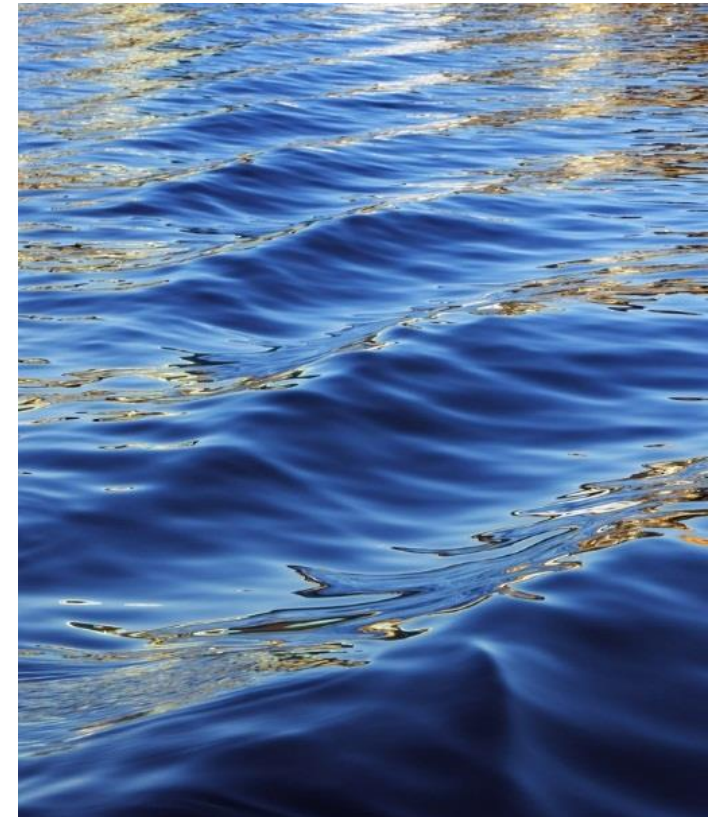


LOM3016 – Introdução à
Ciência dos Materiais



Aula 9 – Propriedades dos Materiais – Parte 1

Kelly Benini



Qual o objetivo dessa aula?



- Conhecer algumas das principais técnicas de caracterização dos materiais
- Saber quais propriedades podem ser obtidas a partir de cada técnica

Técnicas de Caracterização das Propriedades dos Materiais

Propriedades Mecânicas

- Tração
- Compressão
- Flexão

Propriedades Térmicas

- Termogravimetria (TGA)
- Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)
- Análise Dinâmico Mecânica (DMA)

Microscopia

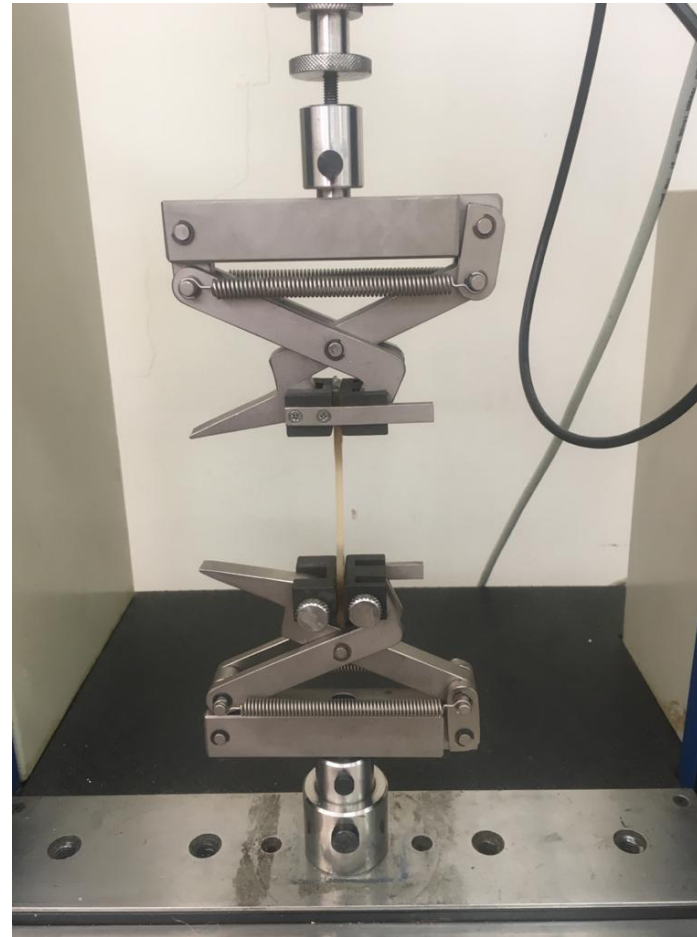
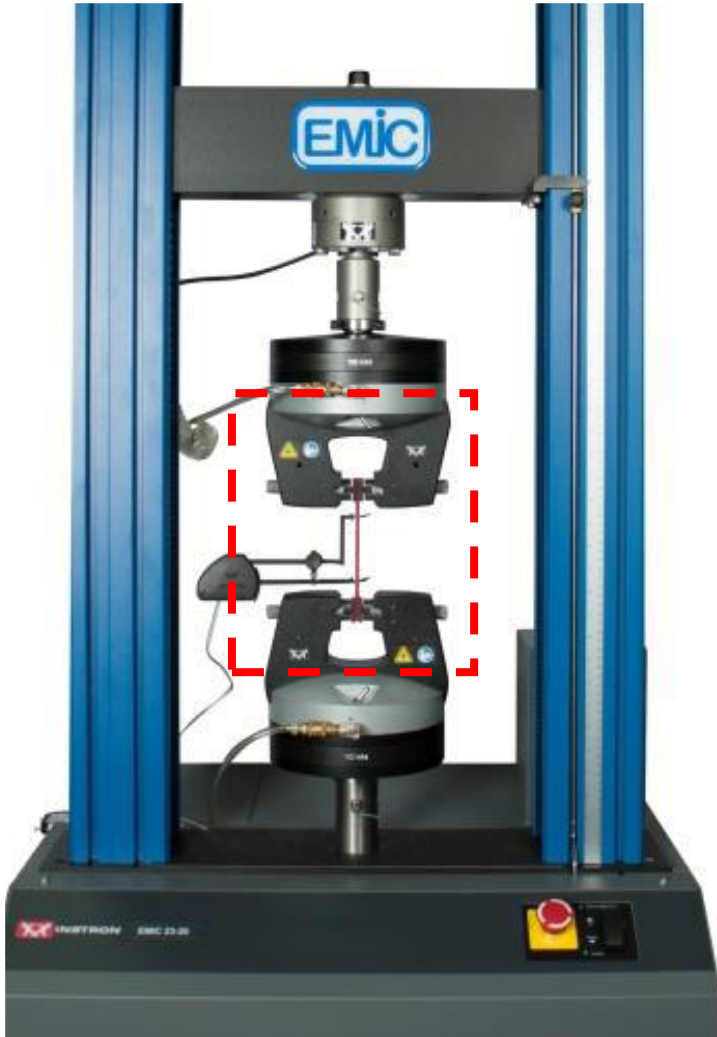
- Microscopia Óptica (MO)
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)
- Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Difração de raios – X (DRX)

Caracterização Mecânica

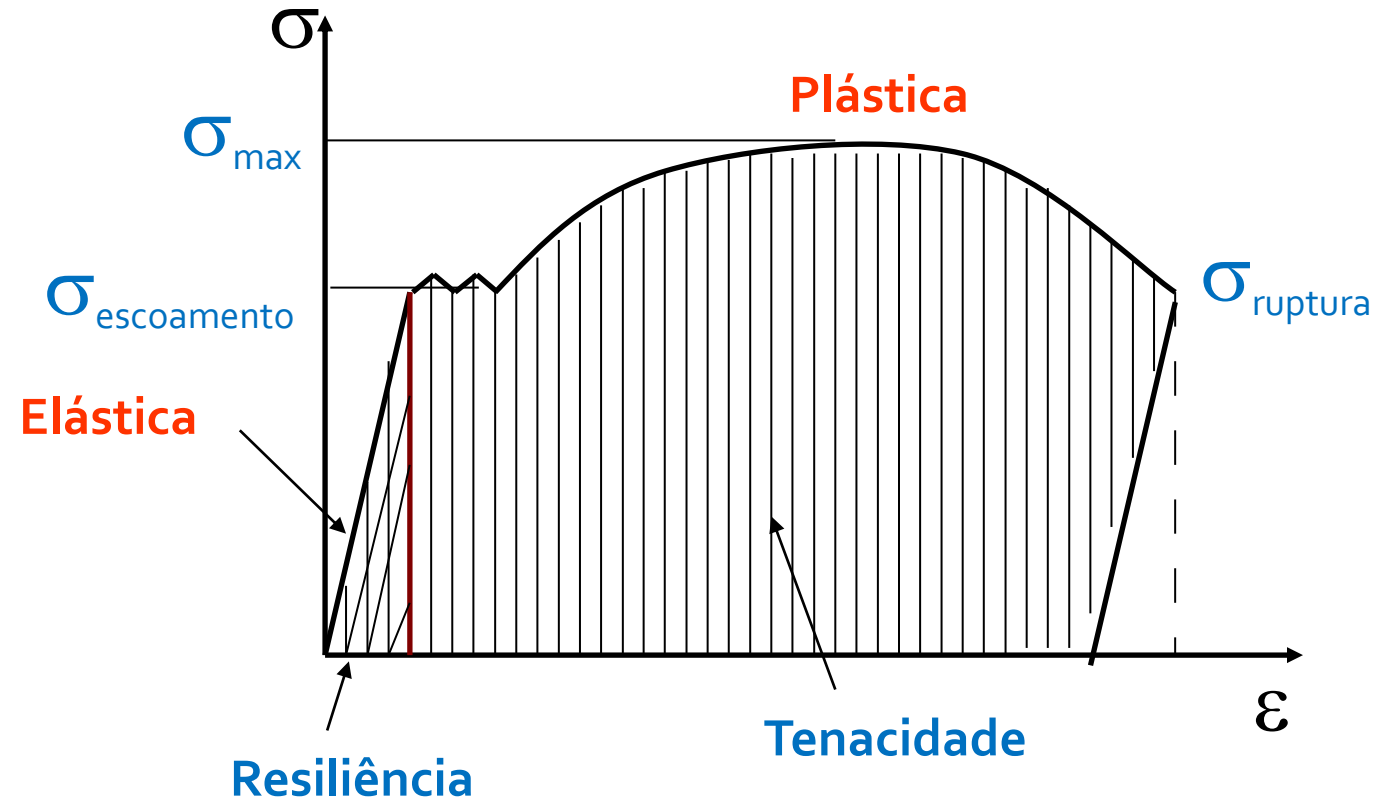
Tração, Compressão, Flexão

Metais e Polímeros



Caracterização Mecânica: Tração

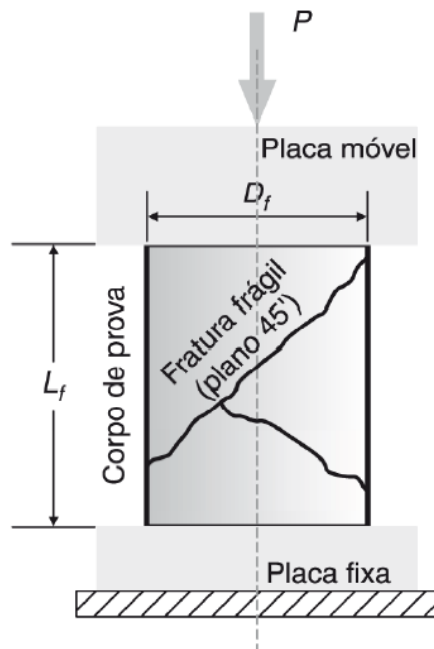
Tração, Compressão, Flexão



Caracterização Mecânica

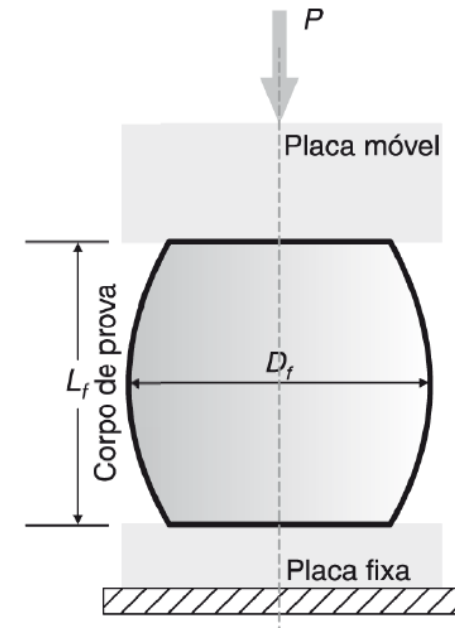
Tração, Compressão, Flexão

Condições do ensaio podem variar de acordo com a ductilidade ou fragilidade do material



As propriedades são medidas dentro da região plástica

- ✓ Tensão de ruptura (σ_{rup})
- ✓ Limite de resistência à compressão (σ_{max})



As propriedades são medidas apenas dentro da região elástica:

- ✓ Limite de proporcionalidade (σ_p)
- ✓ Limite de escoamento (ou 0,2% de deformação) (σ_e)
- ✓ Módulo de elasticidade (E)

Caracterização Mecânica

O ensaio de compressão é muito usado na construção civil, onde predominam os materiais frágeis como o concreto, o ferro fundido, a pedra e a madeira.



