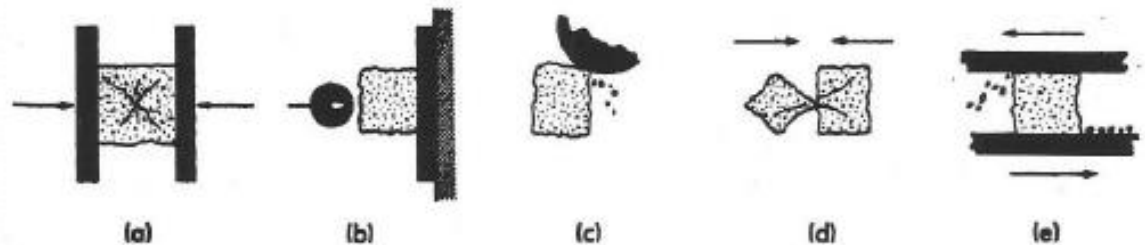
Massa Específica Real ou Densidade Real

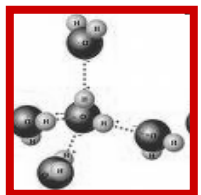
É a massa da unidade de volume, excluindo deste os vazios permeáveis, internos e os vazios entre os grãos.



A fratura sequencial de um material (agregado, grão, partícula), se aproxima da real massa específica por liberar impurezas, poros, trincas e fissuras.

- a) compressão
- b) impacto por compressão
- c) desgaste nas arestas
- d) impacto
- e) abrasão





Caracterização Física

Massa Específica Real ou Densidade Real

Massa específica: Dependente da estrutura química (metálica, cristalina, vítrea, organização molecular) e da eficiência de empacotamento.

Determinação Comum:

Picnometria

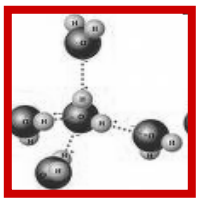


Frasco de Chapman



Picnometria a Hélio:





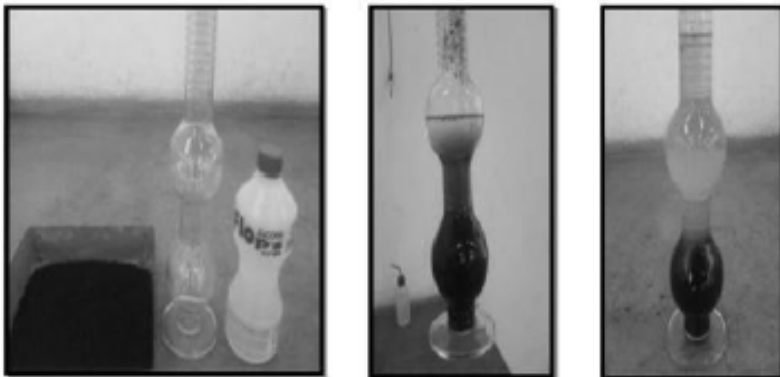
Caracterização Física

Ensaio da massa específica – Frasco Chapman

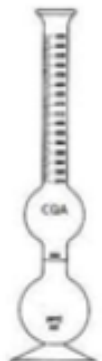
Exemplo: Agregado Miúdo

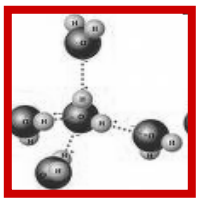
- Da amostra representativa, colhida de acordo com a NBR 7216, pesam-se 500g de areia seca, coloca-se água no interior do frasco até sua marca padrão de 200 ml; introduz-se cuidadosamente o material.
- A água subirá no gargalo do frasco até uma certa marca (L); faz-se essa leitura e do valor obtido diminuem-se os 200 ml, obtendo-se, assim, o valor absoluto de areia; dividindo-se o peso dos 500g de areia pelo volume achado, tem-se a massa específica real ou peso específico real ou densidade real.

$$M.E = \rho = \frac{500}{L - 200} \text{ kg / l}$$



**Frasco de Chapman Bulbo inferior 200ml,
subdivisão bulbo superior 175ml,
Gargalo 75ml com subdivisão 1ml.**



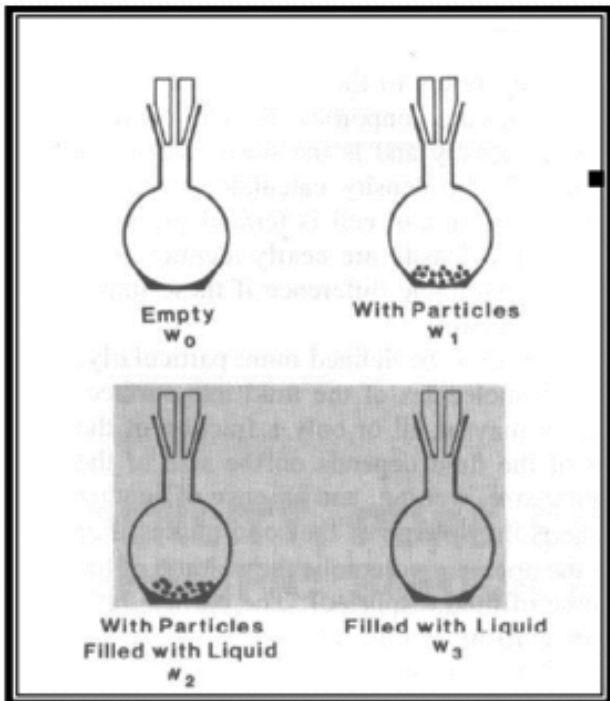


Caracterização Física

Ensaio da massa específica – Picnometria

A picnometria é uma técnica laboratorial utilizada para fazer a determinação da massa específica de líquidos e sólidos (devendo antes ser dissolvido).

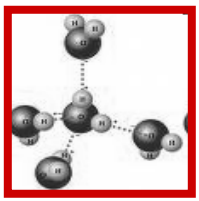
O picnómetro é uma vidraria especial esmerilhada, utilizada na picnometria que possui baixo coeficiente de dilatação. A água é utilizada como substância padrão na picnometria, à temperatura ambiente (24 °C).



$$\rho_a = \frac{(m_1 - m_0)}{m_3 - m_0 + m_1 - m_2} \rho_L$$

Sendo:

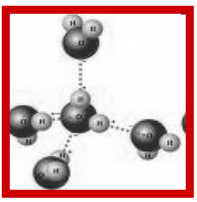
- ρ_a : densidade aparente picnométrica
- ρ_L : densidade do líquido
- m_0 : massa do picnómetro vazio
- m_1 : massa do picnómetro + sólido
- m_2 : massa do picnómetro + sólido + líquido
- m_3 : massa do picnómetro + líquido



