

## Engenharia e Ciência dos Materiais II (SMM 0194)

### Roteiro de aula prática 3: Caracterização de corpos cerâmicos sinterizados: retração linear, densidade aparente, porosidade aparente, absorção de água.

Autora: Profa. Dra. Vera Lúcia Arantes (Revisado – Prof. Eduardo)

#### 1) Introdução:

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:

O objetivo 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 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	$T_{\text{Sinterização}}$ (°C)	$M_{S1}$ (g)	$M_i$ (g)	$M_u$ (g)	$M_{S2}$ (g)	AA (%)	PA (%)	DA (g/cm <sup>3</sup> )

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:

$$AA (\% \text{massa}) = 100\% \times (M_u - M_s) / M_s \quad (2)$$

#### 2.2) Porosidade aparente (PA, %volume)

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

$$PA (\% \text{volume}) = 100\% \times (M_u - M_s) / (M_u - M_i) \quad (3)$$

#### 2.3) Densidade aparente (DA, g/cm<sup>3</sup>)

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:

$$DA (\text{g/cm}^3) = M_s / (M_u - M_i) \times \rho_{\text{Água}} \quad (4)$$

Onde  $\rho_{\text{Água}}$  é a densidade do fluido de imersão, geralmente a água (em g/cm<sup>3</sup>), 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 ( $L_{\text{Inicial}}$ ) e da peça queimada ( $L_{\text{Final}}$ ), 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 de todas as turmas de SMM0194 ao longo da semana, deverão ser calculados os valores médios e respectivos intervalos de confiança (ver roteiro 2) de cada parâmetro: retração linear, absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente, em função da temperatura de queima. Na forma de gráficos, os resultados deverão ser comparados entre si e com valores de tensão de ruptura previamente determinados. Os resultados devem ser discutidos à luz de informações dadas em aulas e a partir da literatura.

**3) Referência:** 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.