Ensaio de compressão em tijolos, lajotas e blocos



Ensaio de compressão em colunas de aço



Ensaio de compressão em garrafas pet

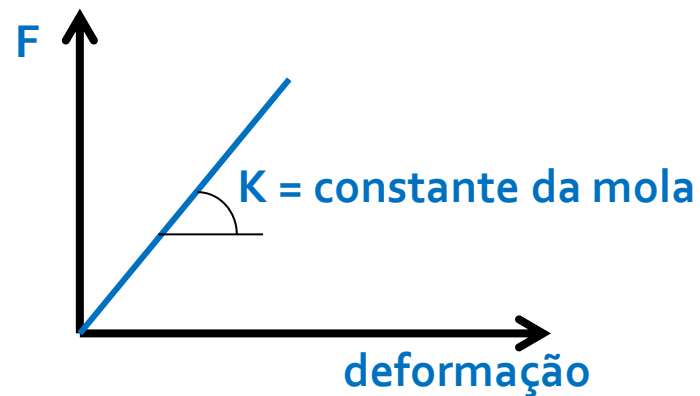
Caracterização Mecânica: Compressão

Tração, **Compressão**, Flexão e Cisalhamento

Produtos Acabados - Existem alguns ensaios específicos empregados para a verificação da ductilidade de produtos que sofrem o esforço de compressão durante o uso.



Ensaio de compressão em molas para verificação da constante elástica e da resistência



Ensaio de compressão em tubos (achatamento e amassamento)



Caracterização Mecânica

Tração, Compressão, Flexão



Flexão 3 pontos

✓ Indicado para materiais frágeis ou de elevada dureza, como:

- ✓ Ferro fundido;
- ✓ Aços ferramentas;
- ✓ Aços rápido;
- ✓ Cerâmicas estruturais;

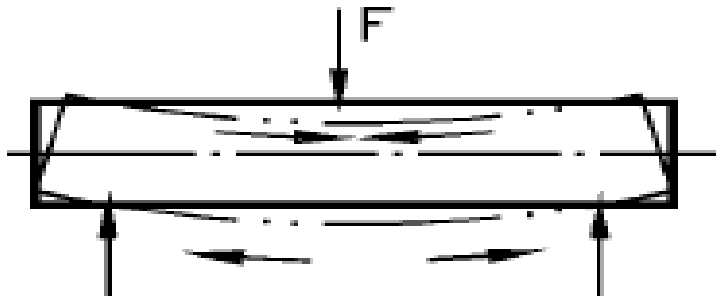
✓ Pois estes materiais apresentam baixa ductilidade o que não permite ou dificulta a utilização de outros ensaios mecânicos, como o ensaio de tração, por exemplo.

**Polímeros
Cerâmicas e Metais**

Caracterização Mecânica

Tração, Compressão, Flexão

Quando esta força provoca somente uma deformação elástica no material, dizemos que se trata de um esforço de Flexão.

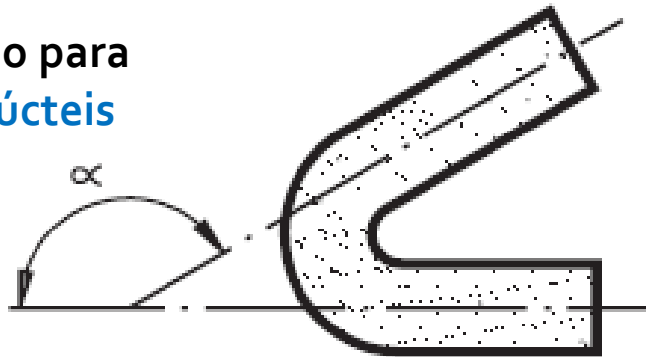


Mais utilizado para materiais **Duros e Frágeis**

- ✓ Resistência a flexão ou Módulo de Ruptura (σ_f)
- ✓ Deformação elástica ou Flecha (f)
- ✓ Módulo de elasticidade (E_f)

Quando produz uma deformação plástica, temos um esforço de Dobramento.

Mais utilizado para materiais **Dúcteis**



- ✓ O raio mínimo em que o material pode ser dobrado sem que ocorra a ruptura;
- ✓ O retorno elástico do dobramento após a retirada da carga;
- ✓ A formação de defeitos na região dobrada.

Técnicas de Caracterização das Propriedades dos Materiais

Propriedades Mecânicas

- Tração
- Compressão
- Flexão

Propriedades Térmicas

- Termogravimetria (TGA)
- Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)
- Análise Dinâmico Mecânica (DMA)

Microscopia

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

Difração de raios – X (DRX)

Propriedades Térmicas

- ✓ O **calor** retirado ou fornecido **provoca mudanças** que podem ser úteis e industrialmente importantes, assim como, podem provocar a deterioração e queima, não sendo desejável.
- ✓ O conhecimento das propriedades térmicas pode melhorar os processos **de moldagem, transporte, conservação** e até as aplicações dos materiais.
 - ✓ No caso de decomposição (**degradação**) é útil saber quais são os produtos voláteis e os resíduos gerados, em relação à sua ação biológica ou ambiental.
- ✓ Quando uma amostra é aquecida ,podem ocorrer **mudanças químicas ou físicas** em sua estrutura, dependendo se o calor térmico é menor ou maior que as energias de suas ligações.

Caracterização Térmica



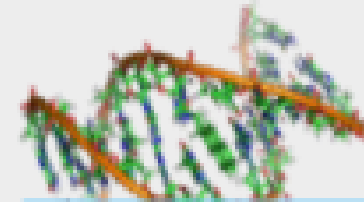
Farmacêutica e Cosméticos

- Temperatura de fusão
- Temperatura de cristalização
- Entalpias de fusão e cristalização
- Polimorfismo
- Estabilidade
- Compatibilidade
- Conteúdo de umidade
- Pureza
- Empacotamento
- Estudo de cristalinidade e fase amorfa
- Análise de revestimento (cápsulas)
- Velocidade de análises (HyperDSC)



Polímeros / Borracha / Química

- Fusão
- Grau de cristalinidade
- Transição vítrea
- Condições de processamento
- Cura
- Estabilidade oxidativa (OIT)
- Cristalização isotérmica
- Calor específico
- Estudos cinéticos
- Conteúdo de voláteis/umidade
- Análise de componentes
- Combustão/Pirólise
- Amolecimento
- Resistência e módulo do material
- Expansão e contração



Ciências da vida

- Fusão de proteínas
- Denaturação de proteínas
- Caracterização da liofilização de proteínas
- Calor metabólico

Caracterização Térmica

Método	Propriedade Medida	Abreviatura
Termogravimetria	massa	TGA
Análise Térmica Diferencial	Diferença de temperatura entre a amostra e a referência	DTA
Calorimetria Exploratória Diferencial ou varredura	Diferença de energia entre a amostra e a referência	DSC
Análise Termomecânica	Variações nas dimensões	TMA
Análise Dinâmico-mecânica	Propriedades viscoelásticas	DMA

Termogravimetria (TGA)

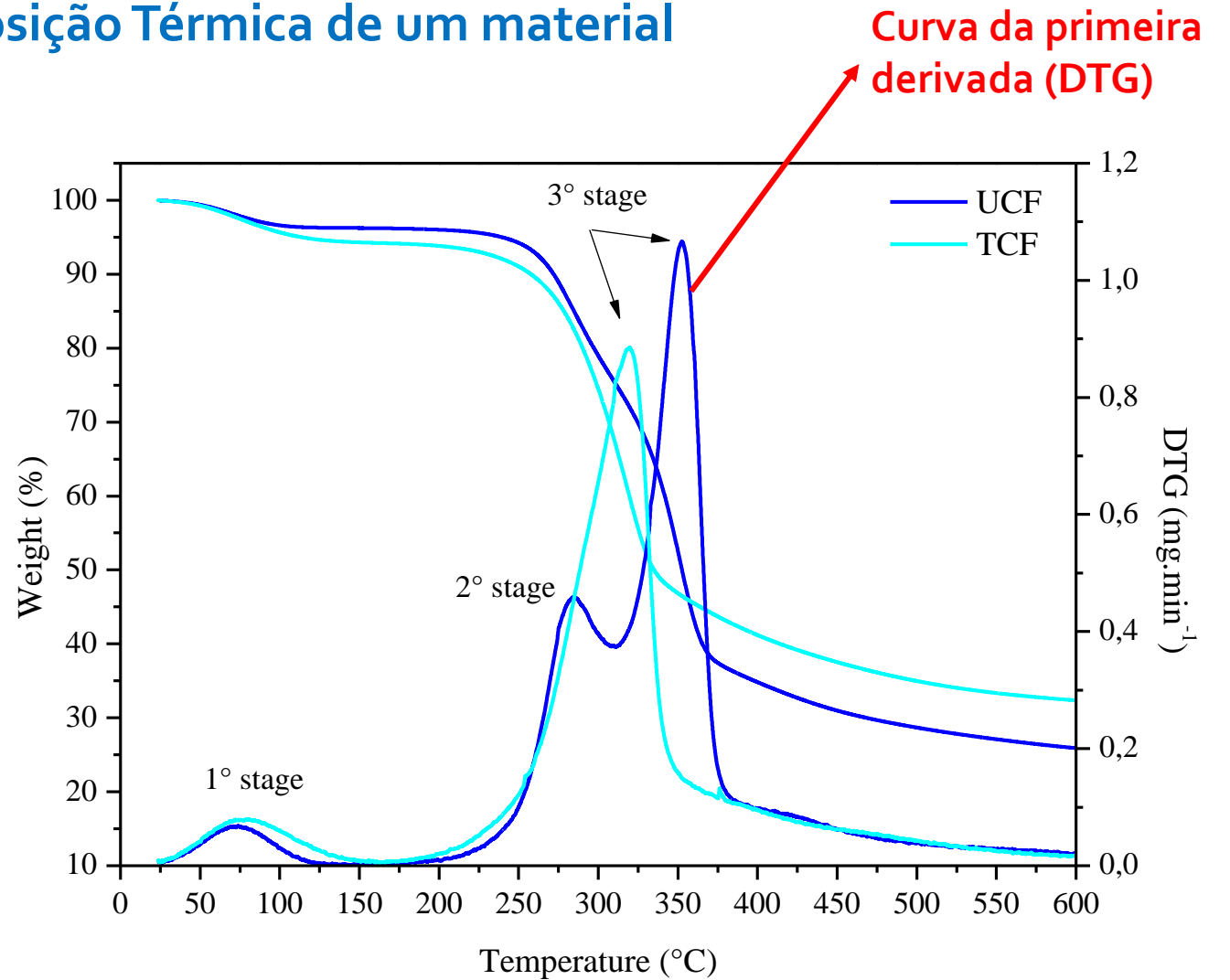
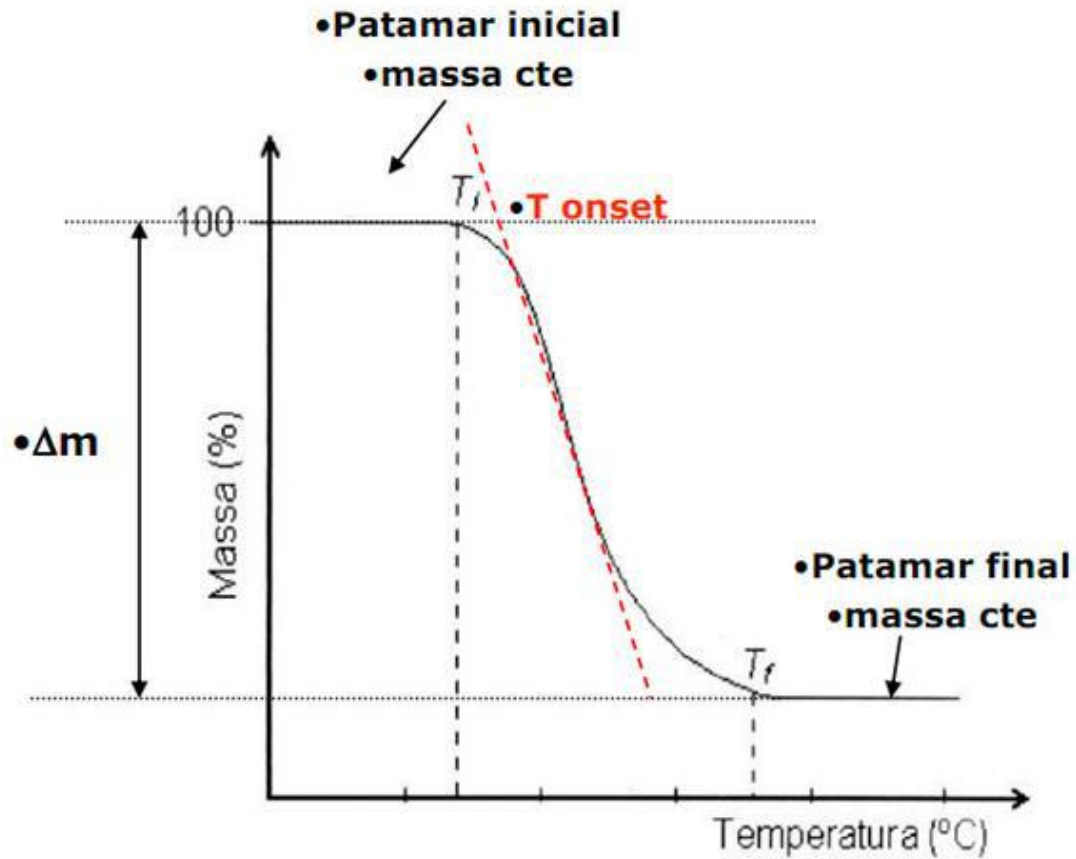
Técnica da análise térmica na qual a variação da massa da amostra (perda ou ganho) é determinada em função da temperatura e/ou tempo, enquanto a amostra é submetida a uma programação controlada de temperatura.