Caracterização Física

Ensaio da massa específica – Picnometria a Hélio

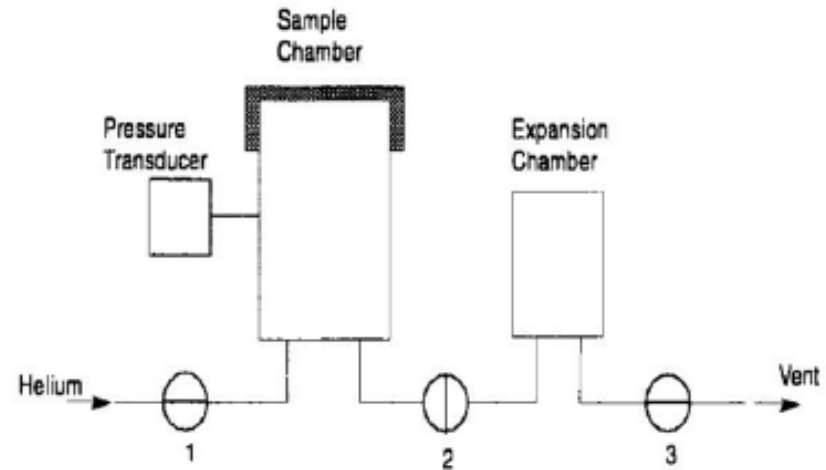
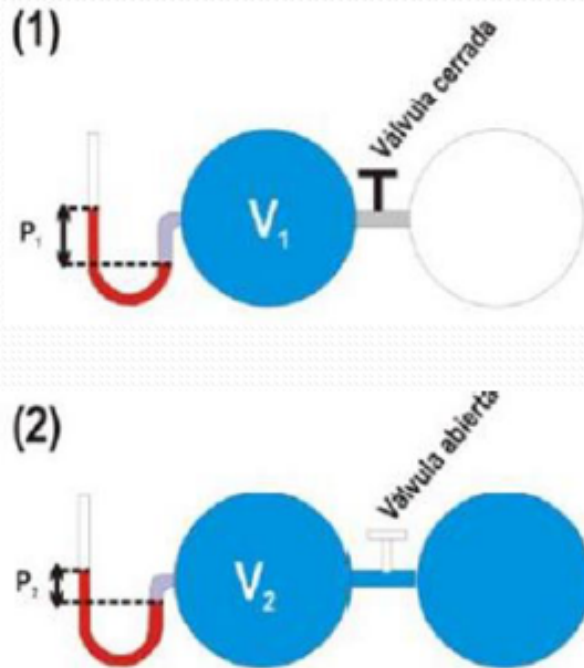
- O picnômetro de gás determina o volume verdadeiro de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de gás numa câmara de volume conhecido.
- É uma técnica que permite a determinação do volume ocupado por uma determinada quantidade de material, através da comparação da variação da pressão de hélio na câmara da amostra e a de uma câmara de volume calibrado.
- Hélio: usado porque é inerte e penetra facilmente entre os poros que são acessíveis da amostra, devido ao pequeno tamanho dos seus átomos, permitindo, assim, determinar o volume do sólido com mais rigor.
- Etapas: após colocação da amostra em uma câmara, ocorre a desgaseificação e remoção de impurezas através de repetidas purgas com hélio e então, através de diferença de pressão é determinada a densidade real.

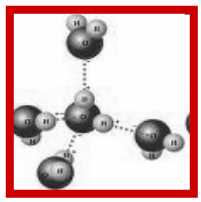


Caracterização Física

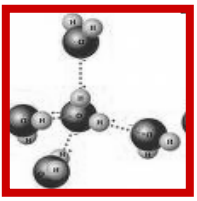
Ensaio da massa específica – Picnometria a Hélio

Etapas: após a colocação da amostra em uma câmara, ocorre a desgaseificação e remoção de impurezas através de repetidas purgas com hélio e então, através de diferença de pressão (1) – (2) é determinada a densidade real.





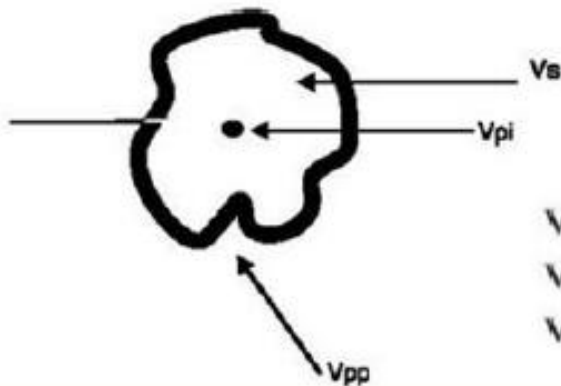
Caracterização Física



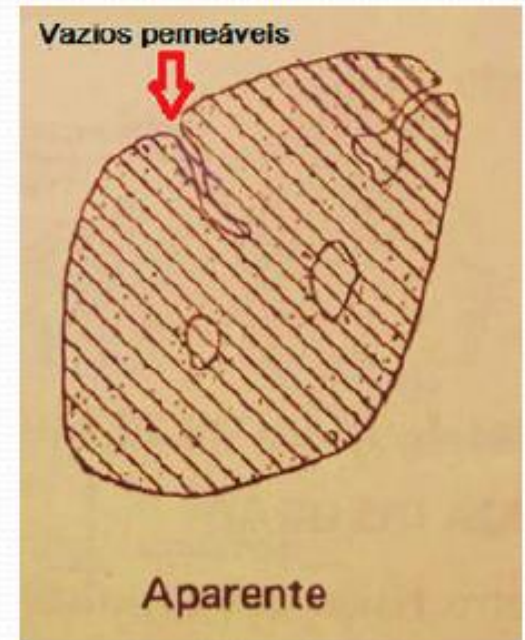
Caracterização Física

Massa Específica Aparente ou Densidade Aparente

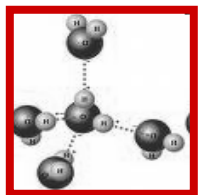
É a massa da unidade de volume, incluindo deste os vazios permeáveis, internos e os vazios entre os grãos. Depende da natureza das partículas, dimensões das partículas, forma das partículas e disposição das partículas.



V_s - Volume da parte sólida
 V_{pi} - Volume de poros impermeáveis
 V_{pp} - Volume de poros permeáveis



$$Gsb = \frac{M}{V_s + V_{pi} + V_{pp}} \text{ (g/cm}^3\text{)}$$



Caracterização Física

Determinação da massa específica aparente

Simplesmente a determinação da massa específica aparente solta (seca) se dá pela relação massa / volume.

a) Amostra de RCD

Granulometria entre 12 e 5 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.366,17 g

$D_a = m/V = 1366,17/1000 = 1,37 \text{ g/cm}^3$.

b) Amostra de caulim

Granulometria abaixo de 9 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.169,06 g

$D_a = m/V = 1169,06/1000 = 1,17 \text{ g/cm}^3$.

