



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

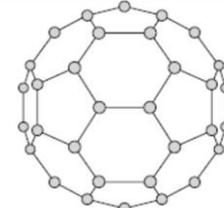
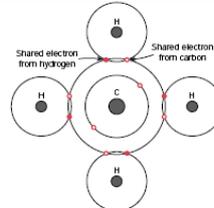
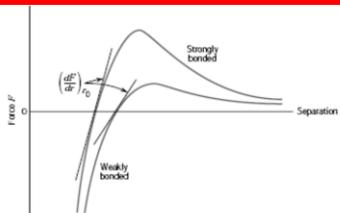
Prof. Dr. Márcio Luis Ferreira Nascimento

Prof. Dr. Paulo Roberto L. Lima

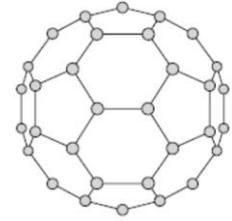
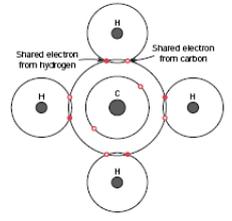
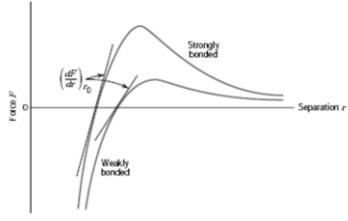
Profa. Dra. Débora C. Rios

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	Yb	70	Lu	71	Hf	72	Ta
73	W	74	Re	75	Os	76	Ir
77	Pt	78	Au	79	Hg	80	Tl
81	Pb	82	Bi	83	Po	84	At
85	Fr	86	Ra	87	Ac	88	Th
89	Pa	90	U	91	Np	92	Pu
93	Am	94	Cm	95	Bk	96	Cf
97	Es	98	Fm	99	Mendelevium	100	Nobelium
101	Lr	102	Uub	103	Uut	104	Uuq
105	Uup	106	Uuq	107	Uuh	108	Uuq
109	Uuo	110	Uuq	111	Uuh	112	Uuq
113	Uuh	114	Uuq	115	Uuh	116	Uuq
117	Uue	118	Uuo	119	Uuh	120	Uuq

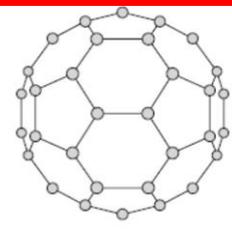
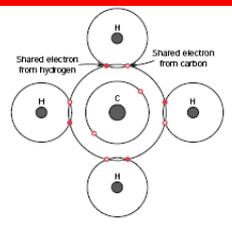
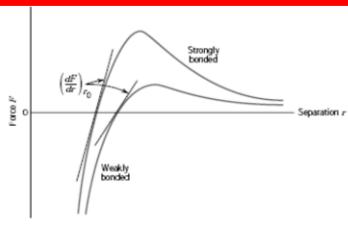


Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																			
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																			
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	Livermorium	104	Tennessine	105	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	Livermorium	104	Tennessine	105	Oganesson



# ● Calendário Oficial

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

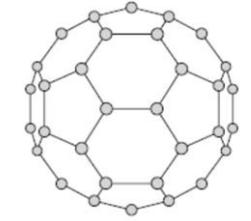
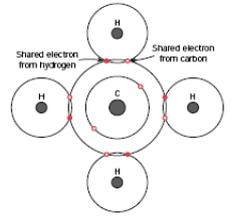
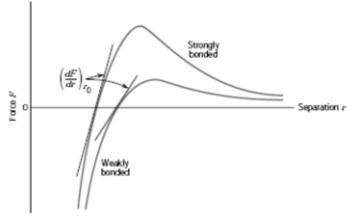
- **Dureza, tenacidade, fadiga, fluência, flexão, compressão.**



# 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.

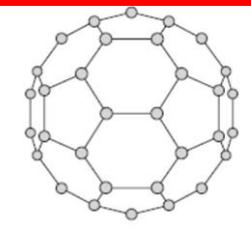
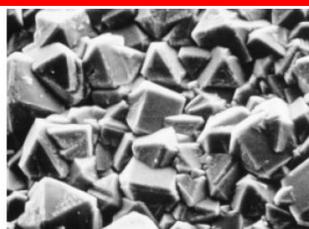
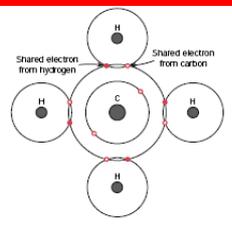
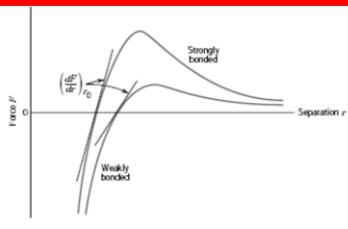
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
Key		Metal		Nonmetal		Metalloid																																																																																																																																																													
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	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	Yb	70	Lu	71	Hf	72	Ta	73	W	74	Re	75	Os	76	Ir	77	Pt	78	Au	79	Hg	80	Tl	81	Pb	82	Bi	83	Po	84	At	85	Fr	86	Ra	87	Ac	88	Th	89	Pa	90	U	91	Np	92	Pu	93	Am	94	Cm	95	Bk	96	Cf	97	Es	98	Fm	99	Md	100	No	101	Lr	102	Rf	103	Db	104	Sg	105	Bh	106	Hs	107	Mt	108	Uu	109	Uub	110	Uut	111	Uuq	112	Uubk	113	Uubg	114	Uubl	115	Uubm	116	Uubn	117	Uubl	118	Uuo

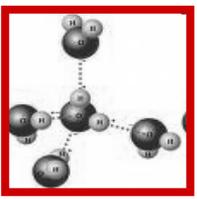


# Técnicas de caracterização física

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

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	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	Yb	70	Lu	71	Hf	72	Ta	73	W	74	Re	75	Os	76	Ir	77	Pt	78	Au	79	Hg	80	Tl	81	Pb	82	Bi	83	Po	84	At	85	Fr	86	Ra	87	Ac	88	Th	89	Pa	90	U	91	Np	92	Pu	93	Am	94	Cm	95	Bk	96	Cf	97	Es	98	Fm	99	Md	100	No	101	Lr	102	Rf	103	Db	104	Sg	105	Bh	106	Hs	107	Mt	108	Uu	109	Uub	110	Uut	111	Uuq	112	Uubk	113	Uubg	114	Uubl	115	Uubm	116	Uubn	117	Uubl	118	Uuo





# 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	<b>H</b> 1,008																<b>He</b> 4,0026	
II	<b>Li</b> 6,94	<b>Be</b> 9,012																
III	<b>Na</b> 22,990	<b>Mg</b> 24,305	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	<b>Al</b> 26,982	<b>Si</b> 28,085	<b>P</b> 30,974	<b>S</b> 32,06	<b>Cl</b> 35,45	<b>Ar</b> 39,948
IV	<b>K</b> 39,098	<b>Ca</b> 40,078(4)	<b>Sc</b> 44,956	<b>Ti</b> 47,867	<b>V</b> 50,942	<b>Cr</b> 51,996	<b>Mn</b> 54,938	<b>Fe</b> 55,845(2)	<b>Co</b> 58,933	<b>Ni</b> 58,693	<b>Cu</b> 63,546(3)	<b>Zn</b> 65,38(2)	<b>Ga</b> 69,723	<b>Ge</b> 72,63(1)	<b>As</b> 74,922	<b>Se</b> 78,96(3)	<b>Br</b> 79,904	<b>Kr</b> 83,798(2)
V	<b>Rb</b> 85,468	<b>Sr</b> 87,62	<b>Y</b> 88,906	<b>Zr</b> 91,224(2)	<b>Nb</b> 92,906	<b>Mo</b> 95,96(2)	<b>Tc</b> 97,907(1)	<b>Ru</b> 101,07(2)	<b>Rh</b> 102,91	<b>Pd</b> 106,42	<b>Ag</b> 107,87	<b>Cd</b> 112,41	<b>In</b> 114,82	<b>Sn</b> 118,71	<b>Sb</b> 121,76	<b>Te</b> 127,60(3)	<b>I</b> 126,90	<b>Xe</b> 131,29
VI	<b>Cs</b> 132,91	<b>Ba</b> 137,33	57 – 71	<b>Hf</b> 178,49(2)	<b>Ta</b> 180,95	<b>W</b> 183,84	<b>Re</b> 186,21	<b>Os</b> 190,23(3)	<b>Ir</b> 192,22	<b>Pt</b> 195,08	<b>Au</b> 196,97	<b>Hg</b> 200,59(2)	<b>Tl</b> 204,38	<b>Pb</b> 207,2	<b>Bi</b> 208,98	<b>Po</b> 209	<b>At</b> 210	<b>Rn</b> 222
VI	<b>Fr</b> 223,021	<b>Ra</b> 226,031	89 – 103	<b>Rf</b> 261,101	<b>Db</b> 262,103	<b>Sg</b> 263,105	<b>Bh</b> 264,107	<b>Hs</b> 265,109	<b>Mt</b> 266,111	<b>Ds</b> 267,113	<b>Rg</b> 268,115	<b>Cn</b> 269,117	<b>Nh</b> 270,119	<b>Fl</b> 271,121	<b>Mc</b> 272,123	<b>Lv</b> 273,125	<b>Ts</b> 274,127	<b>Og</b> 275,129

- Metals alcalinos
- Metals alcalino-terrosos
- Metals de transição
- Lantanídeos
- Actinídeos
- Metals representativos
- Semi-metals
- Não-metals
- Halogênios
- Gases nobres

Estado Padrão (25°C; 101 kPa)  
 Símbolos: Zn – Sólido; Hg – Líquido; Ne – Gasoso; Cf – Artificial

bloco s	bloco d	bloco p
---------	---------	---------

NOME DO ELEMENTO	Número Atômico
SÍMBOLO	ELETRONS NAS CAMADAS
MASSA ATÔMICA	

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

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

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

bloco f
---------

Notas:  
 Versão IUPAC (pt-br), com 5 algarismos significativos, baseada em DOI: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.

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.