"Esta técnica possibilita conhecer as alterações que o aquecimento pode provocar na massa de substâncias, permitindo estabelecer a faixa de temperatura em que elas adquirem composição química fixa, definida e constante, a temperatura em que começam a decompor, acompanhar o andamento de reações de desidratação (perda de umidade), oxidação, combustão, decomposição, etc."
(Canevaloro, S. "Técnicas de Caracterização de Polímeros", Artliber Editora, 2004).

Termogravimetria (TGA)

Curvas de decomposição Térmica de um material



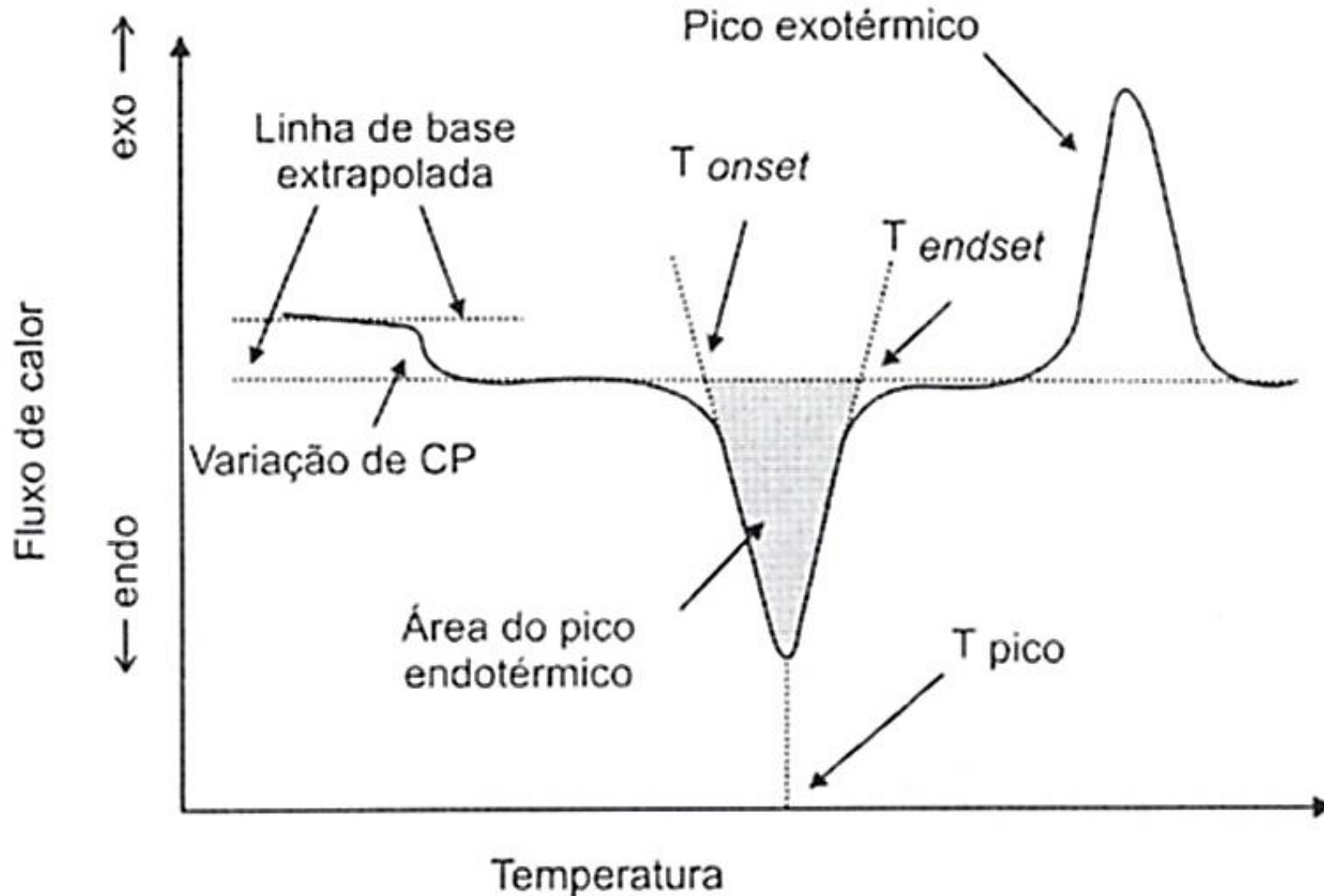
Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Um **calorímetro exploratório diferencial (DSC)** mede a **quantidade de energia (calor)** absorvido ou liberado por uma amostra quando submetida a um programa de aquecimento, resfriamento ou mantida a temperatura constante (isoterma).



Dra. Michelle Leali Costa (Fonte: www.analises termicas.com.br)

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)



Eventos Endotérmicos

- Fusão
- Sublimação
- Reações Químicas
- Transições sólido-sólido

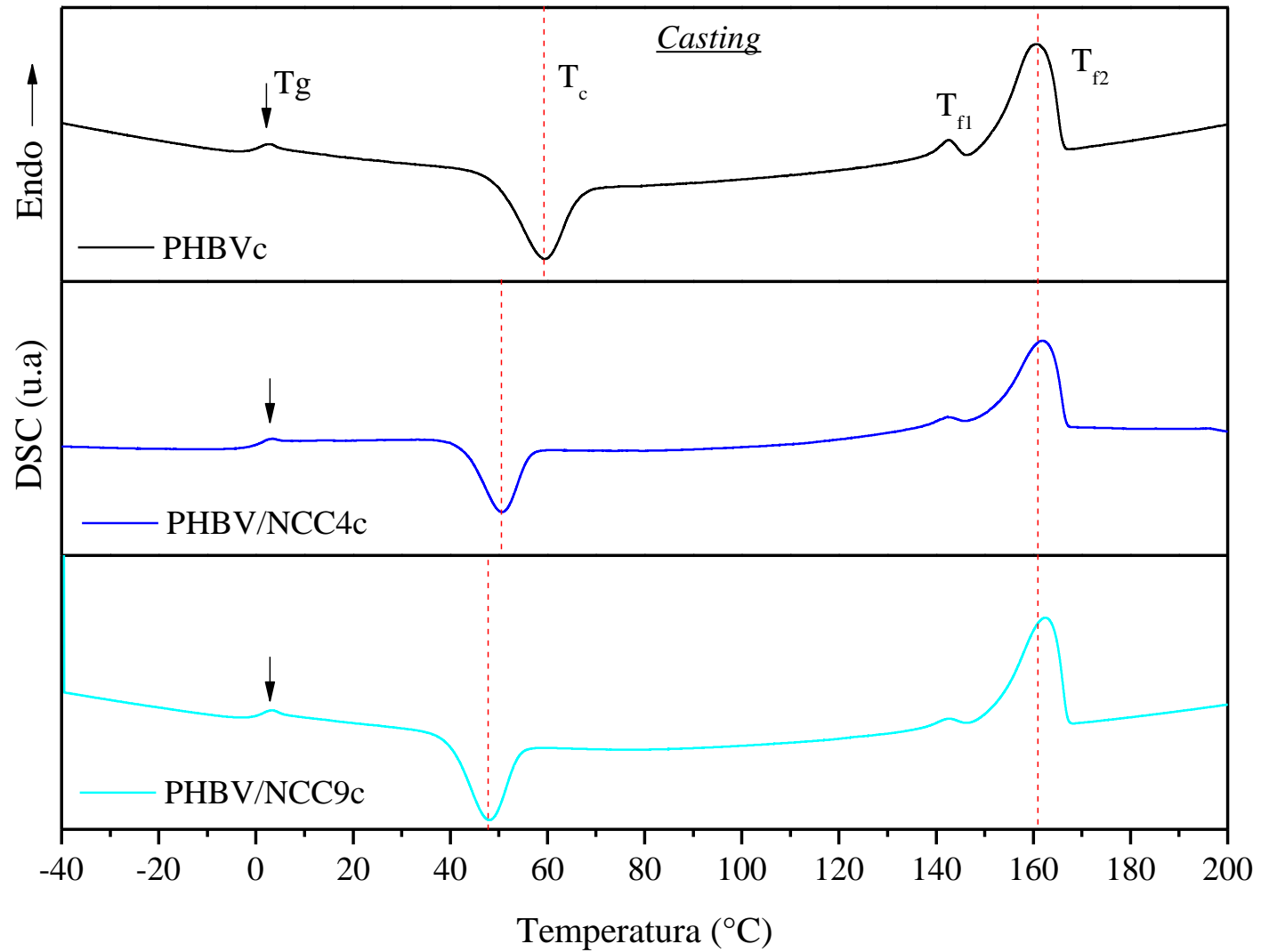
Eventos Exotérmicos

- Cristalização
- Transições sólido-sólido
- Decomposição
- Reações Químicas

Variações da linha base

- Transição Vítre
- Relaxação de Tensão

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)



Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

- ✓ A análise dinâmico-mecânica consiste, de modo geral, em se **aplicar uma tensão ou deformação mecânica oscilatória**, normalmente senoidal, de baixa amplitude a um sólido ou líquido viscoso, **medindo-se a deformação sofrida por este ou a tensão resultante**, respectivamente, sob variação de frequência ou de temperatura.
- ✓ A análise dinâmico-mecânica (DMA) ou análise termodinâmico mecânica (DMTA) tem como um dos principais objetivos relacionar as propriedades macroscópicas, tais como as propriedades mecânicas, às relaxações moleculares associadas a mudanças conformacionais e a deformações microscópicas geradas a partir de rearranjos moleculares.

Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Polímeros/ Borracha /Química

- processabilidade
- Desempenho do produto
- Estrutura (MW; MWD)
- Efeito de cargas
- Fluxo do fundido
- envelhecimento
- Propriedades viscoelásticas
- Viscosidade mínima
- Ponto de gel
- Cura
- Densidade de ligações cruzadas
- Reprodutibilidade de processamento
- Tack de adesivos
- Aplicação de tintas
- Espessura
- Estabilidade



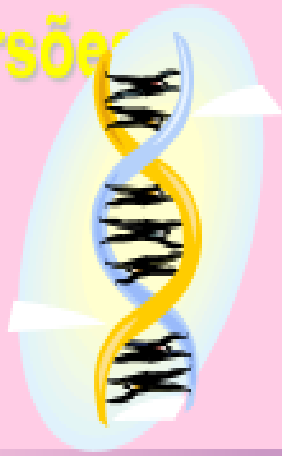
Farmacêutica

- estabilidade
- Separação de fase
- aplicabilidade
- gelificação
- processabilidade



Alimentos, pastas, géis e dispersões

- estabilidade
- sedimentação
- Separação de fase
- Consistência do produto; textura
- estocagem



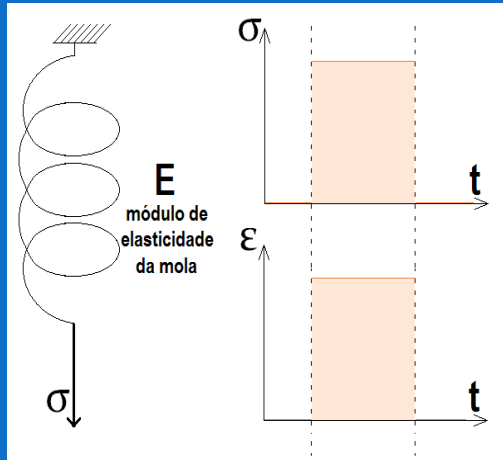
Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Polímeros são **Materiais VISCOELÁSTICOS**

Comportamento de sólido elástico (mola) + Líquido viscoso (amortecedor)

Fração elástica:
Representado por uma
mola

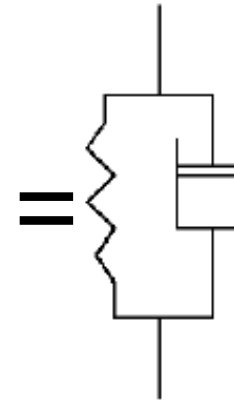
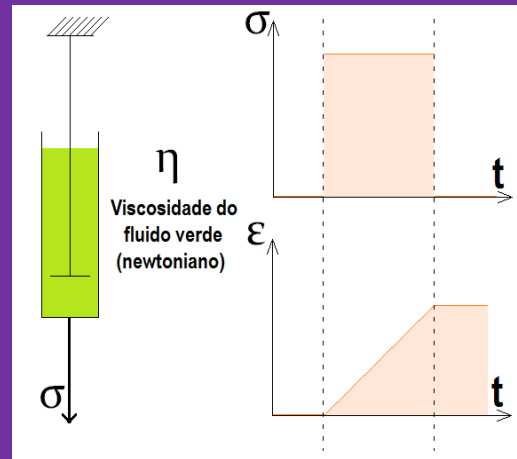
$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$



+

Fração viscosa:
Representada por um
amortecedor

$$\sigma = \eta \cdot d\varepsilon/dt$$



$$\sigma = E\varepsilon + \eta \frac{d\varepsilon}{dt}$$

Propriedades
Mecânicas
dependem do tempo
(Ex. : taxa
deformação)

Tempo de relaxação
das macromoléculas

Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Aplicação de deformação cíclica (senoidal) no material :

Resposta do material :

Material Elástico :
 $\sigma = \sigma_0 \text{sen}(\omega t)$

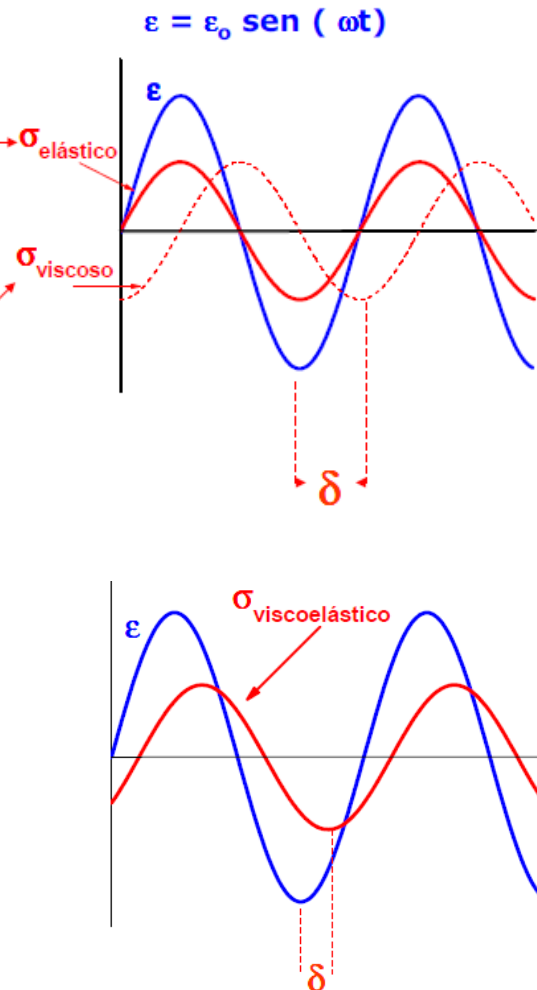
Em fase com ϵ

Material Viscoso :
 $\sigma = \sigma_0 \text{sen}(\omega t + \pi/2)$

90° fora de fase com ϵ

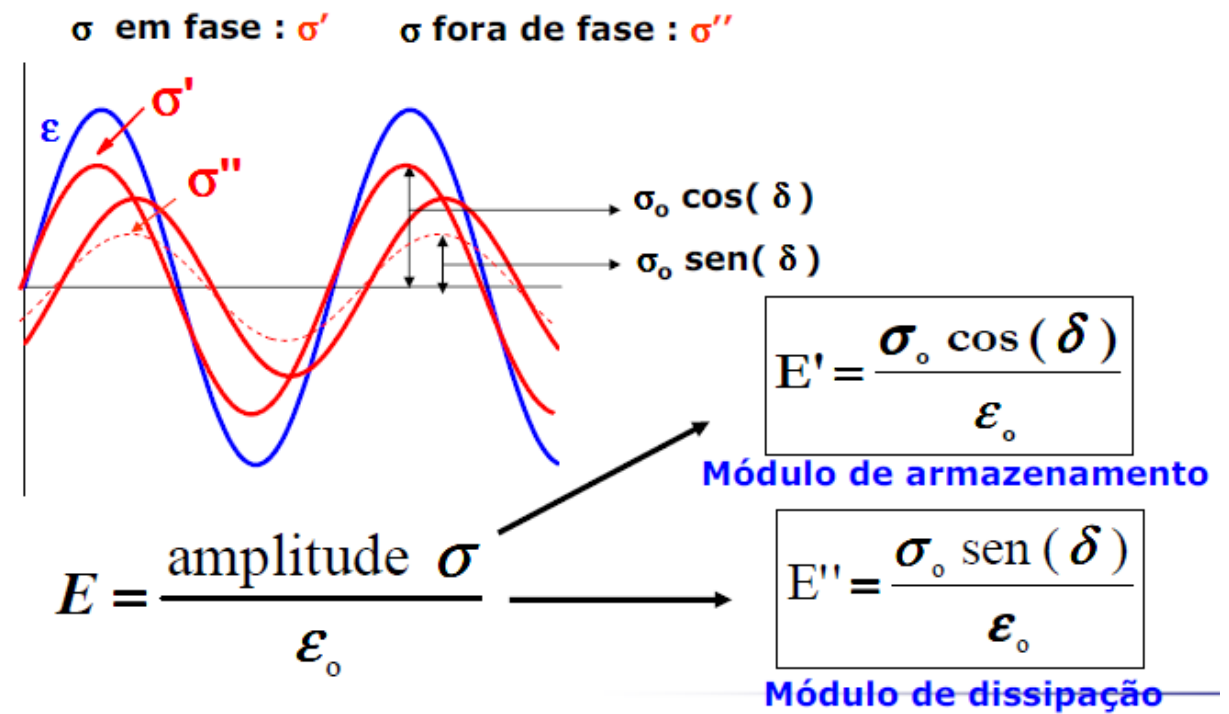
Material Viscoelástico
 (POLÍMERO):
 $\sigma = \sigma_0 \text{sen}(\omega t + \delta)$

$0 < \delta < 90^\circ$



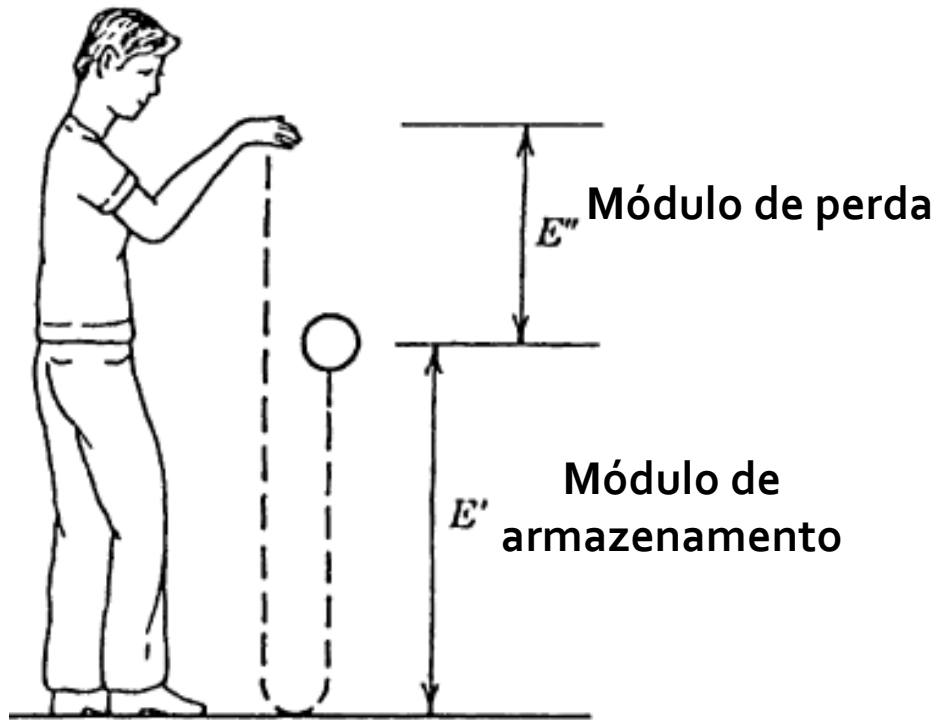
$$\sigma = \sigma_0 \text{sen}(\omega t + \delta)$$

$$\sigma = \underbrace{\sigma_0 \text{sen}(\omega t) \cos(\delta)}_{\sigma \text{ em fase : } \sigma'} + \underbrace{\sigma_0 \cos(\omega t) \text{sen}(\delta)}_{\sigma \text{ fora de fase : } \sigma''}$$



Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Comportamento Viscoelástico



$$\frac{E''}{E'} = \frac{(\sigma_0 \sin(\delta)) / \epsilon_0}{(\sigma_0 \cos(\delta)) / \epsilon_0} = \tan \delta$$