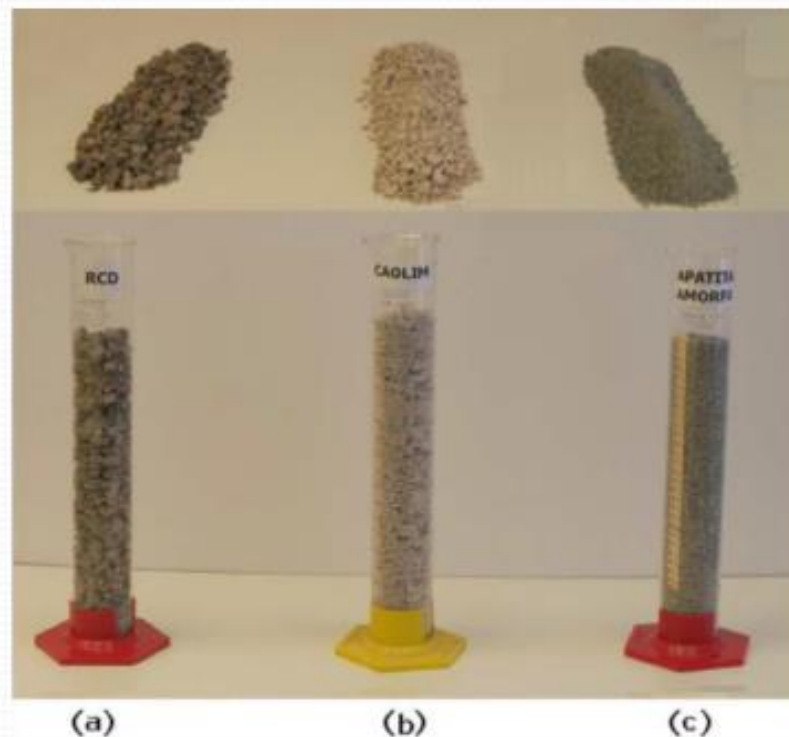
c) Amostra de minério de fosfato

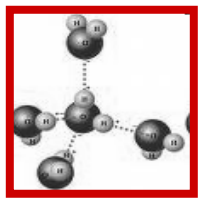
Granulometria abaixo de 3,5 mm.

Volume 1.000 cm³.

Massa 1.526,85 g

$D_{da} = m/V = 1.526,85/1000 = 1,53 \text{ g/cm}^3$.





Caracterização Física

Método de Imersão (baseado no Princípio de Arquimedes)

A densidade aparente está intimamente associada à porosidade aparente do material (poros permeáveis).

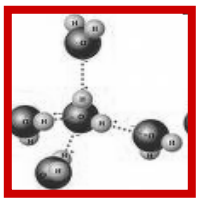
A técnica baseia-se:

- M_S : massa seca (24 horas em estufa à 110°C)
- M_I : massa imersa (imersão em água por 24 horas ou 2 horas em fervura)
- M_U : massa úmida (amostra retirada da imersão e com superfície levemente enxugada)

Equações: onde ρ_L = densidade da água à temperatura de medição

$$DA = \frac{M_S}{M_U - M_I} \cdot \rho_L \quad (g/cm^3) \quad \%PA = \frac{M_U - M_S}{M_U - M_I} \times 100$$

A diferença $M_U - M_I$, pelo Princípio de Arquimedes, é o empuxo a que está sendo submetido o material, que é igual ao peso do volume de água deslocado pelo material, sendo que este volume é o volume do material.



Caracterização Física

Princípio de Arquimedes

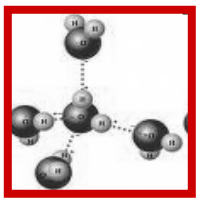
“Um corpo total ou parcialmente imerso em um fluido, recebe do fluido uma força vertical, dirigida para cima, cuja intensidade é igual do peso do fluido deslocado pelo fluido”.

Se o fluido for a água, podendo ser outro líquido no caso de materiais hidratáveis (hidrofilicos) a massa (vulgarmente denominada “peso”) deslocada é igual ao volume deslocado. No caso de outro fluido o fator de correção é a densidade do fluido na temperatura do ambiente de medição. Pois, o peso deslocado será o volume para aquela densidade.

Exemplos de massa específica aparente:

A brita, que se produzida a partir de granito, que possui densidade real de $2,75 \text{ g/cm}^3$ (ou 2750 kg/m^3), resulta em densidades aparentes de 450 a 550 kg/m^3 .

Igualmente, o quartzo, de densidade $2,65 \text{ g/cm}^3$ (correspondente a 2650 kg/m^3), resulta em areias que podem possuir densidade aparente de 830 a 890 kg/m^3 , por exemplo.



Caracterização Física

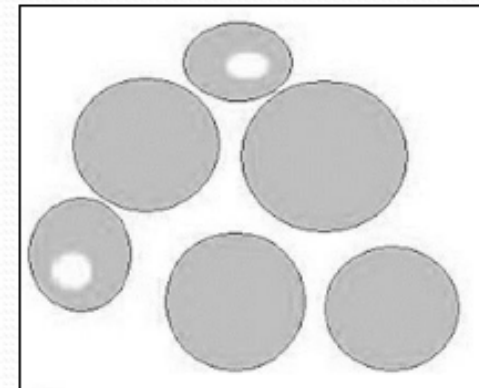
Massa Unitária

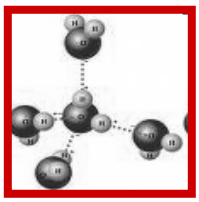
É a razão entre a massa de um material lançado em um recipiente e o volume deste recipiente.

O método de ensaio é executado pela NBR 7251 para agregados e nesse caso a massa unitária tem grande importância na tecnologia, pois é por meio dela, que se podem transformar as composições das argamassas e concretos dadas em peso para o volume e vice-versa.

A massa unitária de um material é a sua densidade (massa / volume) com todos os espaços vazios, ou seja, esses espaços vazios são os "vãos" entre um grão e outro (agregados) e seus espaços internamente (poros fechados e abertos, permeáveis).

Pode-se dizer que a massa unitária é a massa "real" do agregado, pois engloba todos os espaços existentes (internamente e externamente)





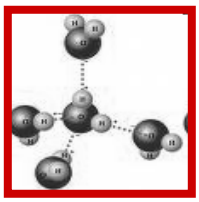
Caracterização Física

Porosidade:

Porosidade Aberta

Porosidade Fechada

É a fração de espaços vazios. É a relação entre o volume ocupado pelos poros e/ou vazios e o volume total da amostra



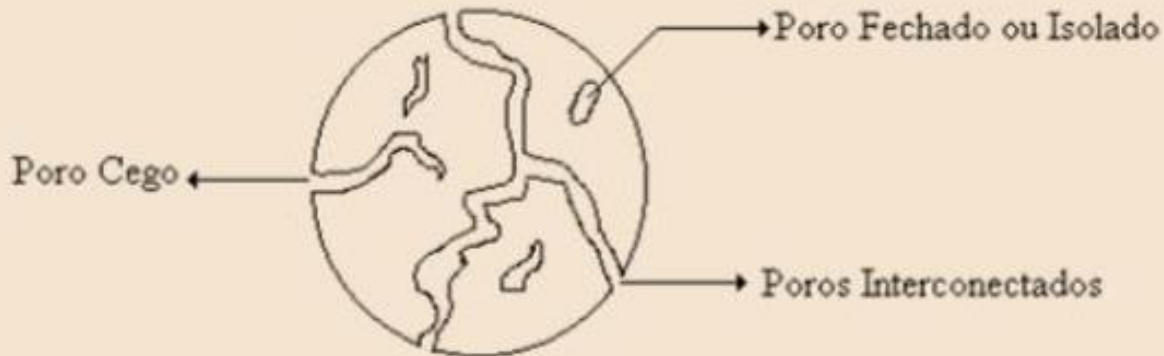
Caracterização Física

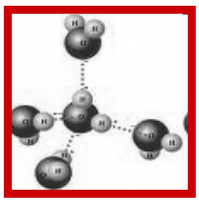
Porosidade:

Aberta: permeável e/ou penetrável

Fechada: isolada e/ou não acessível

Tipos de Poros: poros interconectado ou efetivo e poros isolados (fechados) ou não-interconectados. Existem ainda os poros cegos ou “dead-end”, que são interconectados apenas por um lado.