Caso encontre algum erro favor avisar pelo e-mail  
 silviofer\_f.dasilvafilho@hotmail.com



# 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)



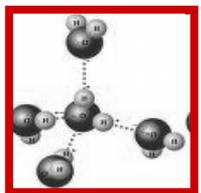
# Introdução

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:

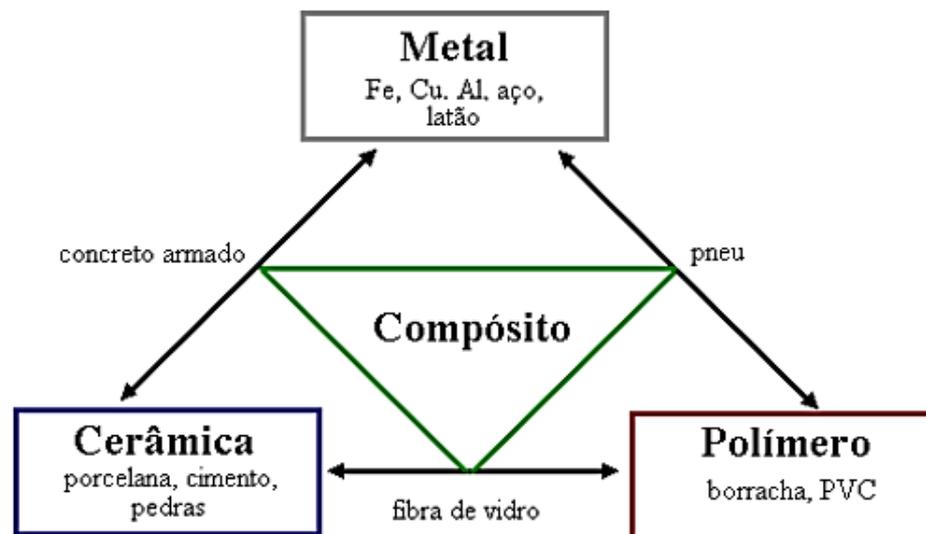
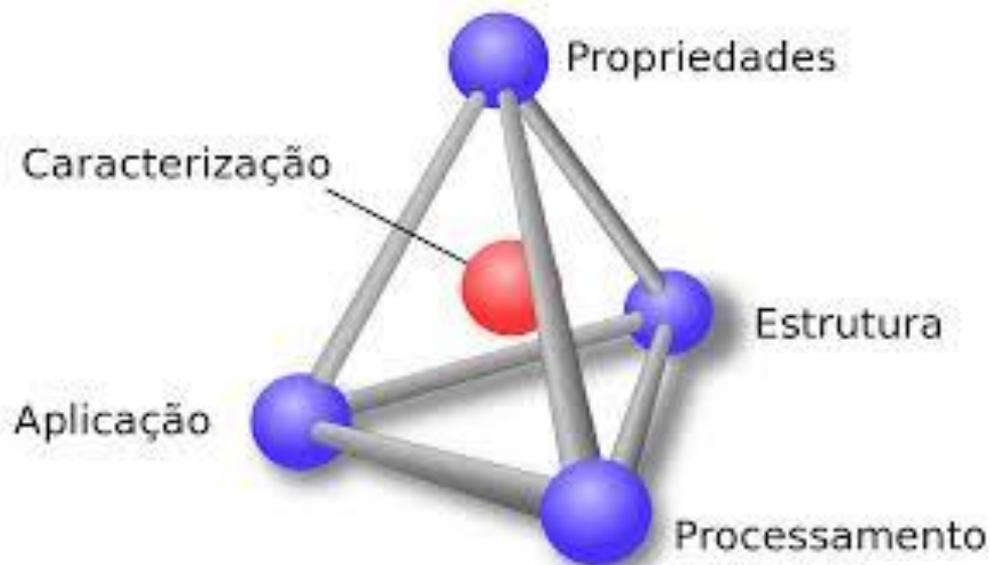
“A caracterização descreve os aspectos de composição e estrutura (incluindo defeitos) dos materiais, dentro de um contexto de relevância para um processo, produto ou propriedade em particular” (Materials Advisory Board of National Research Council – USA).

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

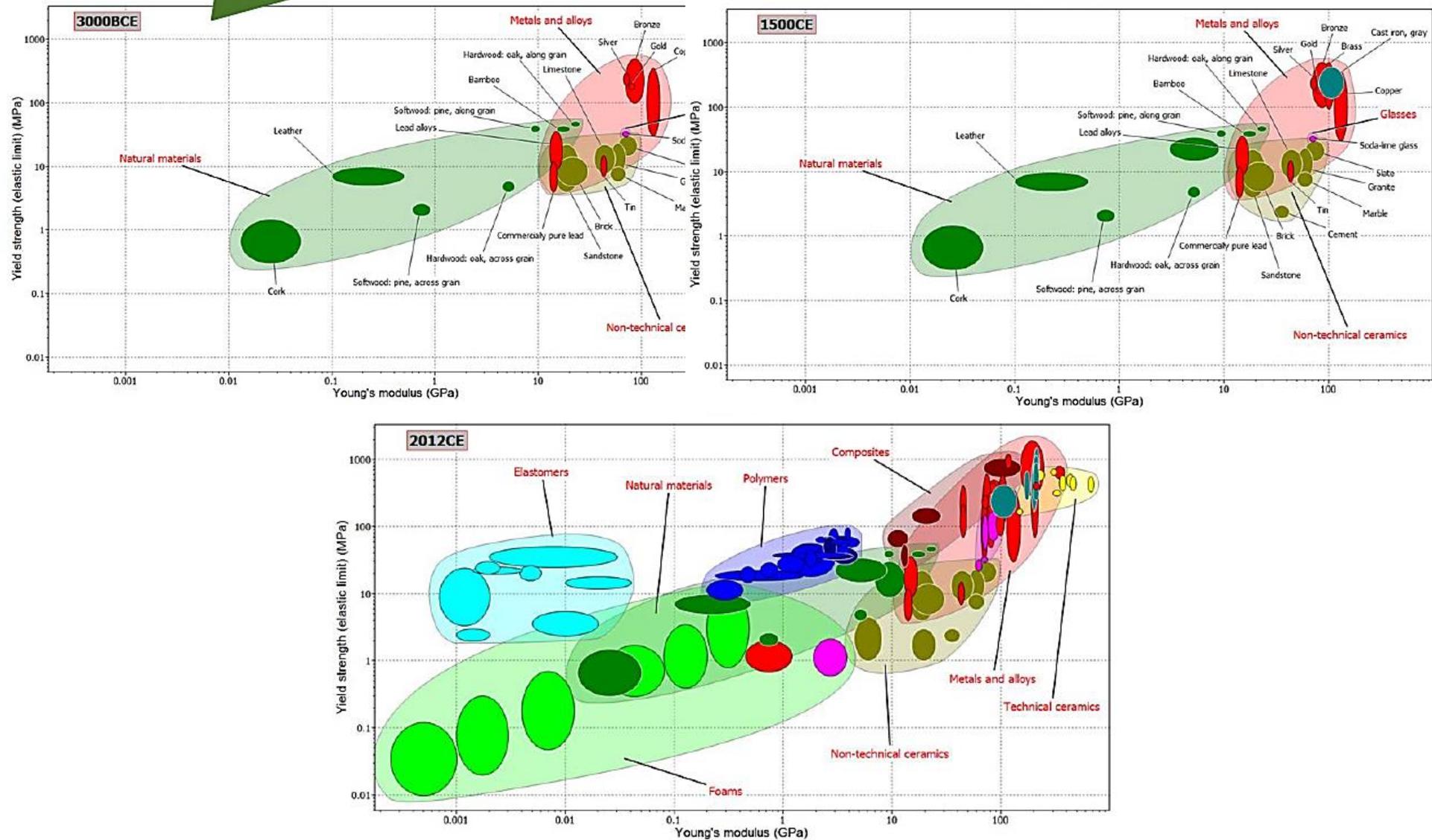
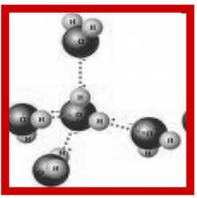
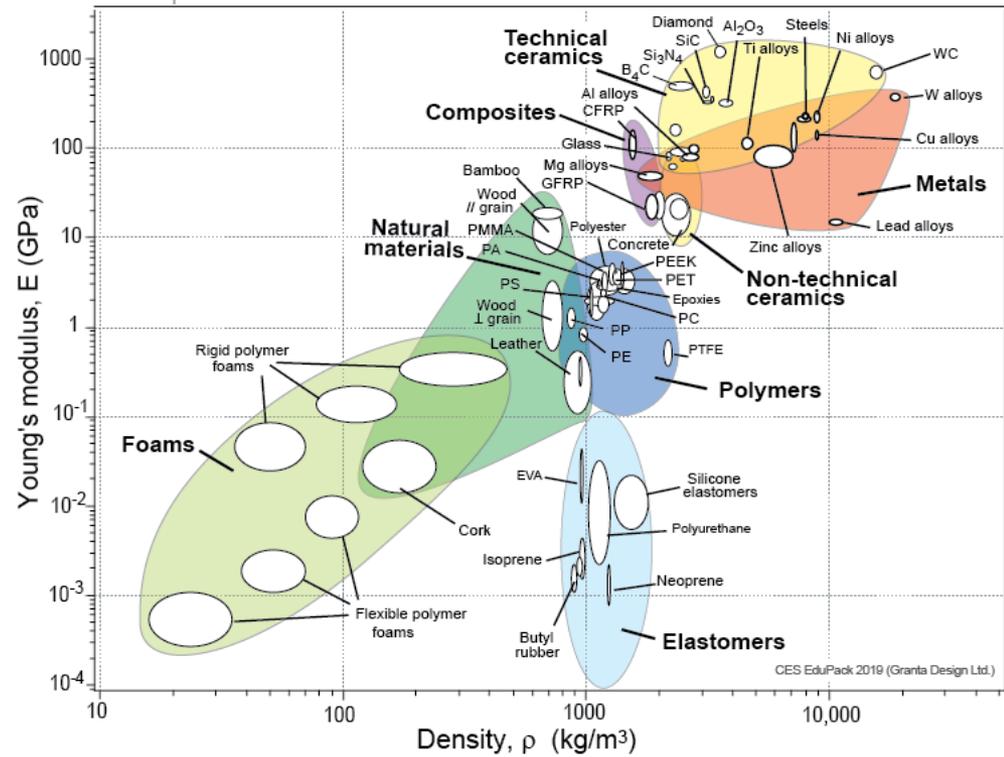
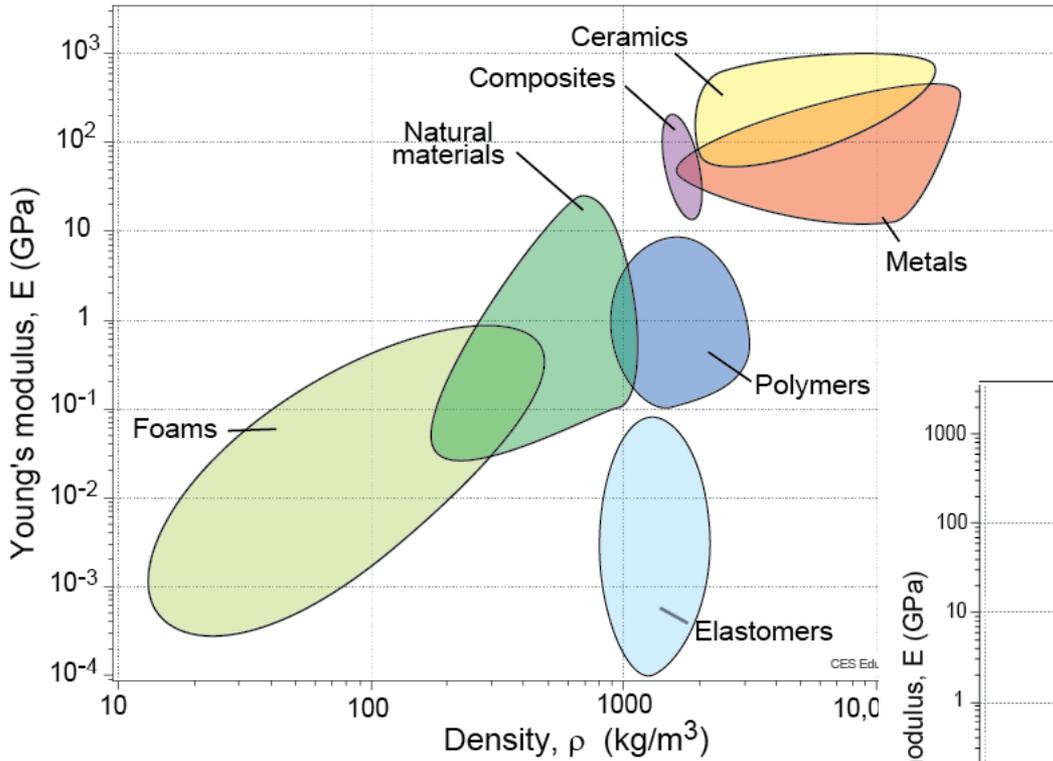


Figure 1. The evolution of materials availability.