Amortecimento ou
Atrito interno ou
Tangente de perda

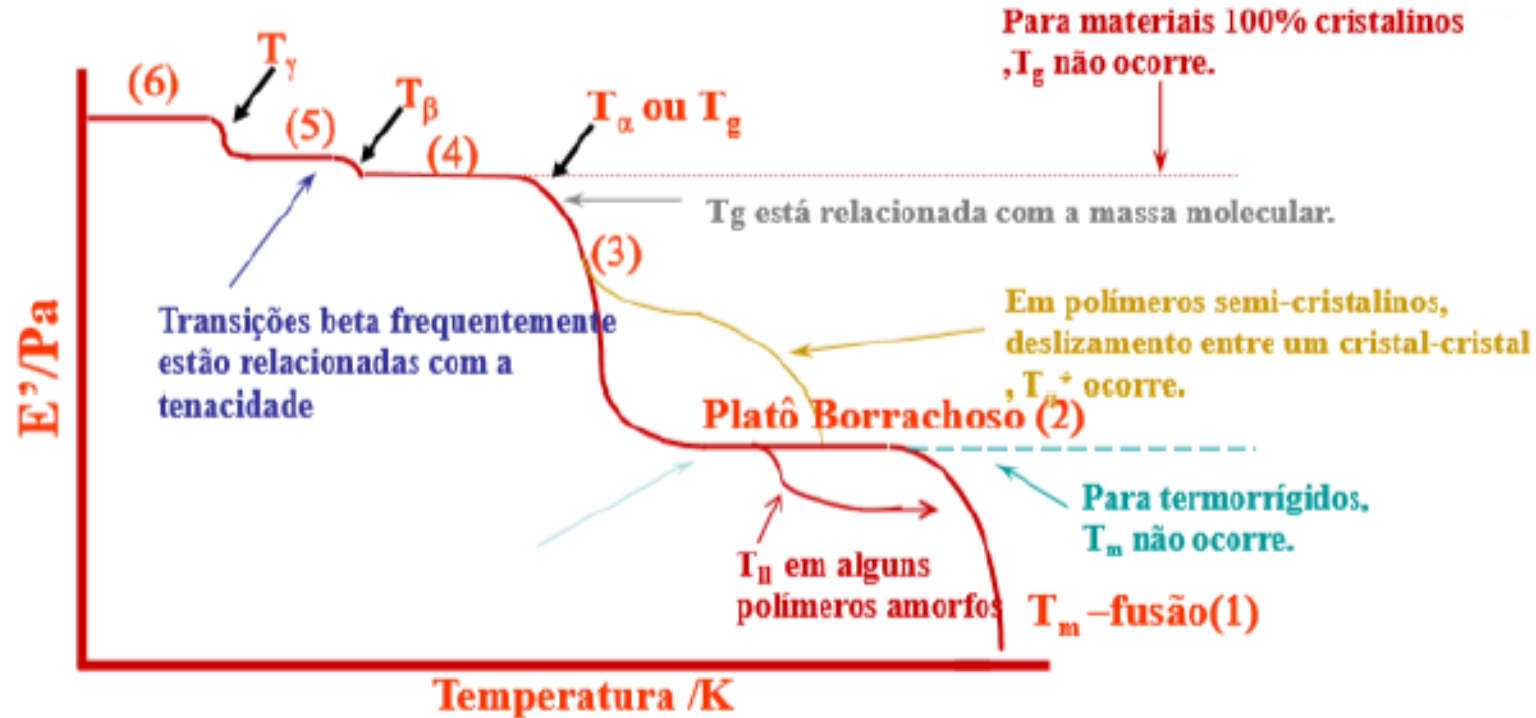


Proporcional à razão entre: energia
dissipada e armazenada por ciclo
de deformação

Armazenamento e dissipação
de energia mecânica

Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

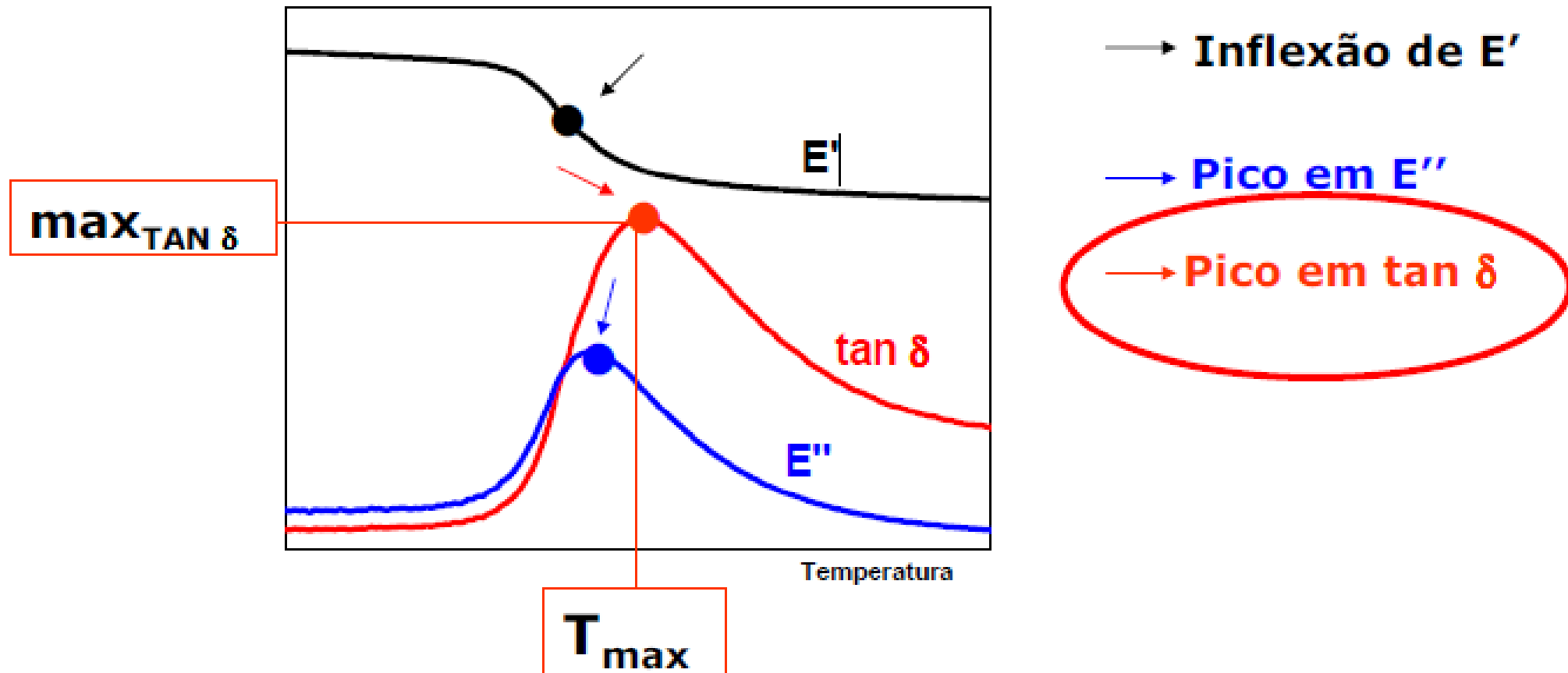
Curva Teórica do DMA



(6)	(5)	(4)	(3)	(2)	(1)
movim	bend	grupos	cadeia	larga	deslizamento
locais	e	laterais	principal	escala	cadeia
	stretch				

Análise Dinâmico-Mecânica (DMA)

Determinação da Temperatura de Transição vítrea (T_g)



REFERÊNCIAS E BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

- CALLISTER JR., W. D; RETHWISCH, D.G.. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Um introdução**, 8ª ed, Rio de Janeiro: LTC, 2015.
- GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2000.
- SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos**. Fundamentos teóricos e práticos. 5 ed., São Paulo: Edgard Blucher, 1982.
- CANEVAROLO Jr., S. V. **Ciência dos Polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. São Paulo: Artliber Editora, 2002.
- CANEVAROLO Jr., S. V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2004.
- Aulas da Prof.ª Michelle Leali Costa (Introdução as técnicas de análise termica)



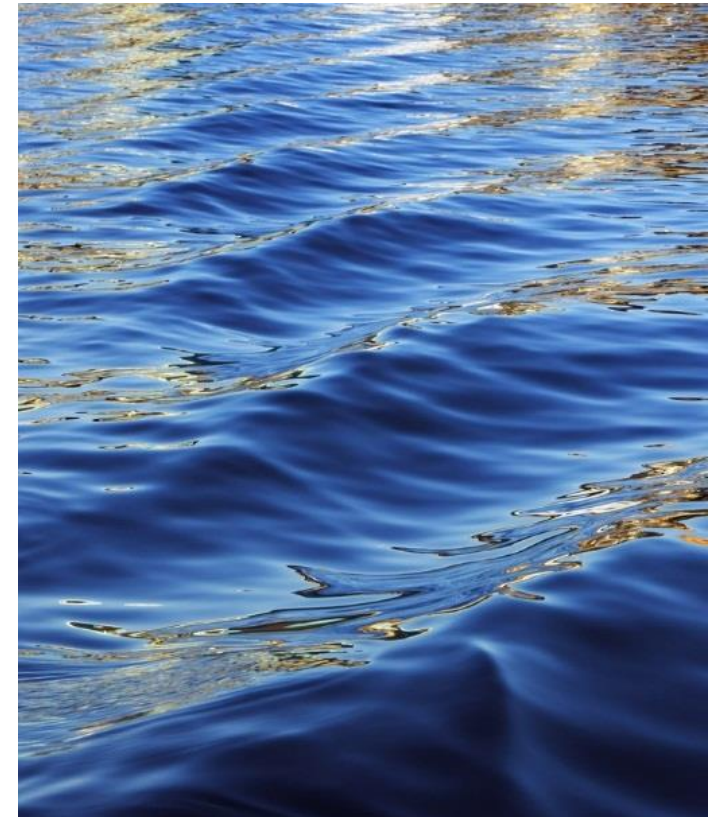
***Muito
obrigada!***

LOM3016 – Introdução à Ciência dos Materiais



Aula 9 – Propriedades dos Materiais – Parte 2

Kelly Benini



Técnicas de Caracterização das Propriedades dos Materiais

Propriedades Mecânicas

- Tração
- Compressão
- Flexão

Propriedades Térmicas

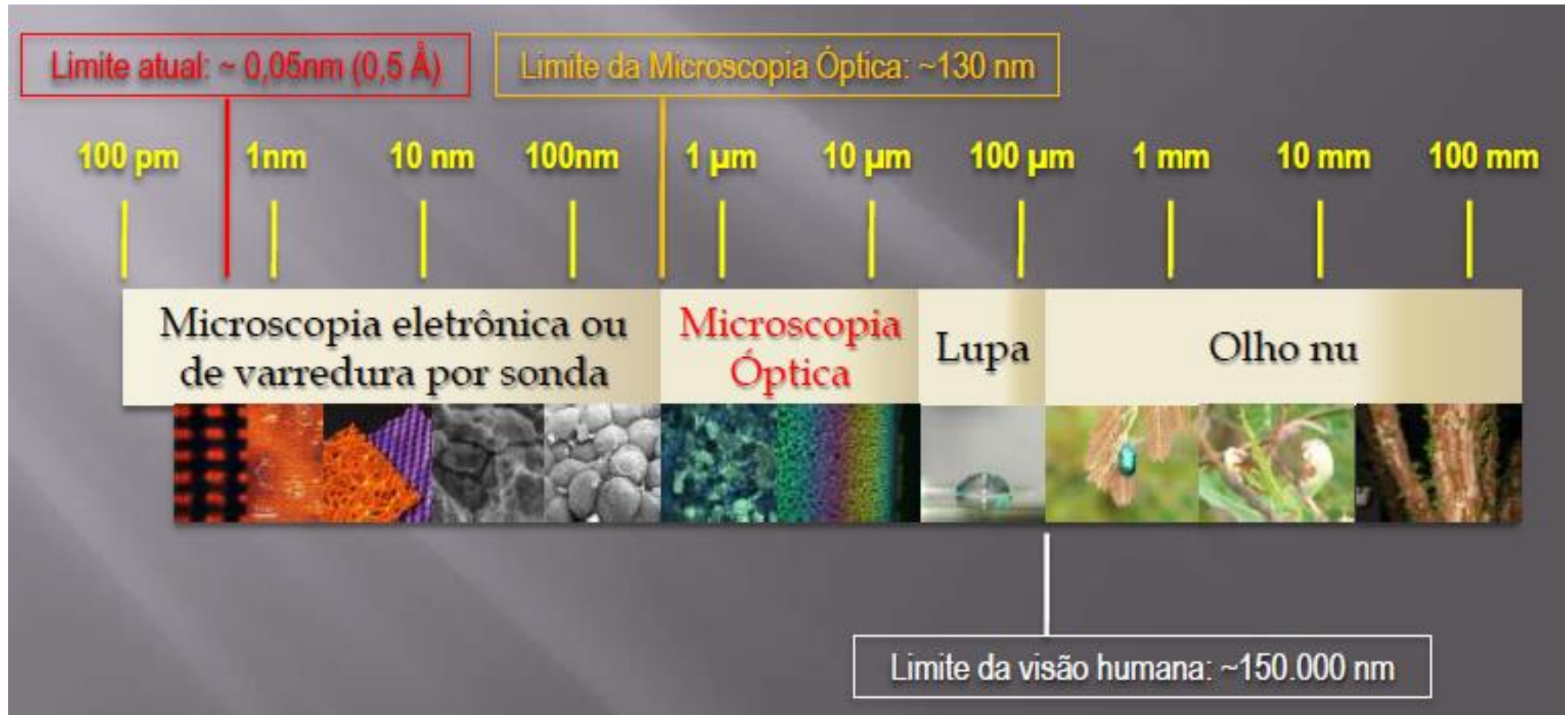
- Termogravimetria (TGA)
- Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)
- Análise Dinâmico Mecânica (DMA)