Caracterização Física

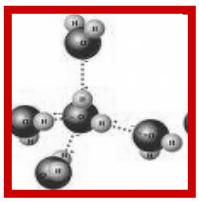
Classificação dos poros conforme o tamanho (Allen, 1997):

- **Macroporos** - têm amplitude superior a 50 nm;
- **Mesoporos** - amplitude de 2 a 50 nm;
- **Microporos** - amplitude de 0,6 a 2 nm,
- **Ultramicroporos** - têm amplitude menor que 0,6 nm.

O valor da porosidade total de um material é a razão entre todos os poros (abertos e fechados) em relação ao volume do material.

O valor da porosidade aparente de um material é a razão dos poros abertos (interconectados e acessíveis) e a porosidade total do material.

A porosidade pode variar desde próximo a zero (materiais altamente densificados, por exemplo, metais, rochas vulvânicas, cerâmicas especiais) até quase à unidade (filtros fibrosos, isolantes térmicos, *scaffolds*)



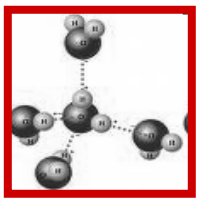
Caracterização Física

Métodos Experimentais para Determinação de Porosidade

- Método Direto:
 - Mede-se o volume total (aparente) da amostra porosa;
 - Destrói-se os vazios;
 - Mede-se o volume de sólido apenas.

- Método Óptico
 - Utiliza de propriedades ópticas para identificar os poros
 - Impregna-se os poros com algo penetrável (cera, resina) para tornar os poros mais visíveis.
 - Limita-se apenas aos poros interconectados e acessíveis.

- Método de Imbebição
 - Imerge-se o material em um fluido molhante
 - Sob vácuo causa-se a imbebição de todos os espaços
 - A amostra é pesada antes e depois da imbebição
 - Com as diferenças das massas e densidade do líquido obtém-se o volume de poros.



Caracterização Física

Métodos da Intrusão de Mercúrio ou Porosimetria de Hg

Em síntese o volume da amostra é determinado pela imersão no material no mercúrio (baixa pressão). O líquido não penetra nos poros, pois não ocorre o molhamento do material pelo mercúrio. Impõe-se pressão alta na câmara de contenção (amostra+mercúrio) forçando o mercúrio nos poros.

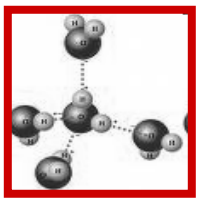
O porosímetro mede a porosidade e a distribuição de tamanhos de poros da amostra.

Utiliza-se de uma equação matemática para a determinação do diâmetro de poro.

A equação considera que todos os poros são cilíndricos e que eles se esvaziam completamente quando a pressão é reduzida a zero.

Os dados obtidos em um porosímetro de intrusão de mercúrio são:

- Volume acumulado de poros versus diâmetro de poro
- Diâmetro médio de poros
- Porosidade média
- Densidade real e aparente do material



Caracterização Física

Porosimetria de Mercúrio

O método de porosimetria de mercúrio para a determinação de tamanhos de poros abertos em sólidos porosos, baseia-se na não molhabilidade destes sólidos pelo mercúrio, devido a um balanço de suas energias superficiais. Em decorrência deste fato, torna-se necessário aplicar pressão para forçar a entrada de mercúrio no interior dos poros do material, que devem ser previamente submetidos a vácuo para a retirada do ar existente.

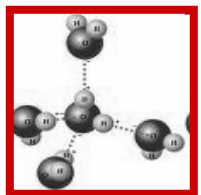
O raio do poro pode então ser relacionado à pressão necessária para preenchê-lo. Neste caso, o raio de intrusão (R_i) é calculado a partir da pressão aplicada (P_{ap}), supondo o poro cilíndrico, pela equação de Washburn:

$$R_i = \frac{-2\gamma_{LV} \cdot \cos\omega}{P_{ap}}$$

onde:

γ_{LV} : energia de interface mercúrio-ar

ω : ângulo de contato entre o mercúrio e a amostra.

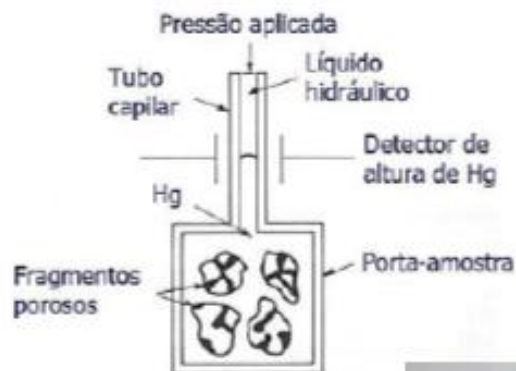
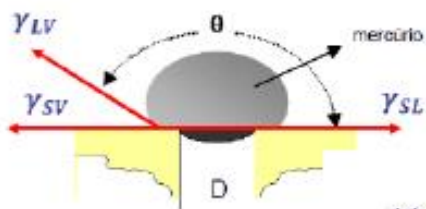


Caracterização Física

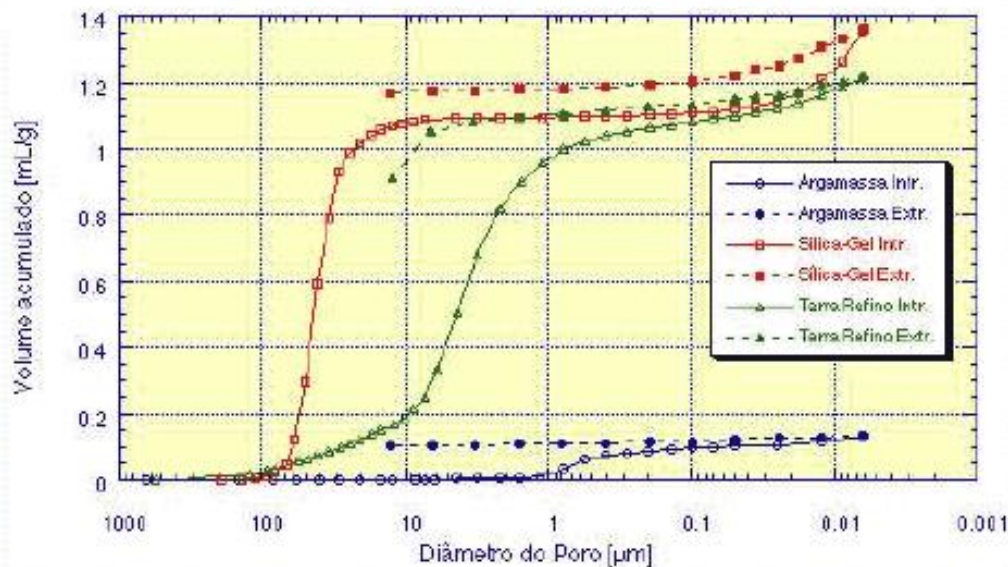
Porosimetria de Mercúrio – Princípios Físicos da Técnica

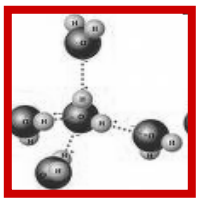
Hg utilizado como líquido de intrusão:

- não molha a maioria dos materiais;
- apresenta alta tensão superficial;
- baixa reatividade química à T_{ambiente} .