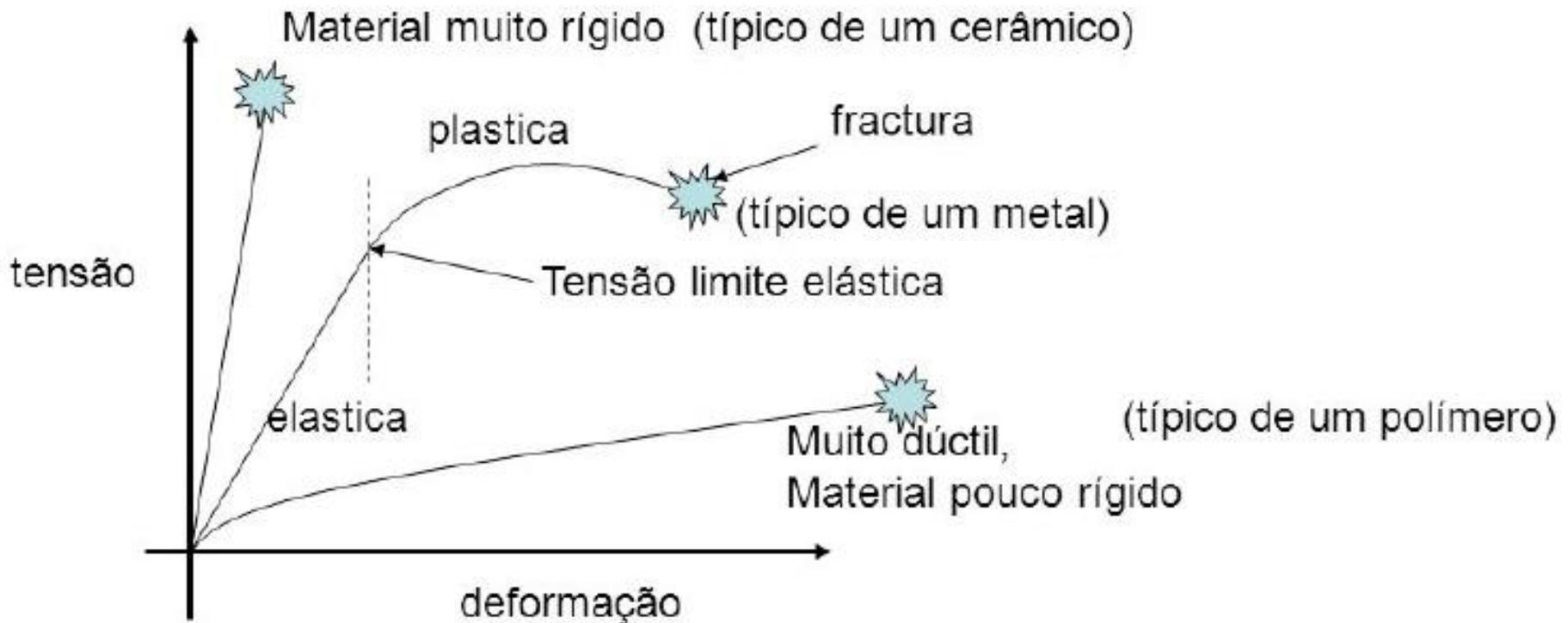
# Introdução





# 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).

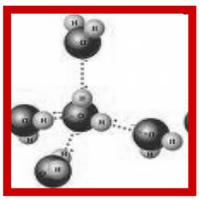
- Ensaio de um sistema polidisperso: medida da probabilidade que uma dada partícula escolhida ao acaso tenha um determinado tamanho. Então o tamanho de partícula medido está associado com sua frequência de ocorrência.

- 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

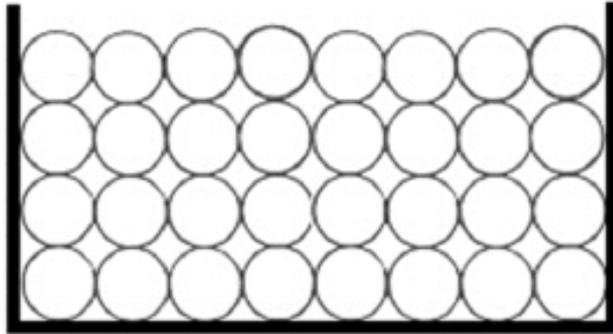
heterogêneo: ampla faixa de tamanho, forma e massa específica



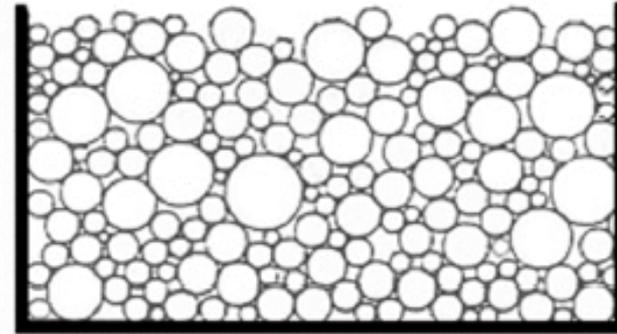
# Conceitos Gerais

## Empacotamento

Como as partículas dos pós empacotam ?



(a)



(b)

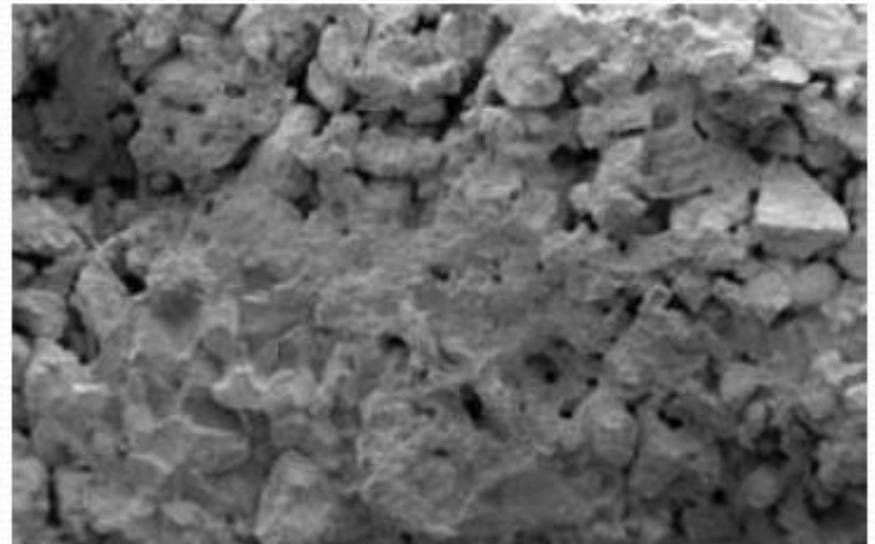
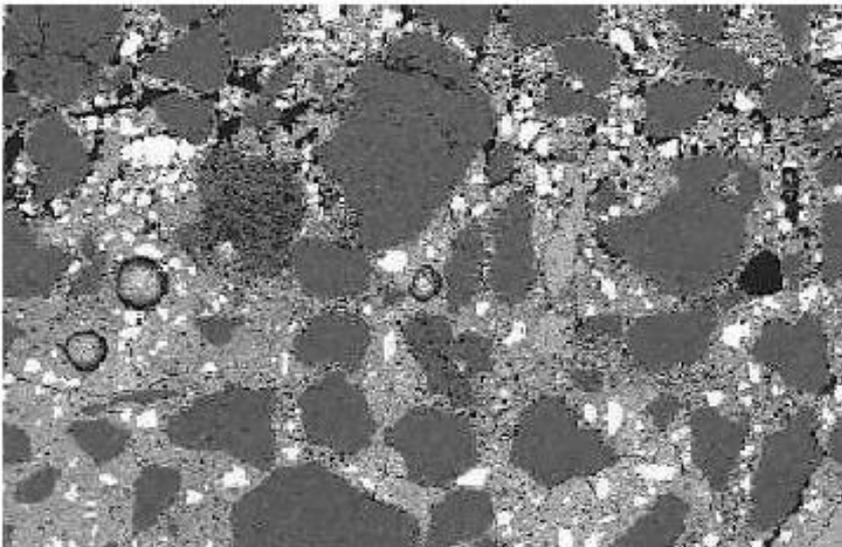
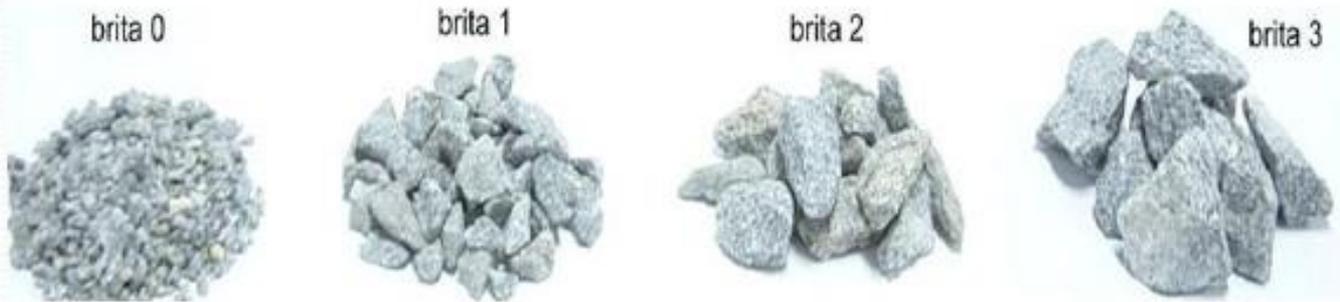
Empacotamento de partículas: (a) homogêneas, (b) com diferentes tamanhos



# Conceitos Gerais

Importância do Empacotamento:

Agregados (escala milimétrica)

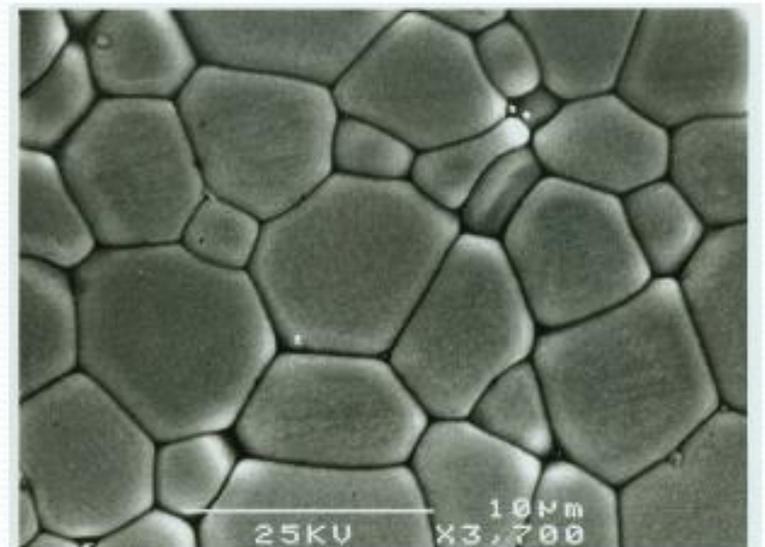
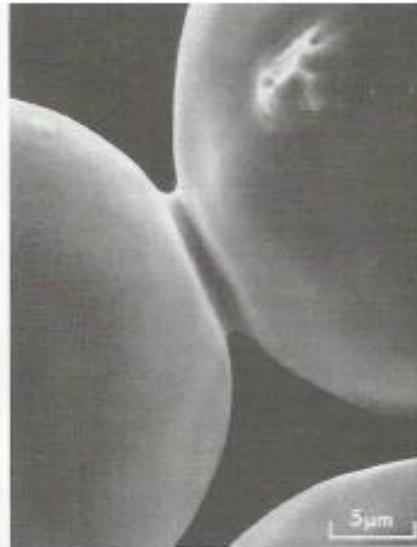
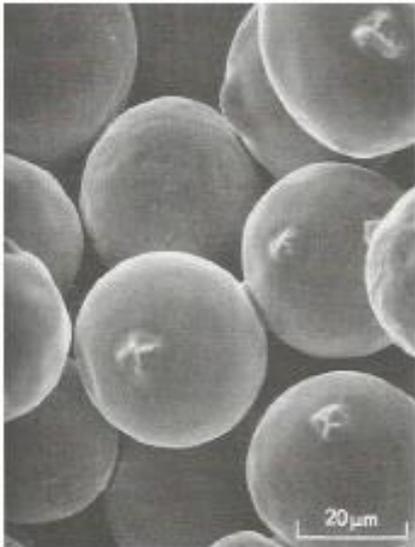




