

PRÁTICA FORMULAÇÃO DE FASES CRISTALINAS CERÂMICAS

1. Introdução

Na prática de formulação, cada grupo irá determinar as fases cristalinas previstas para uma combinação de partir das matérias-primas disponíveis no laboratório. Cada grupo será responsável por uma combinação pré-determinada. No planejamento, deverá ser determinada também a temperatura de sinterização.

Após os cálculos, partir-se-á para o desenvolvimento, em laboratório, da classificação granulométrica, prensagem e sinterização das amostras. Após a sinterização, as amostras serão submetidas a ensaios de determinação de retração linear, densidade aparente e difratometria de raios-X. Abaixo, vem uma descrição .

As propriedades de peças cerâmicas como, por exemplo, o módulo de elasticidade, a tensão de ruptura e a condutividade elétrica, sofrem grande influência da porosidade.

Considere uma estrutura contendo poros. Ela é constituída por uma fração sólida, composta por uma ou várias fases, e por uma fração de espaços “vazios”, os poros. Na verdade, em geral existe gás (ar ou outro) no interior dos poros. Estes poros podem ou não estar em contato com a superfície do material. Isto é importante, pois poros interconectados e abertos à superfície podem conduzir matéria do interior para o exterior, e vice-versa. Por exemplo, umidade pode ser conduzida para o interior do material e reagir quimicamente com a fase sólida. Poros conectados com a superfície (chamados de *poros abertos*) são mais prejudiciais à resistência mecânica, visto que muitas fraturas têm início em defeitos superficiais. Poros não conectados com a superfície são denominados *poros fechados*, mesmo que eles sejam interconectados internamente. Poros fechados podem surgir pelo fechamento de poros abertos, devido à evolução da sinterização, ou pelo desprendimento de gases aprisionados dentro da estrutura do material cerâmico. Estes últimos tendem a assumir mais rapidamente a forma esférica.

No decorrer da sinterização, a fração volumétrica de poros (ou porosidade) e a interconexão entre poros tendem a diminuir gradativamente, e podem desaparecer. Os poros sofrem um processo de isolamento e assim a conexão com o exterior também tende a desaparecer. Os últimos poros do material são fechados, ou seja, um material

que não aparenta possuir poros na superfície pode possuir uma quantidade significativa de poros fechados.

O volume total da estrutura é a soma dos volumes: sólido, de poros abertos e de poros fechados.

$$V = V_S + V_{PA} + V_{PF} \quad (1)$$

onde V_S é o volume da fase sólida, V_{PA} é o volume dos poros abertos e V_{PF} é o volume dos poros fechados. A Figura 1 a seguir ilustra uma estrutura na qual são vistas a fase sólida e as porosidades aberta e fechada.



Figura 1 – Esquema dos diferentes tipos de poros em peças cerâmicas

Devido a sua importância para alguns produtos cerâmicos, a determinação da porosidade é fundamental, assim como o conhecimento de outros parâmetros associados a ela: a absorção de água (AA), a porosidade aparente (PA) e a densidade aparente (DA). Além disso, a variação da porosidade e a densificação, fenômenos que ocorrem durante a sinterização, causam uma variação contínua das dimensões dos corpos cerâmicos e metálicos obtidas pela tecnologia do pó.

As propriedades a serem determinadas nessa prática são empregadas na avaliação e controle de qualidade de diversos produtos cerâmicos, incluindo produtos refratários para uso em altas temperaturas, sendo importantes variáveis de projeto no desenvolvimento de novos produtos e processos de fabricação.

2. Determinação de propriedades físicas de peças cerâmicas:

Um dos objetivos dessa prática é verificar a influência da temperatura de sinterização nas propriedades físicas de amostras prensadas: retração linear, porosidade aparente, absorção de água e densidade aparente. Essas propriedades devem ser relacionadas com os valores médios de tensão de ruptura determinados para cada conjunto de amostras sinterizadas em diferentes temperaturas.

O método a ser utilizado é o de imersão baseado no *Princípio de Arquimedes*. O método segue aproximadamente a norma ASTM C 20 (2000). Inicialmente, as amostras devem ser cuidadosamente identificadas e pesadas a seco, anotando-se a massa seca (M_s), em gramas. Essa etapa foi realizada antes da prática e os valores serão informados. Em seguida, as amostras foram fervidas por 2 h e resfriadas imersas em água. Neste período, a água deve ter inundado os poros abertos. Utilizando uma tenaz, cada amostra deve ser retirada do Becker inicial e pesada imersa em água no dispositivo montado em laboratório à temperatura ambiente. Anote a massa imersa (M_I), em gramas, bem como a temperatura da água na balança. *Atenção: muito cuidado para que a amostra não perca massa durante a transferência de recipiente, por exemplo, com quebra de cantos ou desgaste*. Em seguida, com um papel-toalha úmido, remova com suavidade o excesso de água na superfície das amostras e pese novamente as amostras ao ar. Anote a massa úmida (M_U), em gramas. Supõe-se que toda a água impregnada nos poros abertos ainda permanece lá.