Distribuição de Poros de diferentes materiais





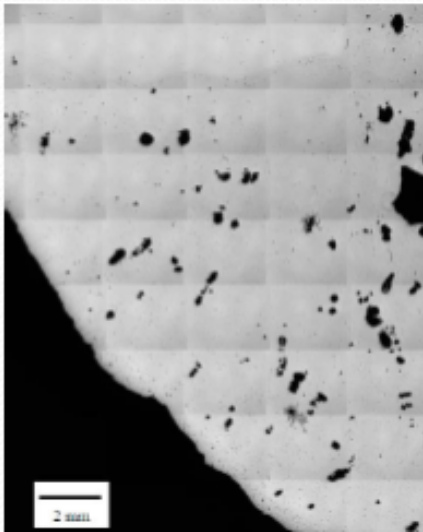
Caracterização Física

Porosidade por Imagens

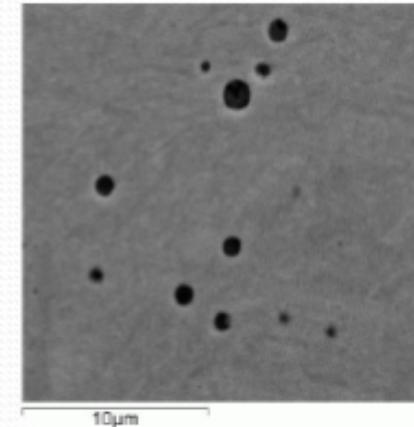
- Microscopia Óptica (MO)
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

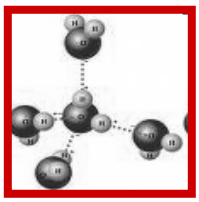
Processamento e Análise Digital de Imagens
(ex: Programa AxioVision)

Óptico



MEV

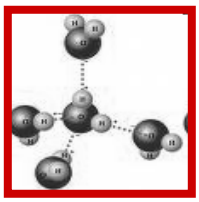




Caracterização Física

Técnicas de Caracterização Física

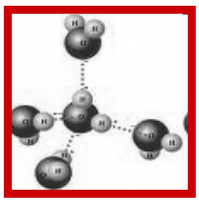
- Tamanho de Partículas
- Tamanho Médio
- Distribuição de Tamanhos
 - Distribuição por Massa
 - Distribuição por Frequência
- Morfologia



Caracterização Física

Tamanho de Partículas - Conceitos gerais:

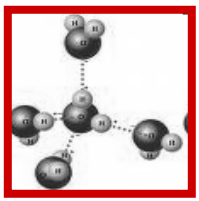
- Partícula = unidade discreta de uma porção de matéria com dimensões muito pequenas.
- Aglomerado = conjunto de partículas ligadas por forças fracas (eletrostáticas, Van der Waals).
- Agregado = conjunto de partículas ligadas por forças fortes (ligações primárias).
- Grânulos = conjunto de partículas ligadas por forças fracas propiciadas intencionalmente (ligantes).
- Flocos = conjunto de partículas ligadas por forças fracas em um meio fluido (suspensão).
- Colóides = partículas muito pequenas menores que as que podem ser vistas a olho nú menores que $0,5 \mu\text{m}$.



Caracterização Física

Tamanho de Partículas - Conceitos gerais:

- As partículas podem ter várias formas, que influenciam determinadas propriedades: empacotamento, interação com fluidos, fluidez, e outras.
- Logo, a medição de tamanho de uma mesma partícula por diferentes técnicas pode dar valores diferentes, na medida em que a forma dessa partícula se distancia de uma esfera, daí a razão de se aplicarem fatores de correção para transformar as medidas obtidas de uma técnica para outra e vice-versa.
- Quando é necessária análise em faixa granulométrica ampla, por exemplo milimétrica até sub-micrométrica, que abranja dois métodos experimentais, é comum fazer-se uma varredura com sobreposição parcial, visando a compatibilizar as duas curvas, em termos de concordância geométrica na região de transição dos métodos utilizados.
- Classificação em Tamanho normalmente é realizada por meio de operações que se utilizam da dinâmica do sistema sólido-fluido, ou de outras operações puramente mecânicas. Baseiam-se nas características físicas do material.



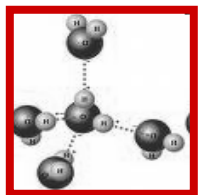
Caracterização Física

Tamanho de Partículas – Diâmetro Equivalente

Somente para as esferas, o tamanho de uma partícula pode ser representada por um único parâmetro, por exemplo, seu diâmetro.

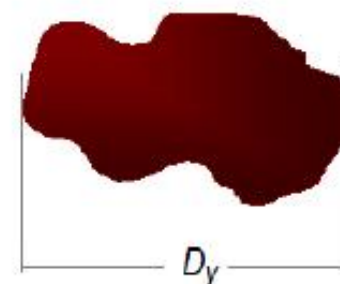
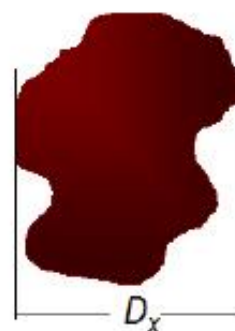
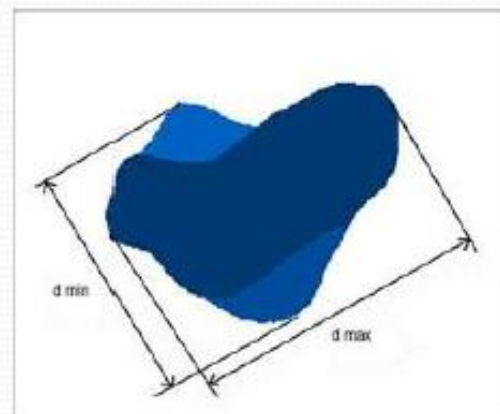


Diâmetro	Definição
Volumétrico (d_v)	Diâmetro da esfera com o mesmo volume que a partícula
Superficial (d_s)	Diâmetro da esfera com a mesma área superficial que a partícula
Peneira (d_p)	Tamanho equivalente da menor abertura através da qual a partícula passa
Stokes (d_{st})	Diâmetro da esfera com a mesma velocidade de sedimentação que a partícula
Área projetada (d_s)	Diâmetro do círculo com a mesma área projetada que a partícula



Caracterização Física

Tamanho de Partículas – Modelos



Diâmetros de Feret:

Diâmetro mínimo de Feret =

D_x

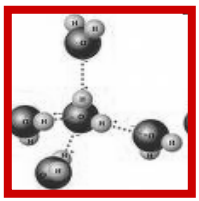
Diâmetro máximo de Feret =

D_y

Diâmetro médio de Feret =

$D_{médio}$

$$D_{médio} = \frac{D_x + D_y}{2}$$



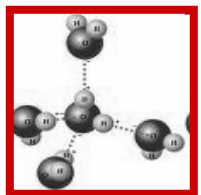
Caracterização Física

Tamanho de Partículas – Técnicas de Medição

A determinação de valores exatos de tamanho de partícula é importante difícil medida.