# Conceitos Gerais

Importância do Empacotamento:

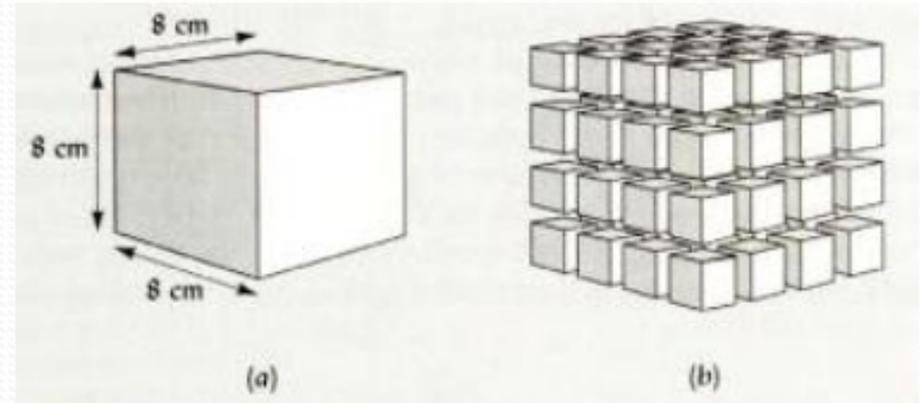
Partículas (escala sub-micrométrica)





# 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  $64 \text{ cm}^2$  de área superficial. O cubo tem seis lados, com área superficial total de  $384 \text{ cm}^2$  ( $6 \text{ lados} \times 64 \text{ cm}^2$ ). Se o mesmo cubo fosse dividido em cubos menores (b) de modo que cada um tenha  $2 \text{ cm}$  de lado, o mesmo material será agora representado por  $64$  cubos pequenos ( $4 \times 4 \times 4$ ). Cada lado do cubo pequeno terá  $4 \text{ cm}^2$  ( $2 \times 2$ ) de área superficial, resultando em  $24 \text{ cm}^2$  de área superficial ( $6 \text{ lados} \times 4 \text{ cm}^2$ ). A área superficial total será de  $1536 \text{ cm}^2$  ( $24 \text{ cm}^2 \times 64 \text{ cubos}$ ).



# 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.

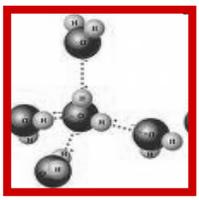


# Caracterização Física

## Exemplo: Fragmentos de Clinker



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

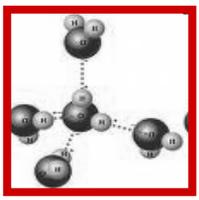


# Caracterização Física

## 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  $\longrightarrow$  Direta e Científica  
B.E.T. - **B**runauer, **E**mmett, **T**eller
  - ✓ Método de Permeabilidade ao Ar  $\longrightarrow$  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



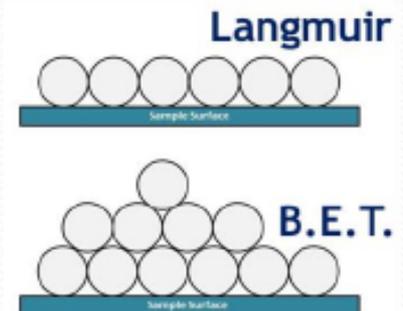
# Caracterização Física

- 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.

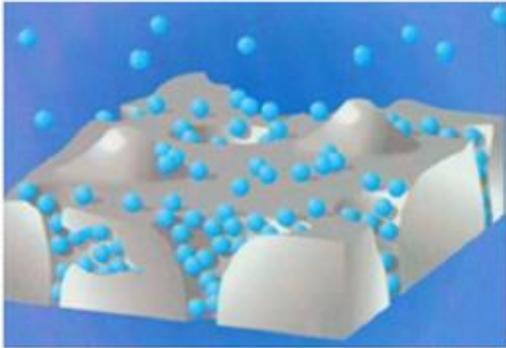
- Influência da reatividade (sítios livres para adsorção) e finura.



# Caracterização Física

## Parâmetros:

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

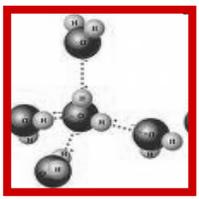




# Caracterização Física

## 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:

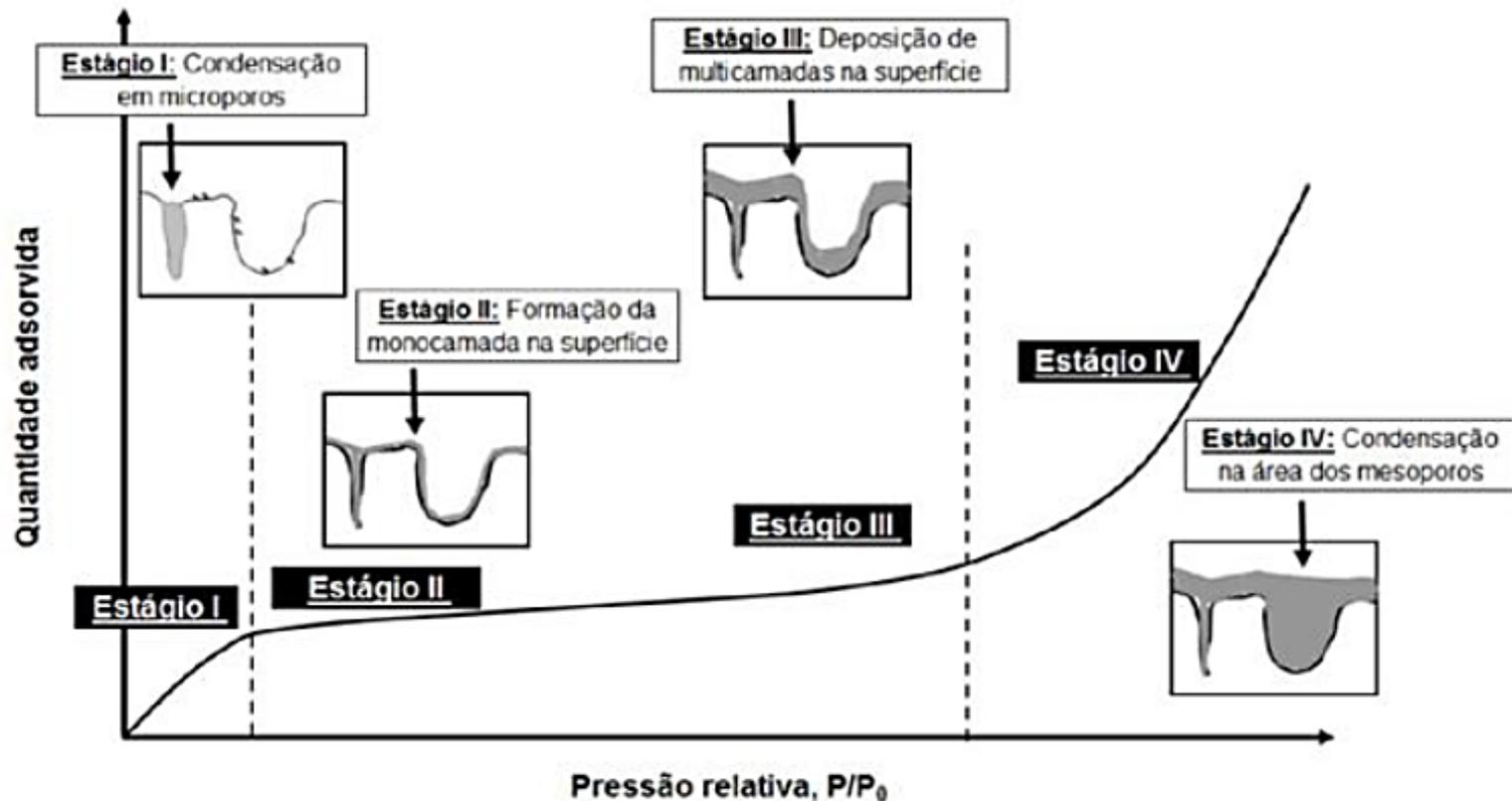
O gráfico da quantidade de gás adsorvido, a temperatura constante, contra a pressão de adsorção é chamado de isoterma de adsorção.

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

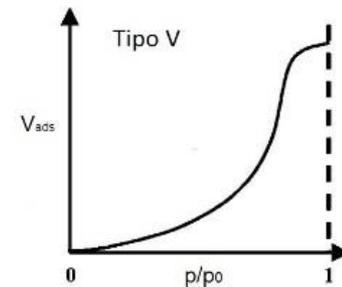
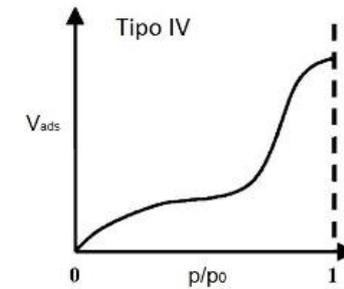
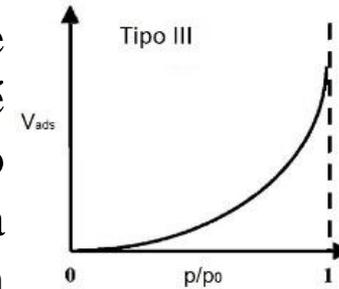
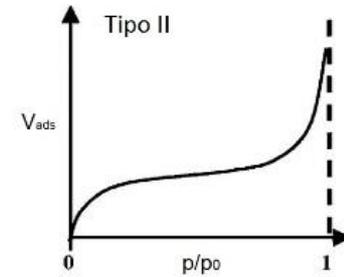
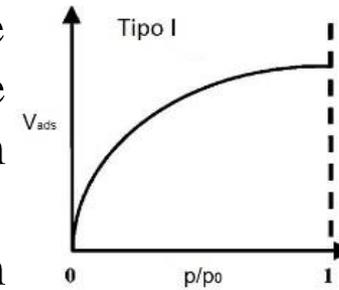
## Tipos de isoterma de adsorção física

**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.





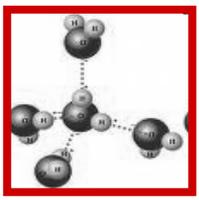
# Caracterização Física

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:

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

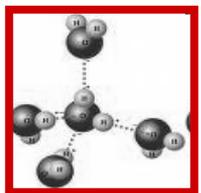
onde

ASE – área superficial específica, em massa ( $\text{m}^2/\text{kg}$ )

t – tempo, em s

$\rho$  – massa específica do material

$\eta$  – 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

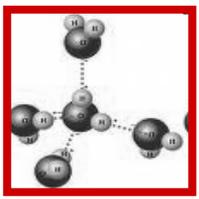
Primeira edição  
12.05.2015

Válida a partir de  
12.08.2015

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

$\varepsilon$  = porosidade da camada (adimensional)

$\rho$  = massa específica do material – “cimento” ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

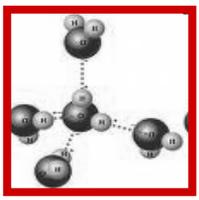
$k$  = constante do aparelho

$t$  = tempo em segundos

$\eta$  = 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 ( $\mu$ ) 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

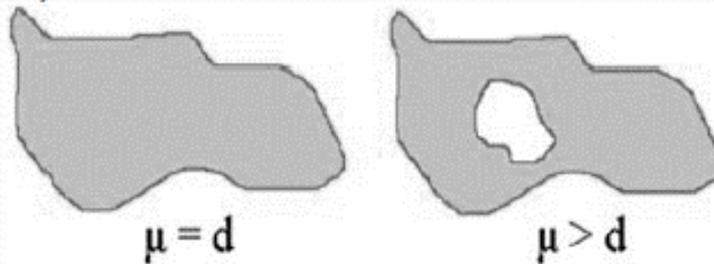
## Massa Específica

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  $\text{kg/m}^3$  ( $\text{g/cm}^3$  ou  $\text{kg/dm}^3$ ).