Microscopia

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

Difração de raios – X (DRX)

Caracterização Microscópica



Caracterização Microscópica

Microscopia óptica (MO)

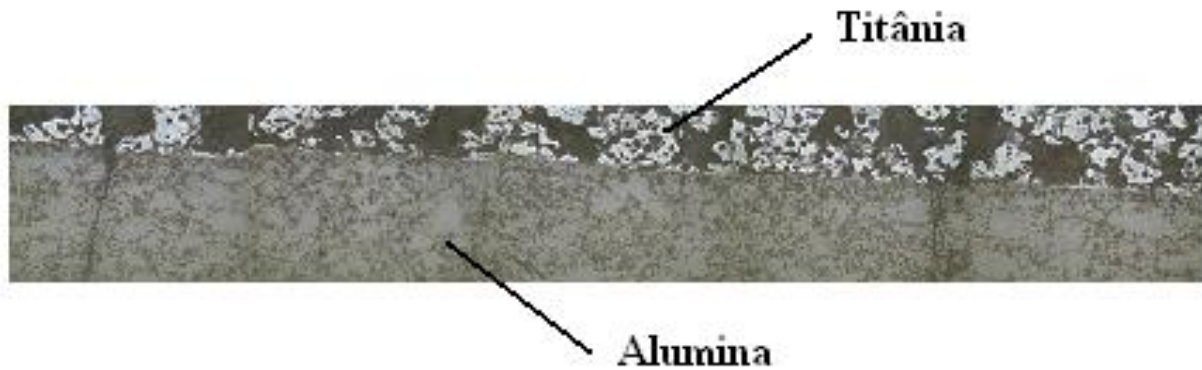


- ✓ São compostos por dois tipos de lentes: as **oculares** (comumente possuem um aumento de 10x) e as lentes **objetivas**, geralmente um jogo contendo quatro lentes (que comumente possuem 4x, 10x, 40x e 100x de aumento)
- ✓ Para termos o aumento total de um **microscópio** devemos multiplicar a potência das **oculares** pela das **objetivas**.
- ✓ Atualmente há **microscópios ópticos** que podem atingir um aumento de até 2000 vezes.

<https://blogdoenem.com.br/tipos-de-microscopios-biologia-enem/>

Caracterização Microscópica

Microscopia óptica (MO) - Cerâmicas



Região da interface entre as camadas de alumina e titânia de uma pastilha da amostra com 15% de amido. Aumento de 100x.

Análise de imagens com Image J

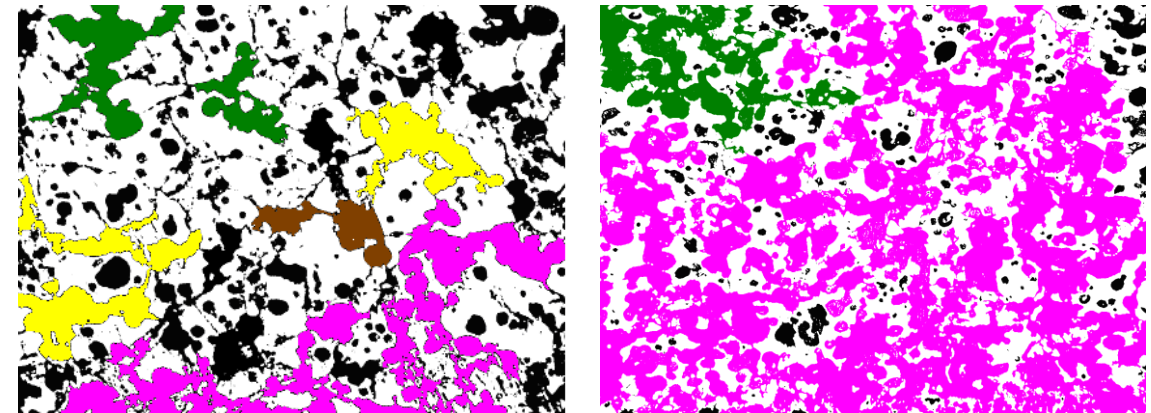


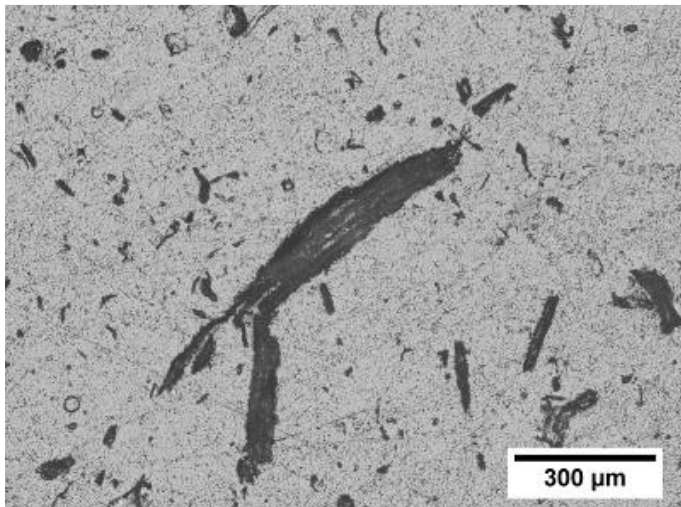
Imagem limiarizada da camada de titânia com 15% de amido; (b) Imagem limiarizada da camada de titânia com 35% de amido. Nas imagens as regiões coloridas representam a região de poros interconectados. Aumento de 100x.

Caracterização Microscópica

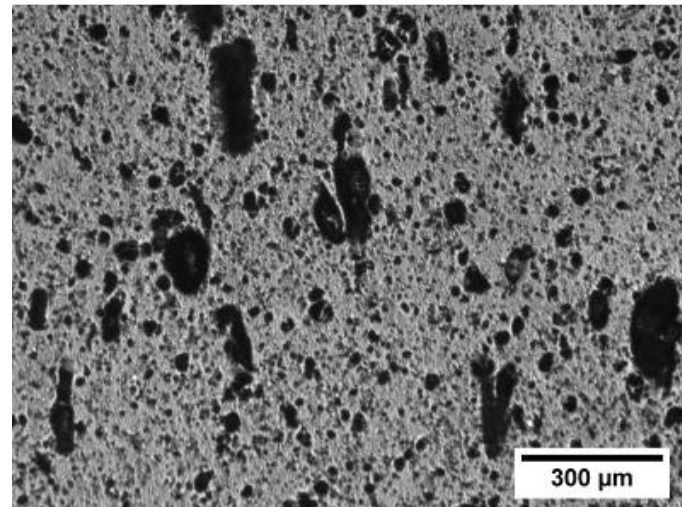
Microscopia óptica (MO) - Polímeros/Compósitos

Morfologia e distribuição das fibras de coco em uma matriz polimérica de Poliestireno de Alto Impacto (HIPS)