Como cada técnica de análise é baseada em princípios físicos diferentes os resultados obtidos podem ser diferentes.

Técnica	Diâmetro	Distribuição	Observações
Peneiramento	d_p	Massa	Bloqueio, razão de aspecto
Sedimentação	d_{st}	Massa	Aglomeración, partículas esféricas
Difração a laser	d_a	Volume	Interação luz-partícula (<1 μm), partículas esféricas
Microscopia com análise de imagem	d_a	Número	Arranjo de partículas, amostragem

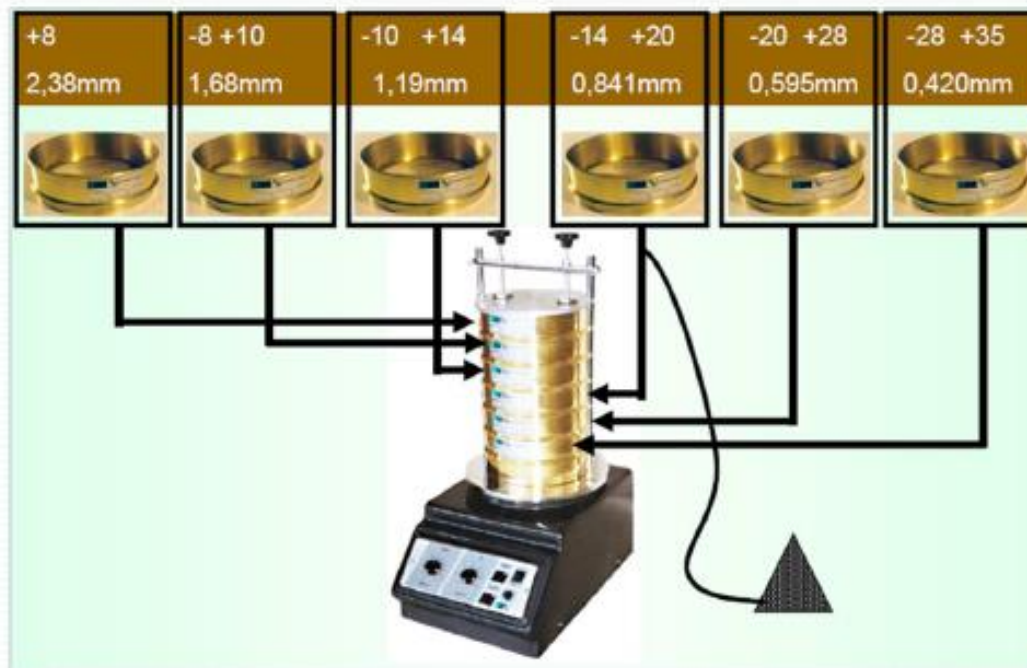


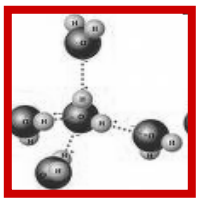
Caracterização Física

Análise Granulométrica

Série Fina	ASTM ASA USS	TYLER MESH	Aberturas em milímetros	Aberturas em polegadas
4	4	4	4,76	0,187
6	6	6	3,36	0,132
8	8	8	2,38	0,0937
12	10	10	1,68	0,0661
16	14	14	1,19	0,0469
20	20	20	0,84	0,0331
30	28	28	0,59	0,0232
40	35	35	0,42	0,0165
50	48	48	0,297	0,0117
70	65	65	0,210	0,0083
100	100	100	0,149	0,0059
140	150	150	0,105	0,0041
200	200	200	0,074	0,0029
270	270	270	0,053	0,0021
400	400	400	0,037	0,0015
		625	0,020	0,0008
		1250	0,010	0,0004
		2500	0,005	0,0002

Peneiramento: é o método clássico de se obter uma análise granulométrica. As peneiras (padronizadas) são agrupadas em uma ordem decrescente de mesh, de baixo para cima, ou em ordem crescente de diâmetro de peneira.





Caracterização Física

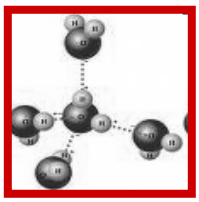
Distribuição do Tamanho de Partículas

Difração a laser:

Técnica amplamente utilizada para determinação do tamanho de partículas para materiais que vão desde centenas de nanômetros a vários milímetros de tamanho.

Princípio: medição da variação angular na intensidade da luz difundida à medida que um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra.

- Partículas grandes: dispersão da luz em pequenos ângulos em relação ao feixe de laser;
- Partículas pequenas: dispersão da luz em ângulos grandes.

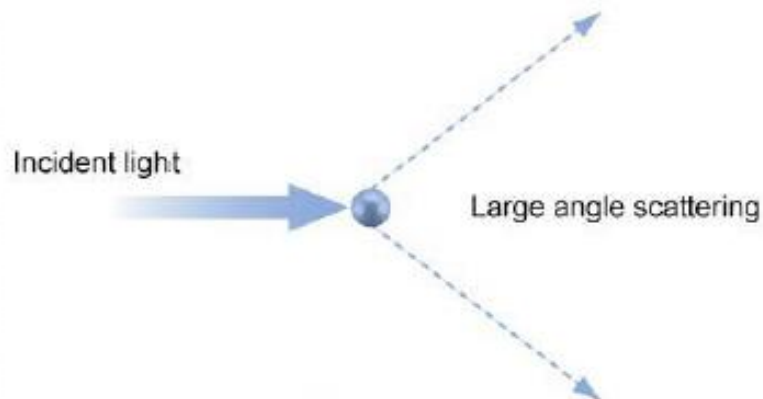


Caracterização Física

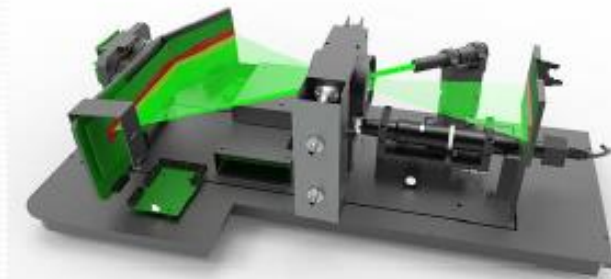
Distribuição do Tamanho de Partículas

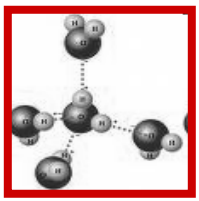
Difração a laser:

Analisa Tamanho e Distribuição de Partículas de 0.01 μm a 3.500 μm .



Espalhamento de luz de partículas pequenas e grandes.