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

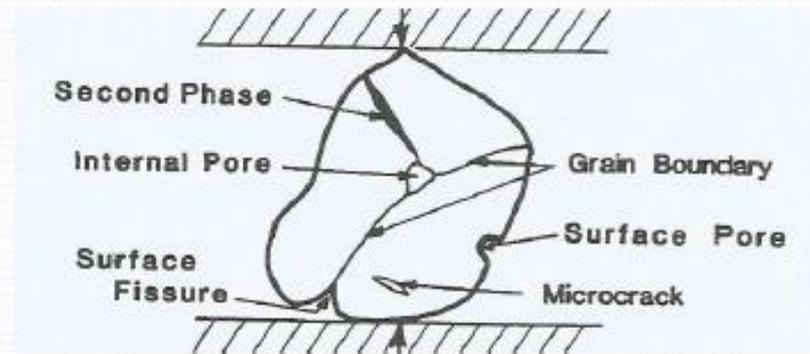
É importante ter clareza de que a massa específica é definida para uma substância e que a densidade é definida para um corpo.



# Caracterização Física

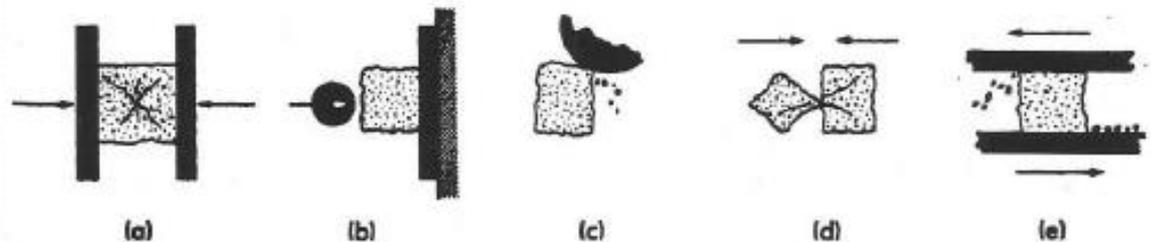
## Massa Específica Real ou Densidade Real

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:





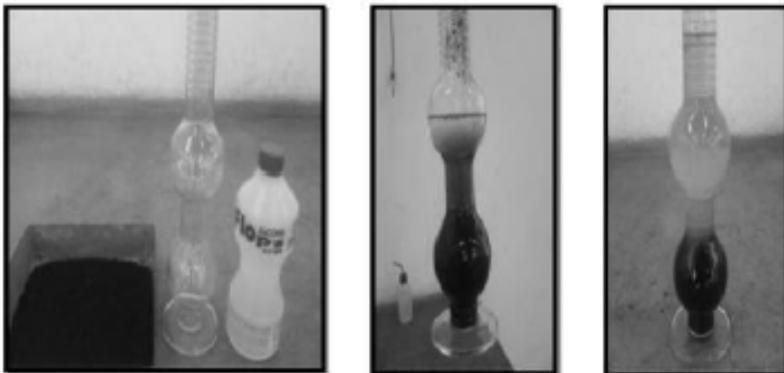
# Caracterização Física

## Ensaio da massa específica – Frasco Chapman

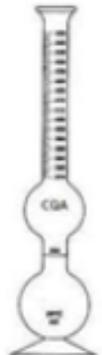
Exemplo: Agregado Miúdo

- 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.**



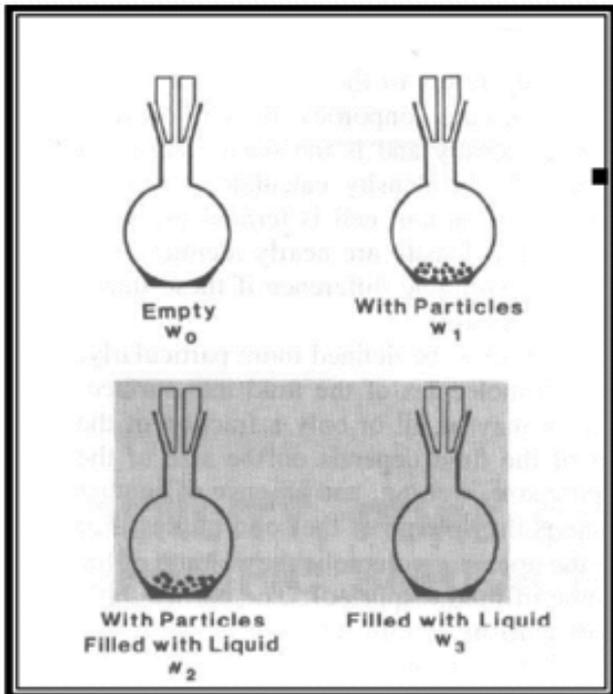


# Caracterização Física

## 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).

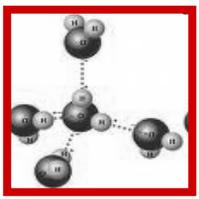
O picnómetro é uma vidraria especial esmerilhada, utilizada na picnometria que possui baixo coeficiente de dilatação. A água é utilizada como substância padrão na picnometria, à temperatura ambiente (24 °C).



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

Sendo:

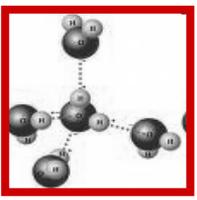
- $\rho_a$ : densidade aparente picnométrica
- $\rho_L$ : densidade do líquido
- $m_0$ : massa do picnómetro vazio
- $m_1$ : massa do picnómetro + sólido
- $m_2$ : massa do picnómetro + sólido + líquido
- $m_3$ : massa do picnómetro + líquido



# Caracterização Física

## Ensaio da massa específica – Picnometria a Hélio

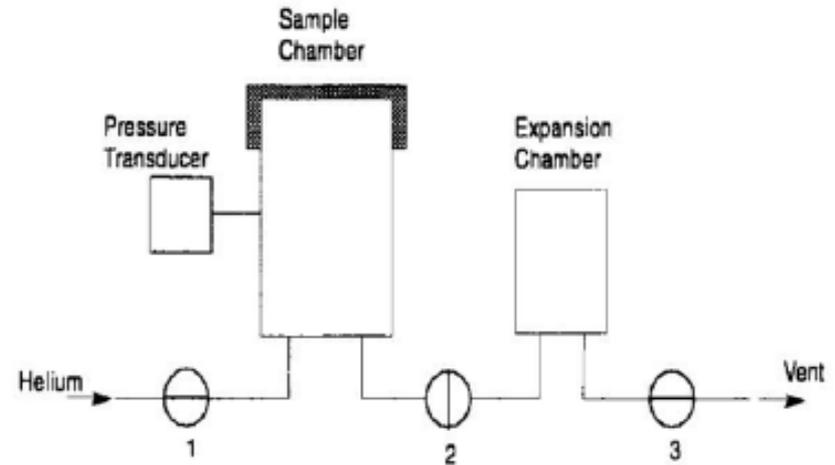
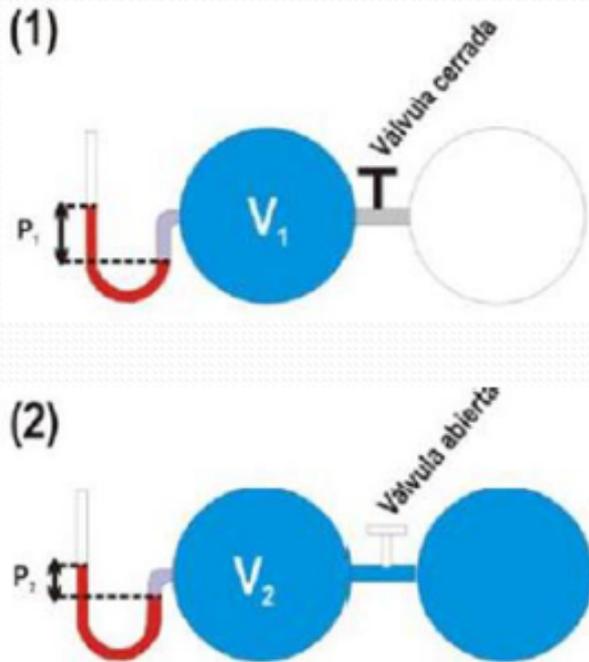
- O picnômetro de gás determina o volume verdadeiro de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de gás numa câmara de volume conhecido.
- É uma técnica que permite a determinação do volume ocupado por uma determinada quantidade de material, através da comparação da variação da pressão de 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

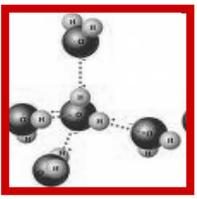
Ensaio da massa específica – Picnometria a Hélio

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.





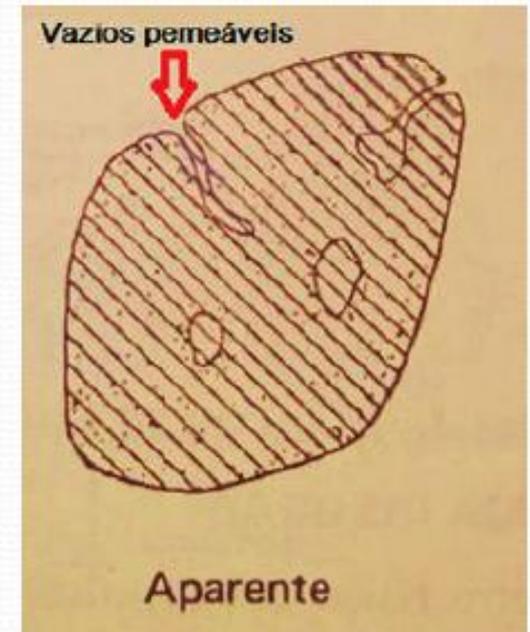
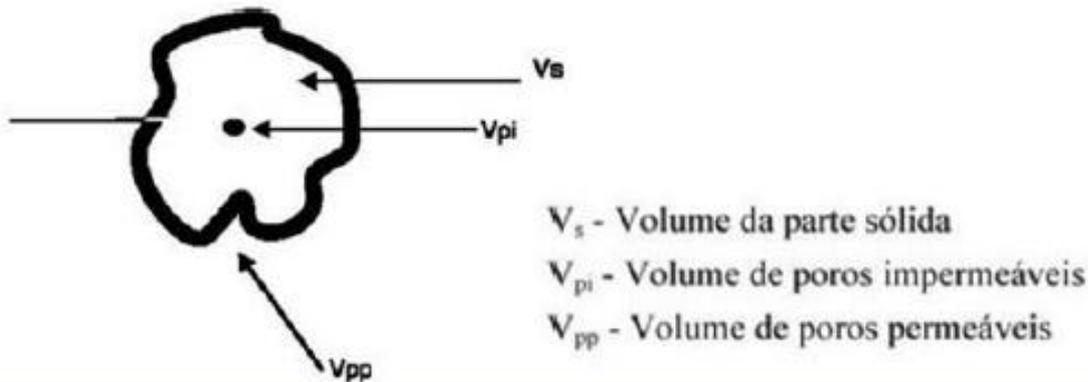
# Caracterização Física



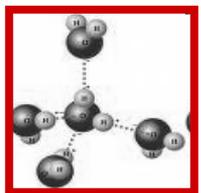
# Caracterização Física

## 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.



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



# 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 cm<sup>3</sup>.

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 cm<sup>3</sup>.