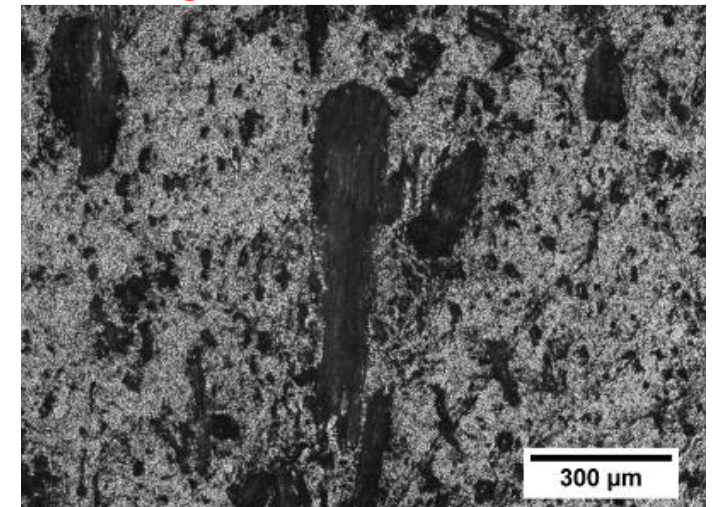
HIPS/10FCM



HIPS/20FCM



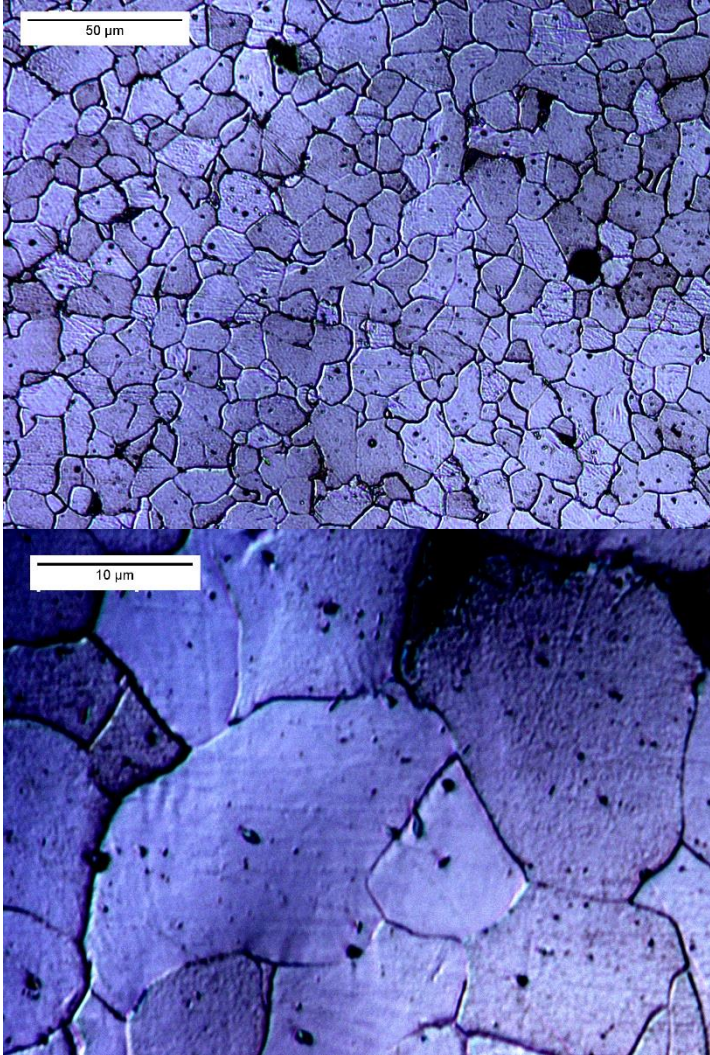
HIPS/30FCM



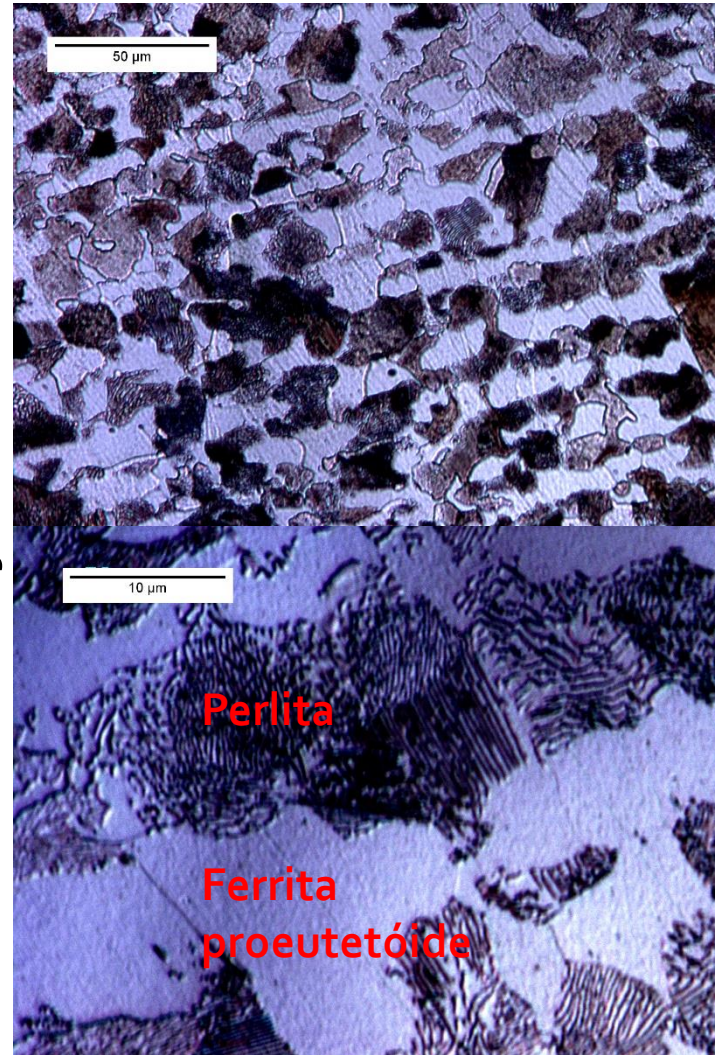
Caracterização Microscópica

Microscopia óptica (MO) - Metais

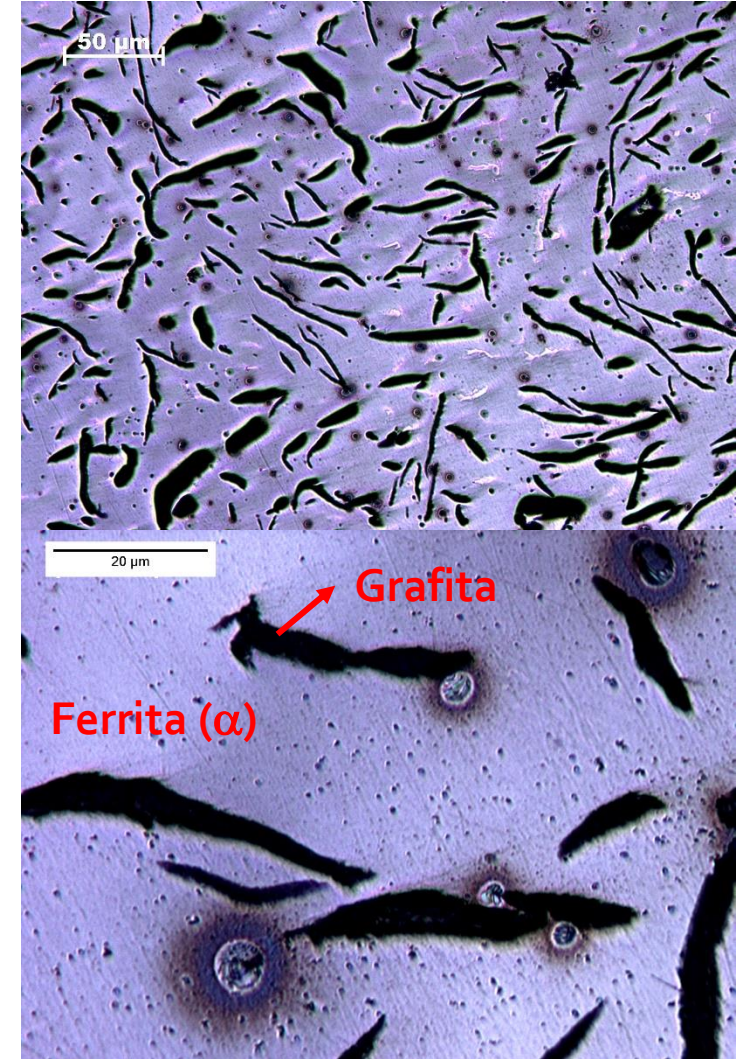
Aço 1020 recozido



Aço 1045



Ferro Fundido Cinzento



Caracterização Microscópica

Microscopia Eletrônica

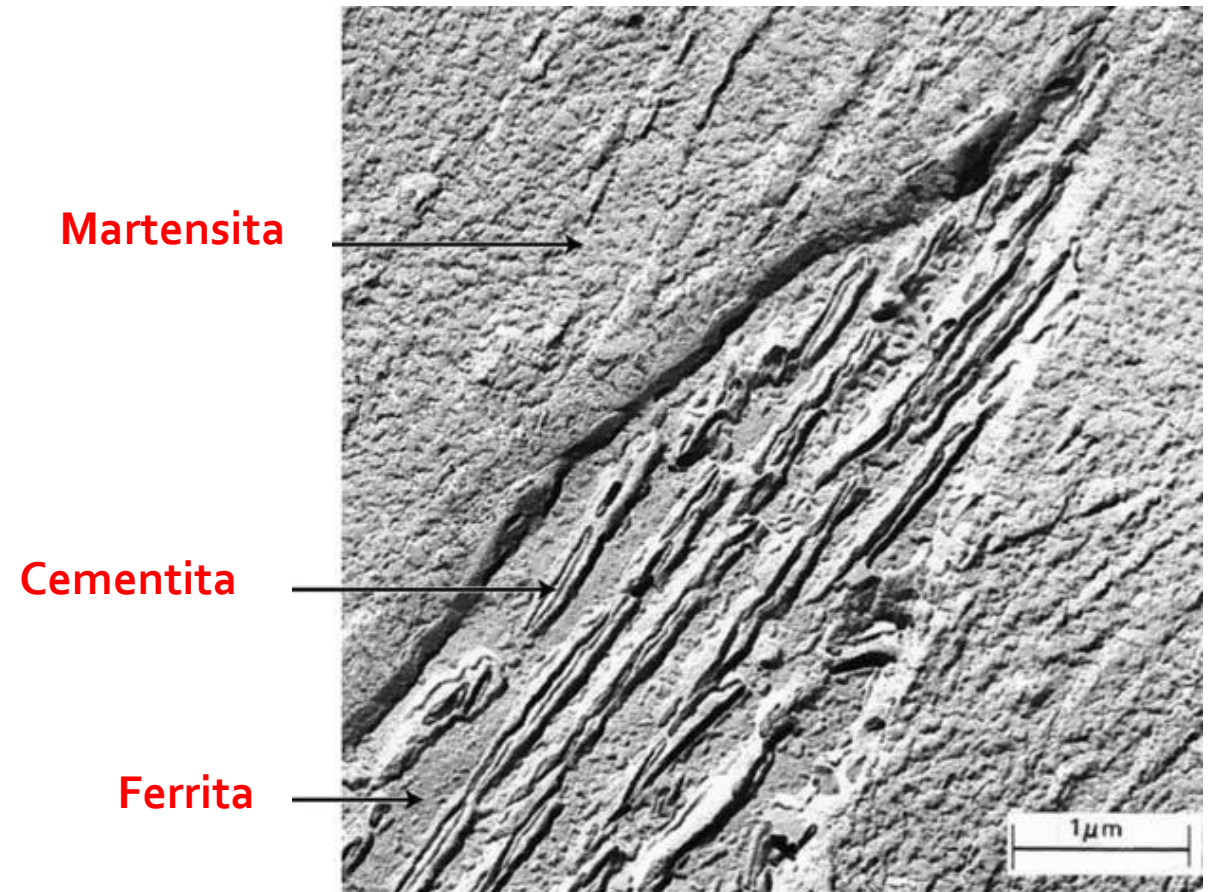
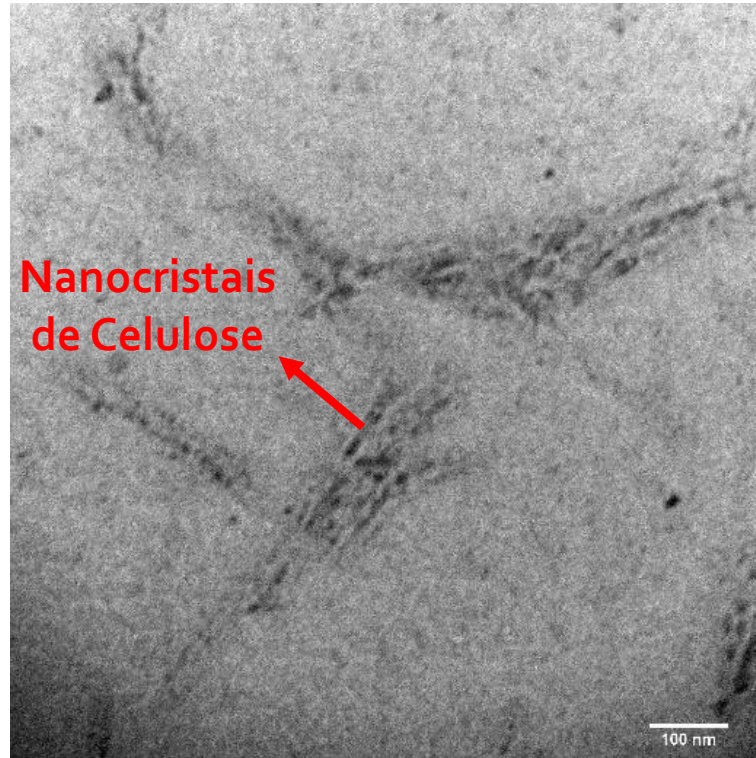
Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)



- ✓ A imagem é formada por um feixe de elétrons que passa através da amostra
- ✓ Os contrastes na imagem são obtidos pelas diferenças na dispersão ou difração do feixe entre os vários elementos da microestrutura ou defeitos
- ✓ O feixe transmitido é projetado sobre uma tela fluorescente ou um filme fotográfico
- ✓ Ampliações se aproximam de 1.000.000 x

Caracterização Microscópica

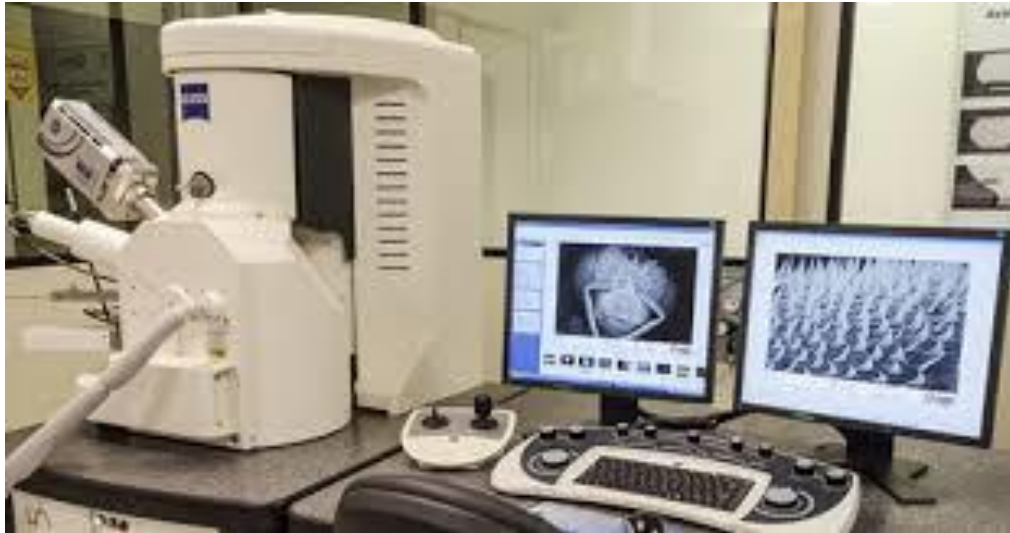
Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)



Micrografia Eletrônica de Transmissão mostrando a estrutura da bainita.