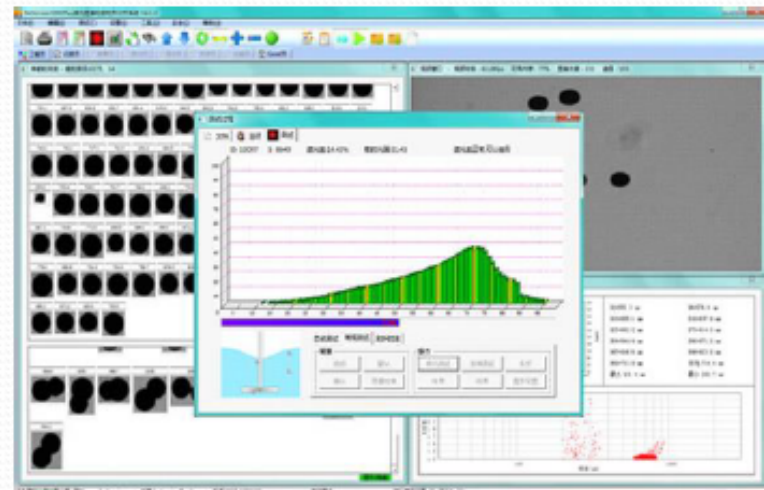


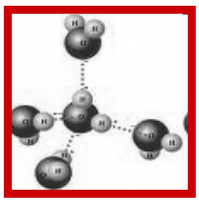
Caracterização Física

Distribuição do Tamanho de Partículas

Difração a laser:

- Os dados sobre a intensidade da dispersão angular são então analisados para calcular o tamanho das partículas responsáveis por criar o padrão de dispersão, com base na teoria de difusão da luz. O tamanho das partículas é indicado como o diâmetro de uma esfera de volume equivalente.
- A técnica não mede partículas individuais. Através de transformações matemáticas complexas (transformada de Fourier inversa), calcula-se uma estatística de distribuição de tamanho dessa população de partículas.
- Se o modo da distribuição é abaixo de $1\ \mu\text{m}$, aparelhos baseados em sedimentação são mais indicados.





Caracterização Física

Distribuição do Tamanho de Partículas

Sedimentação:

É um processo de separação em que a mistura de um sólido suspenso num líquido é deixada em repouso ou adicionada continuamente em uma unidade de sedimentação. A fase mais densa deposita-se (separa-se) no fundo do recipiente.

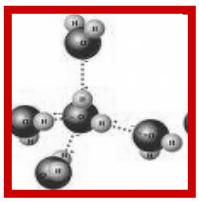
Lei de Stokes: a velocidade de sedimentação de uma partícula esférica é proporcional ao quadrado do diâmetro da partícula.

$$V = \frac{h}{t} = D^2 \frac{(\rho_p^2 - \rho_L^2)g}{18\mu}$$

Diagram illustrating the variables in the Stokes' Law equation:

- V : Velocidade da partícula
- h : Distância de queda percorrida no tempo t
- t : Tempo
- D : Diâmetro da partícula (\emptyset esférico equivalente)
- ρ_p : Densidade da partícula
- ρ_L : Densidade do meio líquido
- g : Constante gravitacional
- μ : Viscosidade do meio líquido





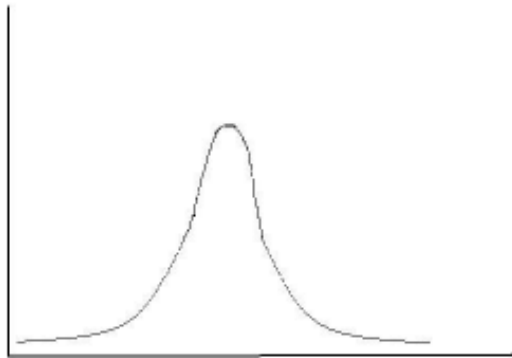
Caracterização Física

Distribuição do Tamanho de Partículas

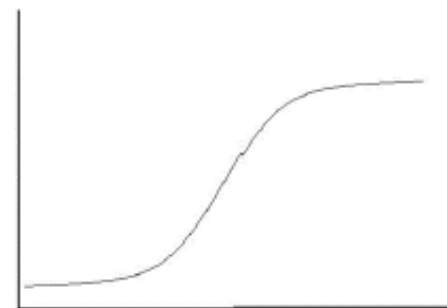
Sedimentação:

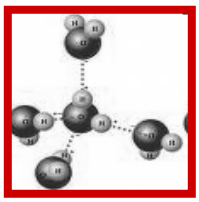
- Equipamento Sedigraph: baseia-se na velocidade de sedimentação da(s) partícula(s) em meio líquido. Faixa de tamanho de partículas: 1 a 100 μm .
- O tempo de análise depende da faixa granulométrica que vai ser analisada, isto é, quanto menor a partícula, maior será o tempo para a mesma sedimentar.

Distribuição da frequência (ou probabilidade) de partículas em função do seu tamanho



Distribuição da frequência cumulativa de partículas em função do seu tamanho





Caracterização Física

Distribuição do Tamanho de Partículas

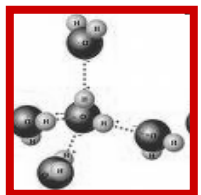
Sedimentação – Equipamento Sedigraph

Procedimento:

Preparação da suspensão em agitação magnética, transporte para uma célula onde ocorrerá a sedimentação das partículas. Na primeira etapa da análise, o sedigraph mede a transmitância de RX através da suspensão da amostra em movimento, sem sedimentação - relacionada à concentração total de partículas presentes.

Em seguida a sedimentação começa a ocorrer. A transmitância de raios X é, então, medida novamente nas diferentes posições na cela (medidas em relação ao topo da mesma) e nos tempos pré-selecionados com base na lei de Stokes (medidos a partir do momento em que a circulação da suspensão de amostra foi interrompida).