Massa 1.169,06 g

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

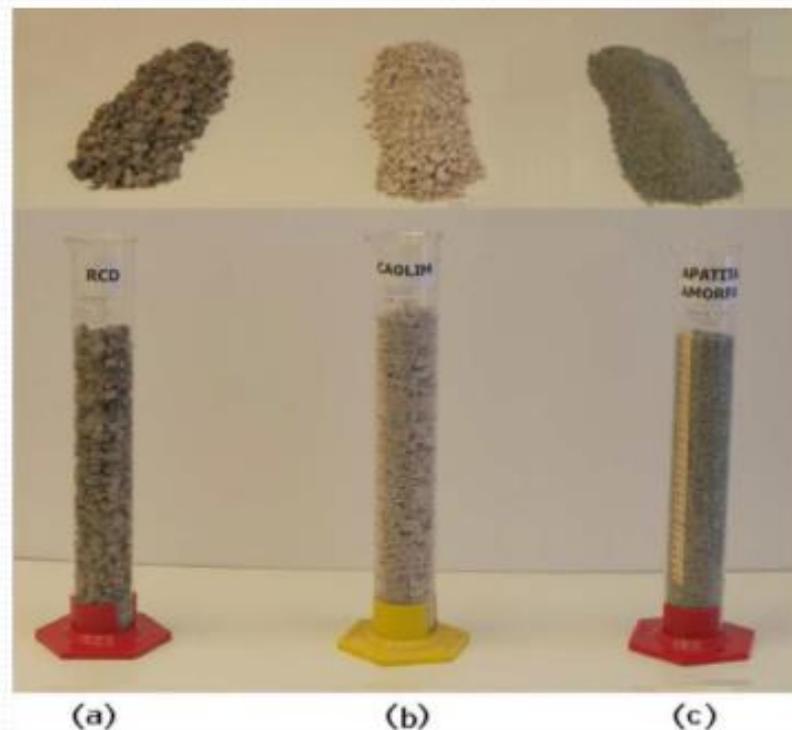
**c) Amostra de minério de fosfato**

Granulometria abaixo de 3,5 mm.

Volume 1.000 cm<sup>3</sup>.

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).

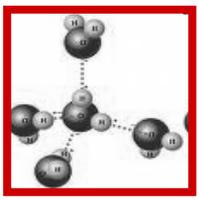
A técnica baseia-se:

- $M_S$ : 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  $\rho_L$  = 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

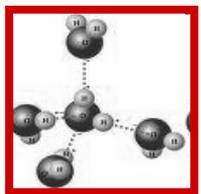
“Um corpo total ou parcialmente imerso em um fluido, recebe do fluido uma força vertical, dirigida para cima, cuja intensidade é igual do peso do fluido deslocado pelo fluido”.

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  $2750 \text{ kg/m}^3$ ), resulta em densidades aparentes de 450 a  $550 \text{ kg/m}^3$ .

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



# Caracterização Física

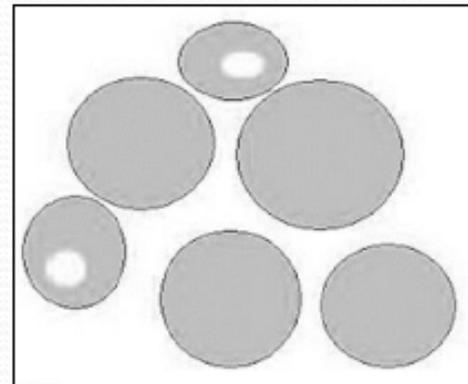
## Massa Unitária

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)





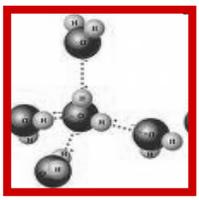
# Caracterização Física

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



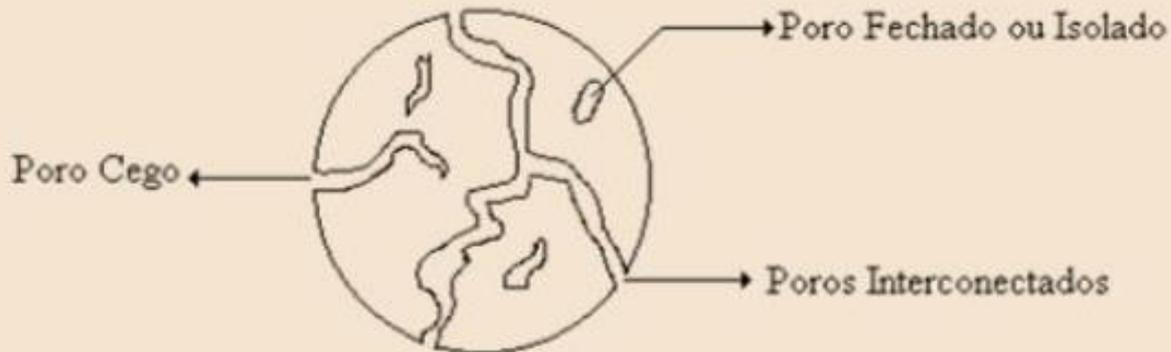
# Caracterização Física

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.

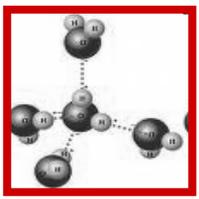
A porosidade pode variar desde próximo a zero (materiais altamente densificados, por exemplo, metais, rochas vulvânicas, cerâmicas especiais) até quase à unidade (filtros fibrosos, isolantes térmicos, *scaffolds*)



# 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.

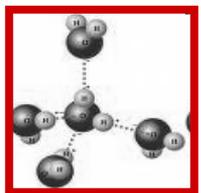
O raio do poro pode então ser relacionado à pressão necessária para preenchê-lo. Neste caso, o raio de intrusão ( $R_i$ ) é calculado a partir da pressão aplicada ( $P_{ap}$ ), supondo o poro cilíndrico, pela equação de Washburn:

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

onde:

$\gamma_{LV}$  : energia de interface mercúrio-ar

$\omega$  : ângulo de contato entre o mercúrio e a amostra.

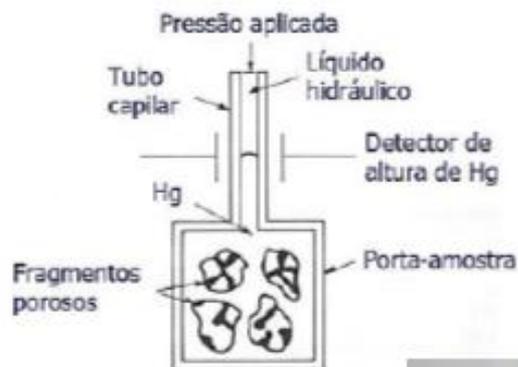
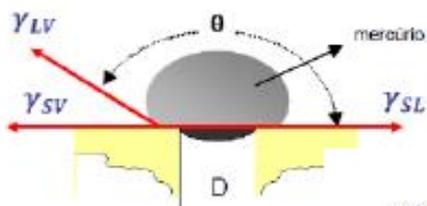


# Caracterização Física

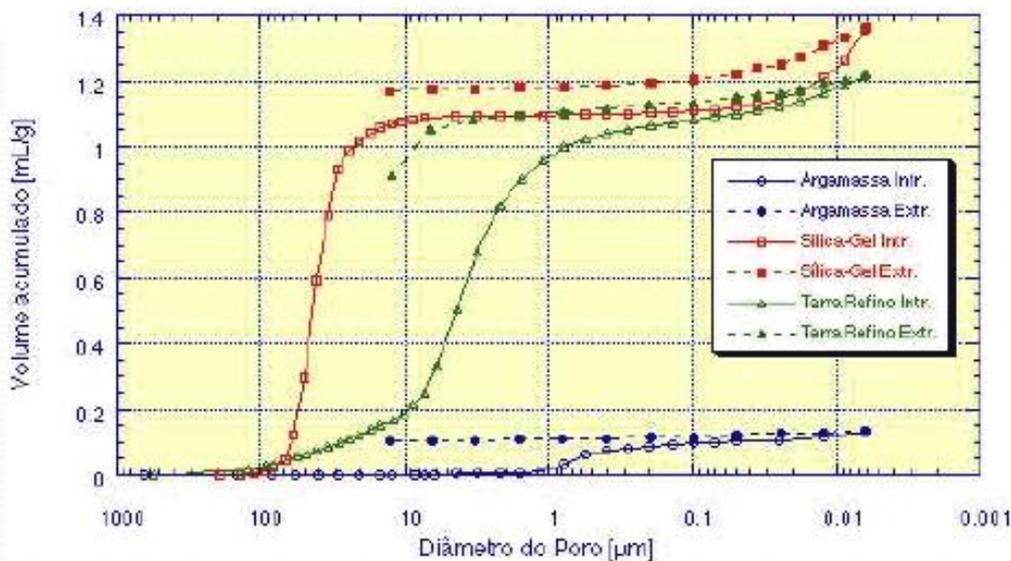
## Porosimetria de Mercúrio – Princípios Físicos da Técnica

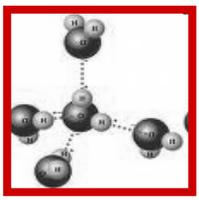
Hg utilizado como líquido de intrusão:

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



Distribuição de Poros de diferentes materiais





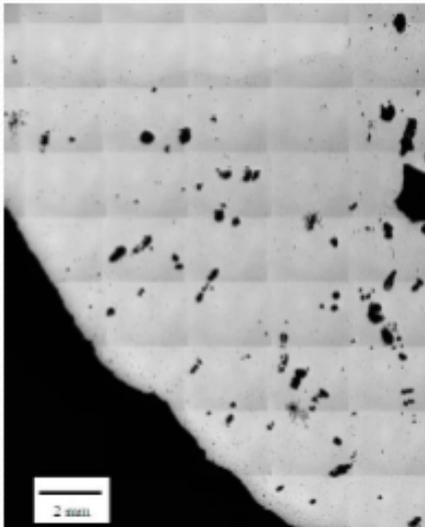
# Caracterização Física

## Porosidade por Imagens

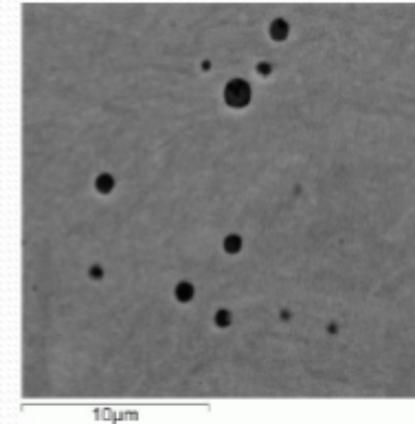
- Microscopia Óptica (MO)
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

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:

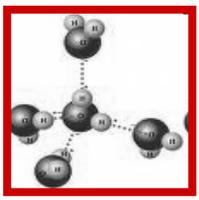
- Partícula = unidade discreta de uma porção de matéria com dimensões muito pequenas.
- Aglomerado = conjunto de partículas ligadas por forças fracas (eletrostáticas, Van der Waals).
- Agregado = conjunto de partículas ligadas por forças fortes (ligações primárias).
- Grânulos = conjunto de partículas 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.