Caracterização Microscópica

Microscopia Eletrônica



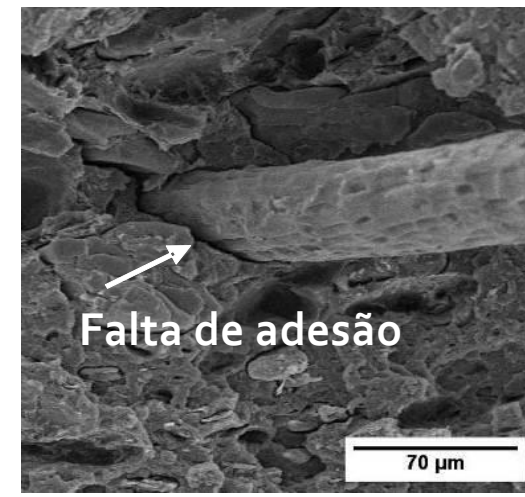
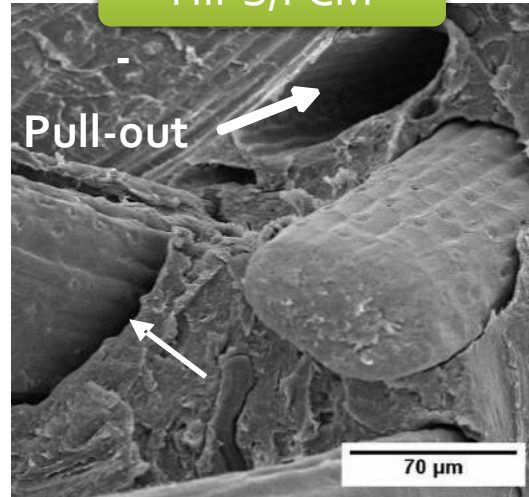
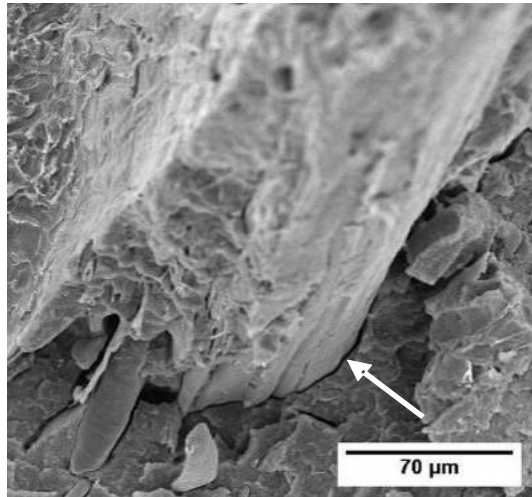
Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

- ✓ A superfície de uma amostra é varrida com um feixe de elétrons e o feixe refletido ou retroespalhado é coletado e exibido na mesma taxa de varredura em tubo de raios catódicos
- ✓ A superfície deve ser condutora de eletricidade
- ✓ Ampliações entre 10 e mais de 50.000 x

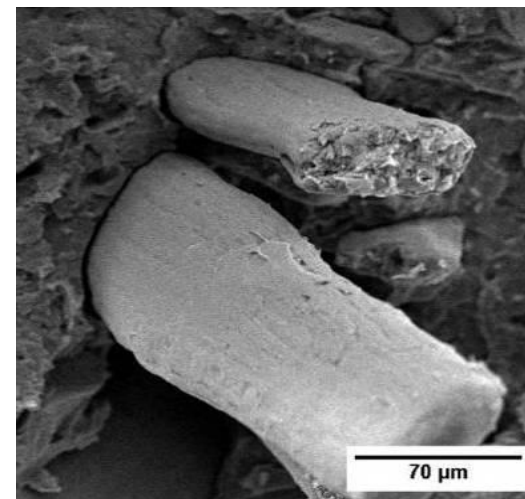
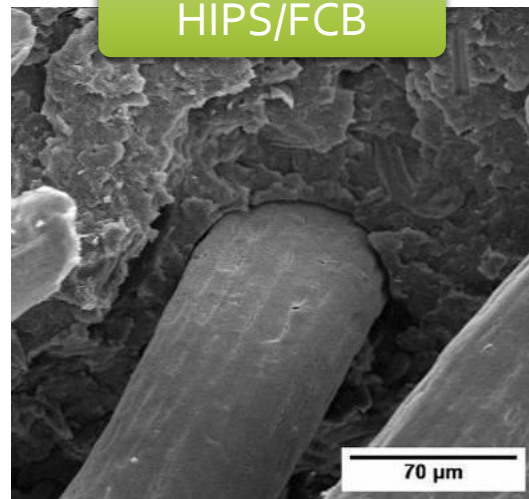
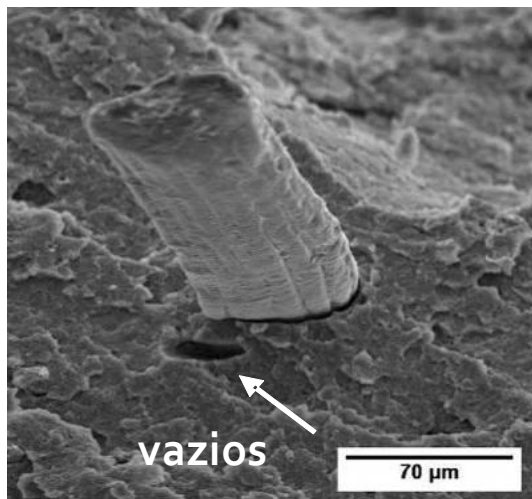
Caracterização Microscópica

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

HIPS/FCM

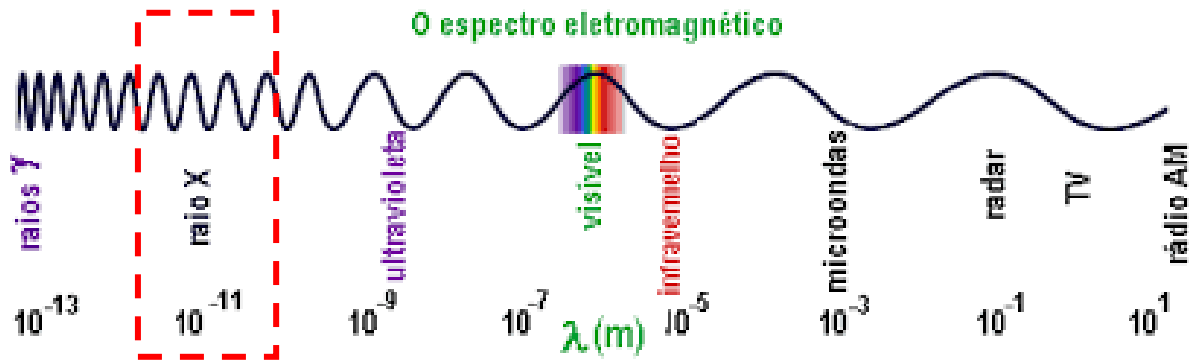


HIPS/FCB



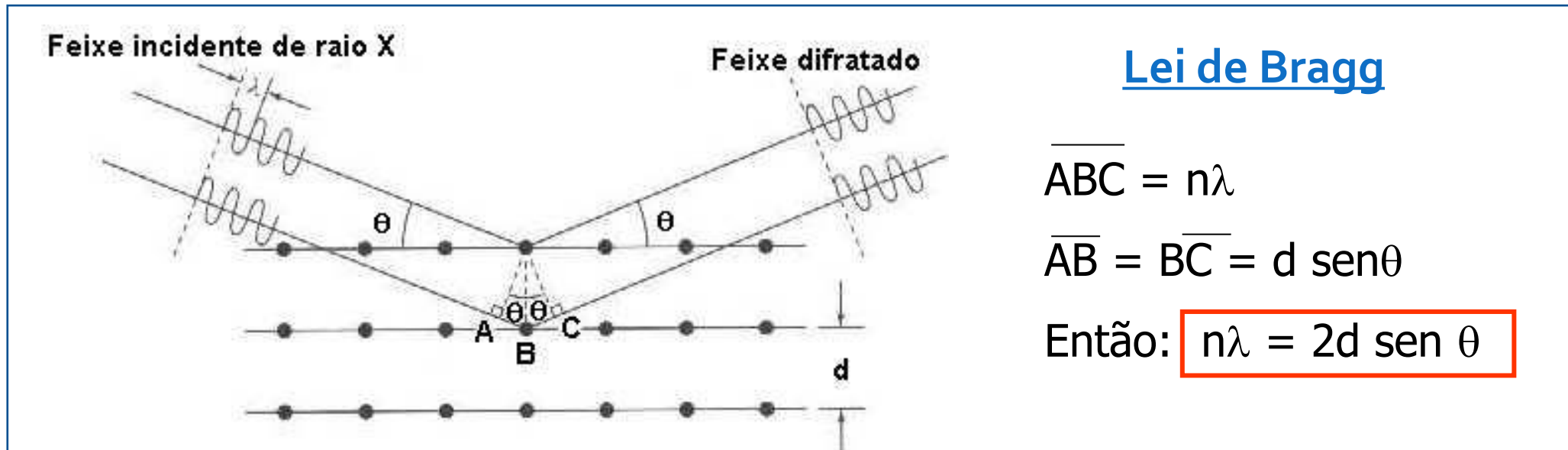
Compósitos de Poliestireno de Alto Impacto reforçado com Fibras de Coco

Difração de raios – X (DRX)



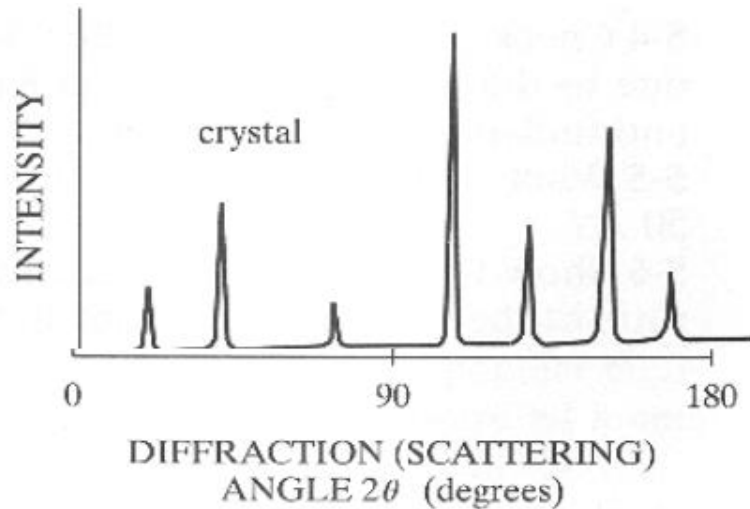
Raios X – onda eletromagnética (λ na ordem de 0,1 nm)

- ✓ Para que ocorra a difração, o feixe de raios-x precisa estar em fase com os planos do cristal.
- ✓ De outra maneira, interferências destrutivas de ondas ocorrem e não é possível detectar um feixe de difração intenso.



Difração de raios – X (DRX)

O DIFRATÔMETRO



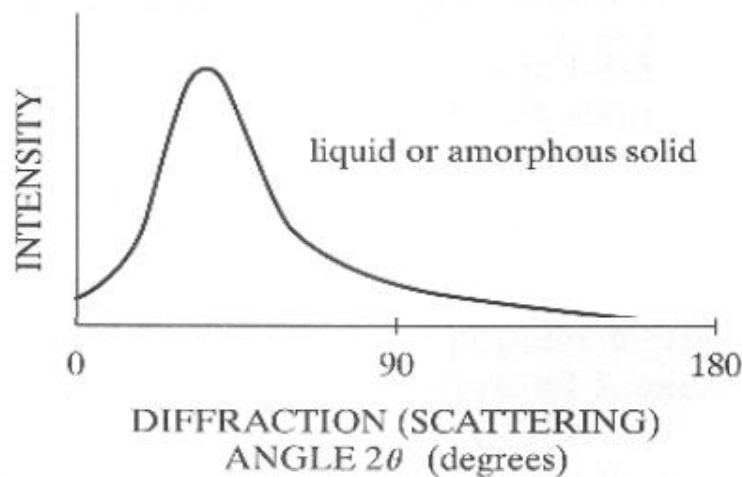
Difratograma esquemático de um sólido cristalino

Propriedades obtidas

✓ Determinação de Planos Cristalográficos

✓ Determinação de parâmetros tais como distância interplanar, tamanho do cristalino

✓ Índice de Cristalinidade



Difratograma esquemático de um líquido ou sólido amorfo

REFERÊNCIAS E BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

- CALLISTER JR., W. D; RETHWISCH, D.G.. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Um introdução**, 8ª ed, Rio de Janeiro: LTC, 2015.
- CANEVAROLO Jr., S. V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2004.



***Muito
obrigada!***