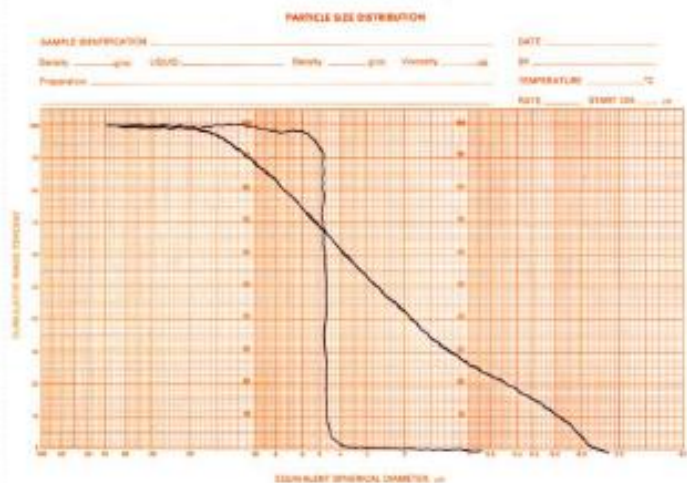
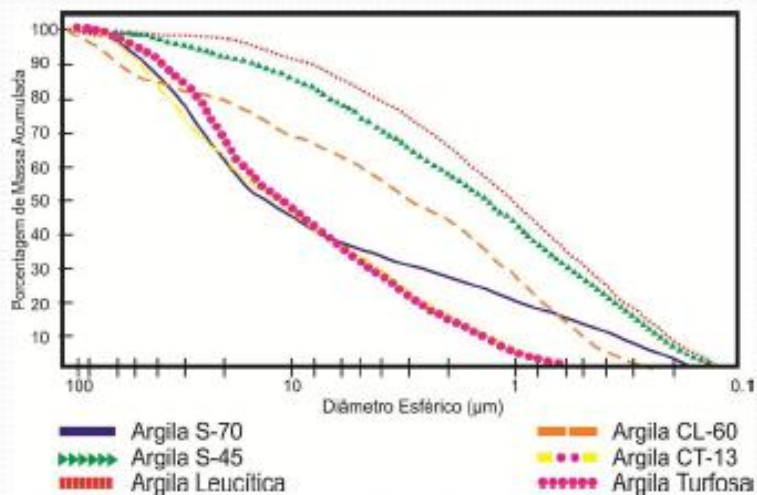
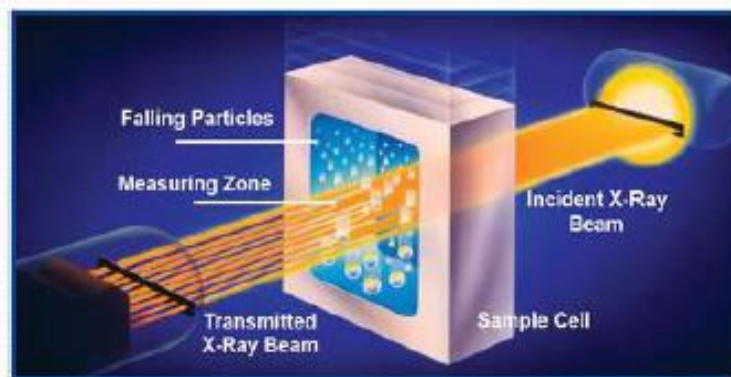
As transmitâncias assim obtidas se relacionam à concentração de partículas com o exato diâmetro correspondente à distância e ao tempo de queda em que foram medidas.

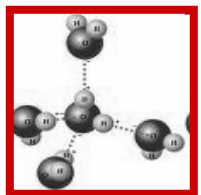


Caracterização Física

Distribuição do Tamanho de Partículas

Sedimentação – Equipamento Sedigraph

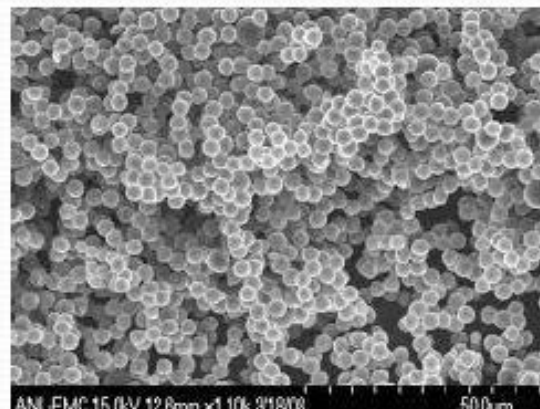
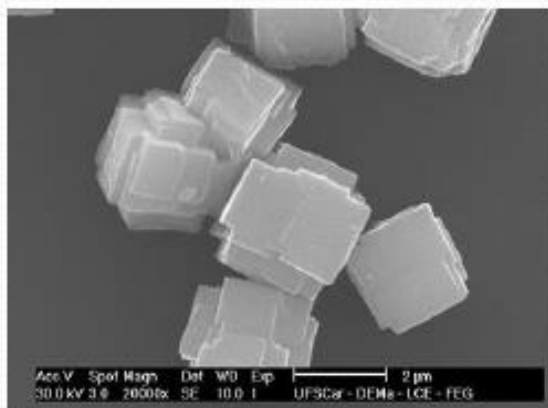
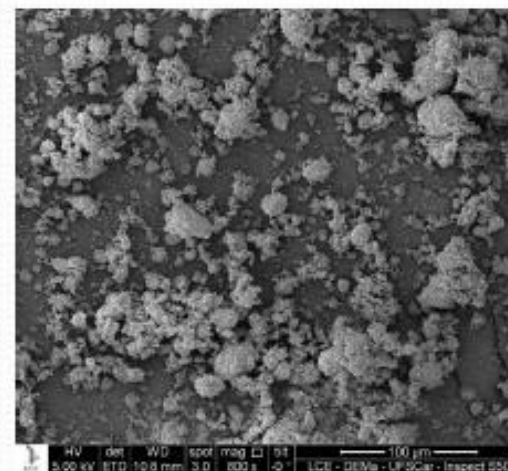
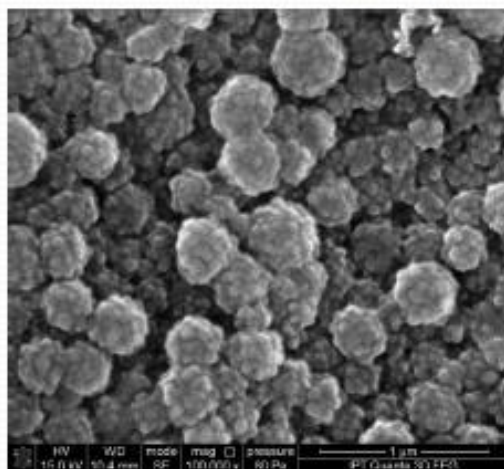




Caracterização Física

Microscopia – Tratamento Digital

Tamanho – Forma – Distribuição (partículas e poros)





UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA

Escola Politécnica

DCTM - Departamento de Ciência e Tecnologia dos Materiais

Técnicas de Caracterização de Materiais

Prof. Dr. Marcelo Strozi Cilla

Prof. Dr. Daniel Véras Ribeiro

Prof. Dr. Márcio Luis Ferreira Nascimento

Prof. Dr. Paulo Roberto L. Lima - UEFS

Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																											
[Color]		[Color]		[Color]		[Color]																																																																																																																											
1	H	2	He	3	Li	4	Be	5	B	6	C	7	N	8	O	9	F	10	Ne																																																																																																														
11	Na	12	Mg	13	Al	14	Si	15	P	16	S	17	Cl	18	Ar	19	K	20	Ca	21	Sc	22	Ti	23	V	24	Cr	25	Mn	26	Fe	27	Co	28	Ni	29	Cu	30	Zn	31	Ga	32	Ge	33	As	34	Se	35	Br	36	Kr																																																																														
37	Rb	38	Sr	39	Y	40	Zr	41	Nb	42	Mo	43	Tc	44	Ru	45	Rh	46	Pd	47	Ag	48	Cd	49	In	50	Sn	51	Sb	52	Te	53	I	54	Xe	55	Cs	56	Ba	57	La	58	Ce	59	Pr	60	Nd	61	Pm	62	Sm	63	Eu	64	Gd	65	Tb	66	Dy	67	Ho	68	Er	69	Tm	70	Yb	71	Lu	72	Hf	73	Ta	74	W	75	Re	76	Os	77	Ir	78	Pt	79	Au	80	Hg	81	Tl	82	Pb	83	Bi	84	Po	85	At	86	Rn	87	Fr	88	Ra	89	Ac	90	Th	91	Pa	92	U	93	Np	94	Pu	95	Am	96	Cm	97	Bk	98	Cf	99	Es	100	Fm	101	Mt