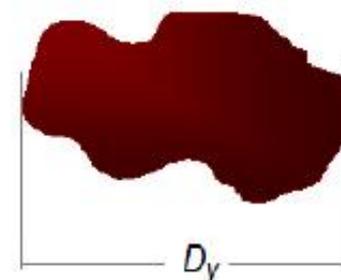
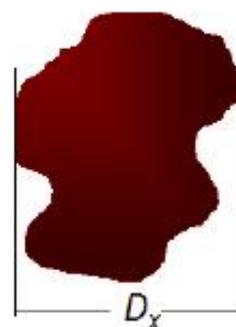
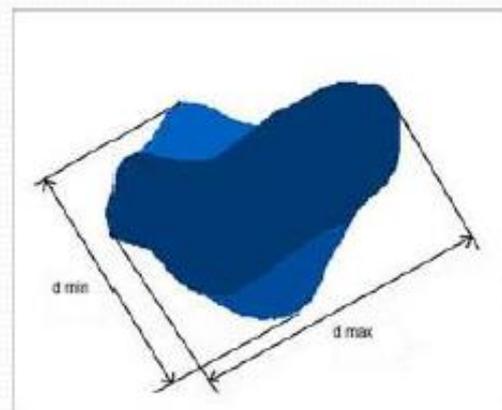


Diâmetro	Definição
Volumétrico ( $d_v$ )	Diâmetro da esfera com o mesmo volume que a partícula
Superficial ( $d_s$ )	Diâmetro da esfera com a mesma área superficial que a partícula
Peneira ( $d_p$ )	Tamanho equivalente da menor abertura através da qual a partícula passa
Stokes ( $d_{st}$ )	Diâmetro da 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 $\mu\text{m}$ ), partículas esféricas
Microscopia com análise de imagem	$d_a$	Número	Arranjo de partículas, amostragem

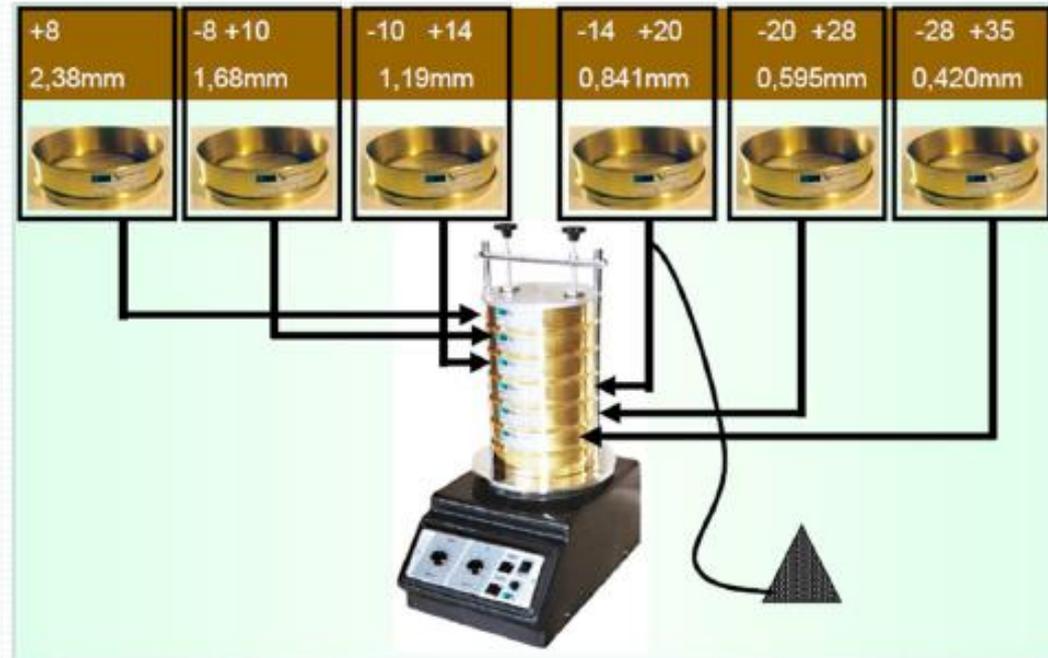


# Caracterização Física

## 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	1,68	0,0661
16		14	1,19	0,0469
20		20	0,84	0,0331
30		28	0,59	0,0232
40		35	0,42	0,0165
50		48	0,297	0,0117
70		65	0,210	0,0083
100		100	0,149	0,0059
140		150	0,105	0,0041
200		200	0,074	0,0029
270		270	0,053	0,0021
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.

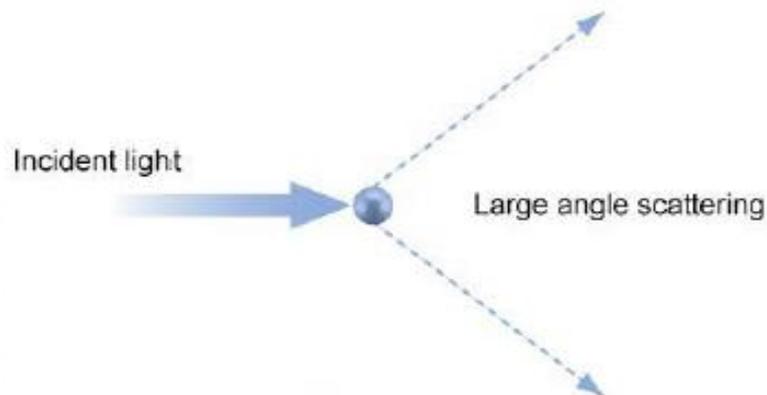


# Caracterização Física

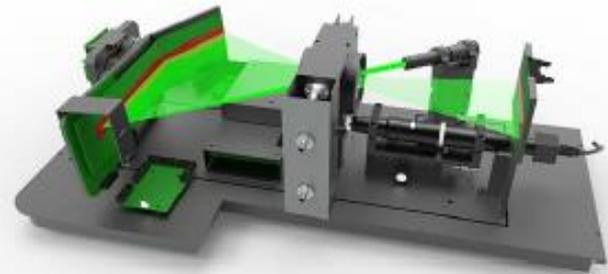
## Distribuição do Tamanho de Partículas

Difração a laser:

Analisa Tamanho e Distribuição de Partículas de 0.01  $\mu\text{m}$  a 3.500  $\mu\text{m}$ .



Espalhamento de luz de partículas pequenas e grandes.



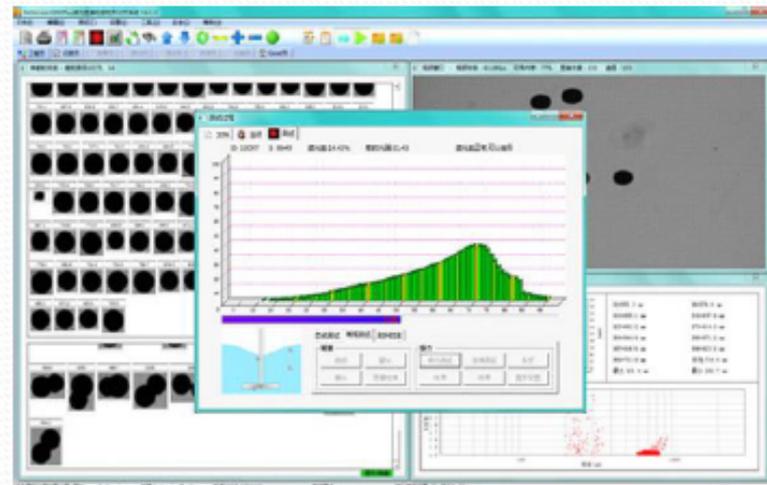


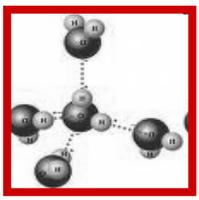
# Caracterização Física

## 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)
- $\rho_p$ : Densidade da partícula
- $\rho_L$ : Densidade do meio líquido
- $g$ : Constante gravitacional
- $\mu$ : Viscosidade do meio líquido





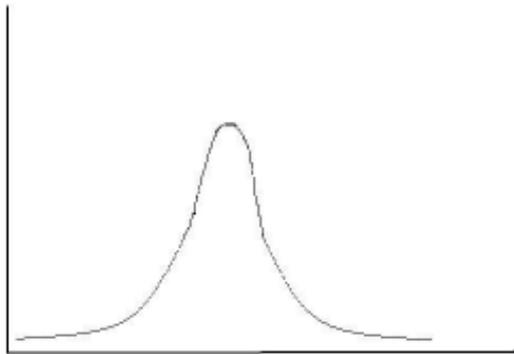
# Caracterização Física

## Distribuição do Tamanho de Partículas

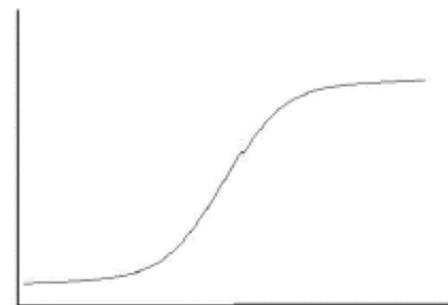
### Sedimentação:

- Equipamento Sedigraph: baseia-se na velocidade de sedimentação da(s) partícula(s) em meio líquido. Faixa de tamanho de partículas: 1 a 100  $\mu\text{m}$ .
- 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

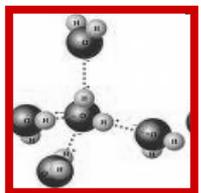
Sedimentação – Equipamento Sedigraph

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).