A tabela abaixo auxilia na anotação dos resultados.

Identificação da amostra	T _{Sinterização} (°C)	M _{S1} (g)	M _I (g)	M _U (g)	AA (%)	PA (%)	DA (g/cm ³)

A seguir, vêm descritas as propriedades a serem determinadas nessa prática.

2.1) Absorção de água (AA, %massa):

Quando em contato com um líquido, um material poroso tende a absorvê-lo devido às forças de capilaridade. A absorção de água é definida como o ganho percentual de massa de uma amostra, quando toda a porosidade aberta é preenchida com água (máximo de absorção). A absorção de água é a relação entre a massa de líquido absorvida pelo corpo-de-prova saturado de líquido e a massa do corpo de prova seco:

$$AA (\%massa) = 100\% \times (M_U - M_S) / M_S \quad (2)$$

2.2) Porosidade aparente (PA, %volume)

É a relação entre o volume de poros abertos e o volume total do corpo de prova

$$PA (\%volume) = 100\% \times (M_U - M_S) / (M_U - M_I) \quad (3)$$

2.3) Densidade aparente (DA, g/cm³)

A densidade aparente é calculada pela razão entre a massa seca do material poroso (massa de sólidos + massa de poros) e seu volume total (volume de sólidos + volume de poros). Considerando-se que a massa dos poros é desprezível:

$$DA (g/cm^3) = M_S / (M_U - M_I) \rho_{\text{Água}} \quad (4)$$

Onde $\rho_{\text{Água}}$ é a densidade do fluído de imersão, geralmente a água (em g/cm³), corrigida pela temperatura.

2.4) Retração linear após a queima (RL, %)

A retração de queima das peças cerâmicas é calculada pela diferença entre as medidas da peça verde (L_{Inicial}) e da peça queimada (L_{Final}), como mostra a seguinte expressão:

$$RL (\%) = 100\% \times (L_{\text{Inicial}} - L_{\text{Final}}) / L_{\text{Inicial}}$$

No laboratório, cada grupo deverá ser responsável pelas medidas de peso seco, peso imerso e peso úmido de 1 ou 2 amostras sinterizadas em diferentes temperaturas. A partir dos resultados obtidos para as amostras dos grupos de todas as turmas de SMM0193, ao longo da semana, deverão ser calculados os valores médios e respectivos valores de desvio-padrão dos parâmetros: retração linear, absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente, para cada temperatura de sinterização. Esses valores deverão ser relacionados com a temperatura de queima e os valores médios de tensão

de ruptura previamente determinados. Os resultados devem discutidos à luz de informações dadas em aulas e da literatura.

3. Ensaio de difratometria de raios-X

Os ensaios de Difractometria de raios-X serão realizados na Central de Análises Químicas Instrumentais (CAQI), Instituto de Química de São Carlos (IQSC), unidade 1 do Campus de São Carlos, da Universidade de São Paulo (USP). Os dados serão enviados aos grupos de alunos que deverão interpretar os resultados e compará-los com os valores desejados.

Para o relatório

- 1- Apresente uma Introdução sucinta, mencionando os objetivos da prática, motivação, etc. O objetivo principal da prática é comparar os resultados experimentais com os resultados previstos no projeto.
- 2- Faça uma descrição do Procedimento Experimental, desde o procedimento de preparo dos corpos de prova, prensagem, procedimento de queima, até os ensaio realizados;
- 3- Faça um ou mais gráficos gráfico com os densidade aparente, porosidade e absorção de água.
- 4- A interpretação dos resultados deverá levar em consideração o conteúdo das aulas, incluindo a parte de sinterização, diagramas de fases binários e ternários, envolvendo os óxidos presentes nas 3 matérias-primas selecionadas e temperaturas de sinterização previstas para a combinação selecionada.
- 5- O prazo para entrega do relatório é 08 de julho de 2025.

Bibliografia

1. Norma ASTM C20 – 00 (Reapproved 2010), Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water.