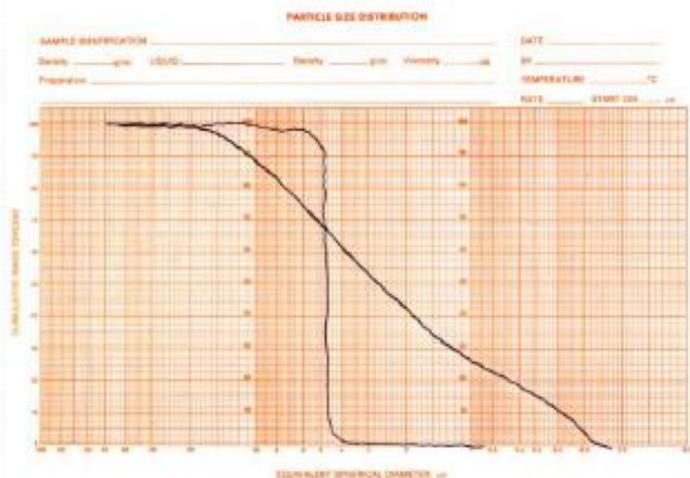
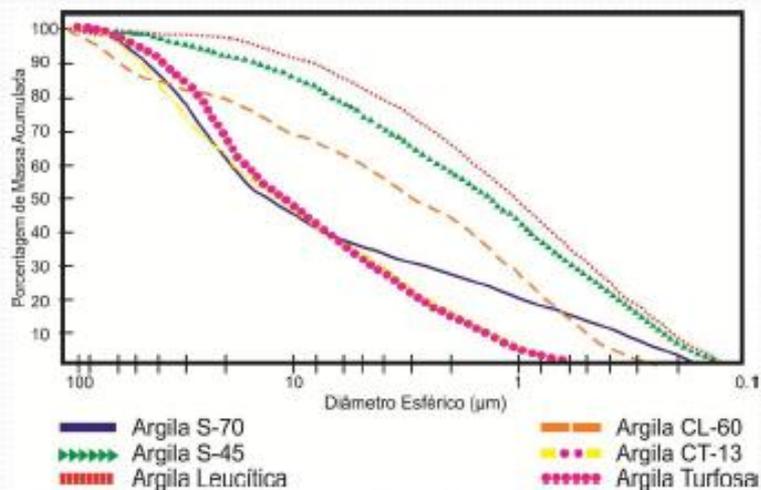
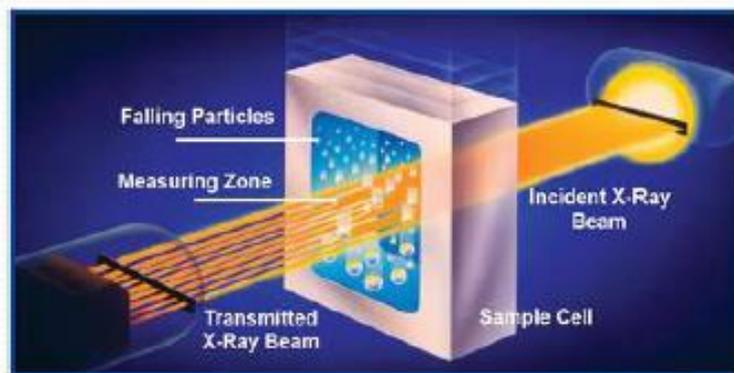
As transmitâncias assim obtidas se relacionam à concentração de partículas com o exato diâmetro correspondente à distância e ao tempo de queda em que foram medidas.



# Caracterização Física

## Distribuição do Tamanho de Partículas

### Sedimentação – Equipamento Sedigraph

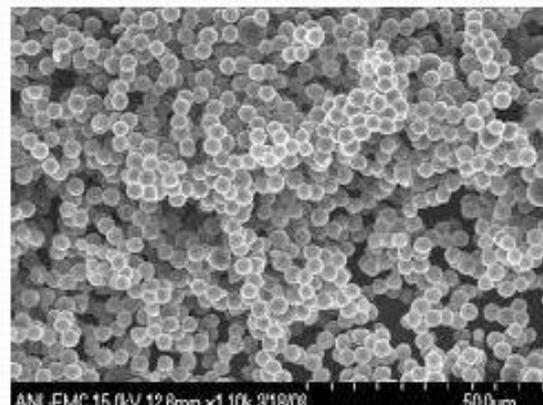
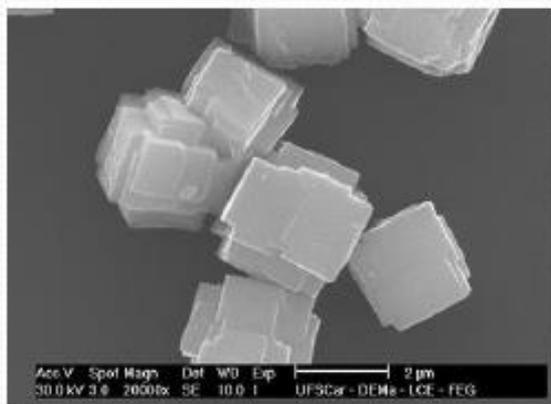
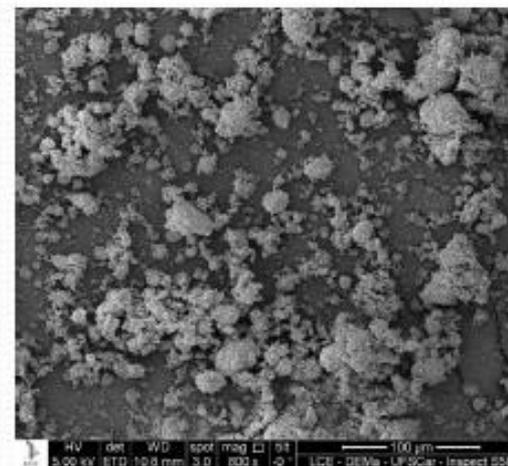
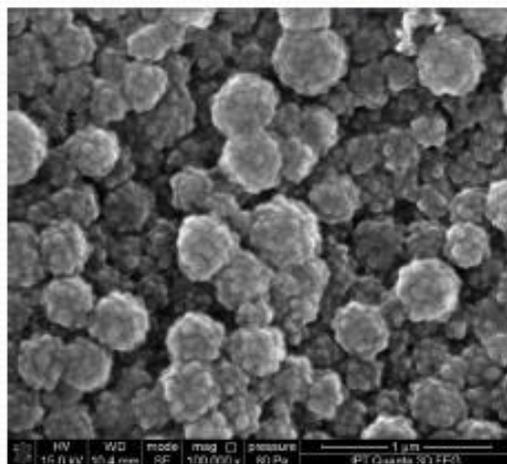




# Caracterização Física

## 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																					
Metals																					
Nonmetals																					
Semimetals																					
1	2																	103	104	105	106
3	4																	107	108	109	110
5	6																	111	112	113	114
7	8																	115	116	117	118
9	10																	119	120	121	122
11	12																	123	124	125	126
13	14																	127	128	129	130
15	16																	131	132	133	134
17	18																	135	136	137	138
19	20																	139	140	141	142
21	22																	143	144	145	146
23	24																	147	148	149	150
25	26																	151	152	153	154
27	28																	155	156	157	158
29	30																	159	160	161	162
31	32																	163	164	165	166
33	34																	167	168	169	170
35	36																	171	172	173	174
37	38																	175	176	177	178
39	40																	179	180	181	182
41	42																	183	184	185	186
43	44																	187	188	189	190
45	46																	191	192	193	194
47	48																	195	196	197	198
49	50																	199	200	201	202
51	52																	203	204	205	206
53	54																	207	208	209	210
55	56																	211	212	213	214
57	58																	215	216	217	218
59	60																	219	220	221	222
61	62																	223	224	225	226
63	64																	227	228	229	230
65	66																	231	232	233	234
67	68																	235	236	237	238
69	70																	239	240	241	242
71	72																	243	244	245	246
73	74																	247	248	249	250
75	76																	251	252	253	254
77	78																	255	256	257	258
79	80																	259	260	261	262
81	82																	263	264	265	266
83	84																	267	268	269	270
85	86																	271	272	273	274
87	88																	275	276	277	278
89	90																	279	280	281	282
91	92																	283	284	285	286
93	94																	287	288	289	290
95	96																	291	292	293	294
97	98																	295	296	297	298
99	100																	299	300	301	302
101	102																	303	304	305	306
103	104																	307	308	309	310
105	106																	311	312	313	314
107	108																	315	316	317	318
109	110																	319	320	321	322
111	112																	323	324	325	326
113	114																	327	328	329	330
115	116																	329	330	331	332
117	118																	331	332	333	334
119	120																	333	334	335	336
121	122																	335	336	337	338
123	124																	337	338	339	340
125	126																	339	340	341	342
127	128																	341	342	343	344
129	130																	343	344	345	346
131	132																	345	346	347	348
133	134																	347	348	349	350
135	136																	349	350	351	352
137	138																	351	352	353	354
139	140																	353	354	355	356
141	142																	355	356	357	358
143	144																	357	358	359	360
145	146																	359	360	361	362
147	148																	361	362	363	364
149	150																	363	364	365	366
151	152																	365	366	367	368
153	154																	367	368	369	370
155	156																	369	370	371	372
157	158																	371	372	373	374
159	160																	373	374	375	376
161	162																	375	376	377	378
163	164																	377	378	379	380
165	166																	379	380	381	382
167	168																	381	382	383	384
169	170																	383	384	385	386
171	172																	385	386	387	388
173	174																	387	388	389	390
175	176																	389	390	391	392
177	178																	391	392	393	394
179	180																	393	394	395	396
181	182																	395	396	397	398
183	184																	397	398	399	400
185	186																	399	400	401	402
187	188																	401	402	403	404
189	190																	403	404	405	406
191	192																	405	406	407	408
193	194																	407	408	409	410
195	196																	409	410	411	412
197	198																	411	412	413	414
199	200																	413	414	415	416
201	202																	415	416	417	418
203	204																	417	418	419	420
205	206																	419	420	421	422
207	208																	421	422	423	424
209	210																	423	424	425	426
211	212																	425	426	427	428
213	214																	427	428	429	430
215	216																	429	430	431	432
217	218																	431	432	433	434
219	220																	433	434	435	436
221	222																	435	436	437	438
223	224																	437	438	439	440
225	226																	439	440	441	442
227	228																	441	442	443	444
229	230																	443	444	445	446
231	232																	445	446	447	448
233	234																	447	448	449	450
235	236																	449	450	451	452
237	238																	451	452	453	454
239	240																	453	454	455	456
241	242																	455	456	457	458
243	244																	457	458	459	460
245	246																	459	460	461	462
247	248																	461	462	463	464
249	250																	463	464	465	466
251	252																	465	466	467	468
253	254																	467	468	469	470
255	256																	469	470	471	472
257	258																	471	472	473	474
259	260																	473	474	475	476
261	262																	475	476	477	478
263	264																	477	478	479	480
265	266																	479	480	481	482
267	268																	481	482	483	484
269	270																	483	484	485	486
271	272																	485	486	487	488
273	274																	487	488	489	490
275	276																	489	490	491	492
277	278																	491	492	493	494
279	280																	493	494	495	496
281	282																	495	496	497	498
283	284																	497	498	499	500
285	286																	499	500	501	502
287	288																	501	502	503	504
289	290																	503	504	505	506
291	292																	505	506	507	508
293	294																	507	508	509	510
295	296																	509	510	511	512
297	298																	511	512	513	514
299	300																	513	514	515	516
301	302																	515	516	517	518
303	304																	517	518	519	520
305	306																	519	520	521	522
307	308																	521	522	523	524
309	310																	523	524	525	526
311	312																	525	526	527	528
313	314																	527	528	529	530
315	316																	529	530	531	532
317	318																	531	532	533	534
319	320																	533	534	535	536
321	322																	535	536	537	538
323	324																	537	538	539	540
325	326																	539	540	541	542
327	328																	541	542	543	544
329	330																	543	544	545	546
331	332																	545	546	547	548
333	334																	547	548	549	550
335	336																	549	550	551	552
337	338																	551	552	553	554
339	340																	553	554	555	556
341	342																	555	556	557	558
343	344																	557	558	559	560
345	346																	559	560	561	562
347	348																	561	562	563	564
349	350																	563	564	565	566
351	352																	565	566	567	568
353	354																	567	568	569	570
355	356																	569	570	571	572
357	358																	571	572	573	574
359	360																	573	574	575	576
361	362																	575	576	577	578
363	364																	577	578	579	580
365	366																	579	580	581	582
367	368																	581	582	583	584
369	370																	583	584	585	586
371	372																	585	586	587	588
373	374																	587	588	589	590
375	376																	589	590	591	592
377	378																	591	592	593	594
379	380																	593	594	595	596
381	382																	595	596	597	598
383	384																	597	598	599	600
385	386																	599	600	601	602
387	388																	601	602	603	604
389	390																	603	604	605	606
391	392																	605	606	607	608
393	394																	607	608	609	610
395	396																	609	610	611	612
397	398																	611	612	613	614
399	400</																				