



Faculdade de Engenharia
Depto. de Engenharia Mecânica
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica

Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Autor:

Vinício Coelho da Silva
(viniciorj@hotmail.com)
(viniciorj@gmail.com)

Orientadora:

Profa. Marília Garcia Diniz
(diniz@uerj.br)

Setembro/2015



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

Resultados e
Discussões

Conclusões
esperadas

Agradecimentos



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

Resultados e
Discussões

Conclusões

Agradecimentos



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Esforços constantes de pesquisa

propriedades de interesse

versatilidade de uso

tempo de vida útil elevado

métodos simples e com baixo custo



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

A busca por materiais de elevado desempenho mecânico

Pesquisa e desenvolvimento dos cerâmicos avançados

Evolução e ampliação do campo de utilização em engenharia

Resistência a elevadas temperaturas, baixo coeficiente de atrito, inércia química

Porém, continuam frágeis...



“As propriedades desejáveis desses materiais são normalmente atingidas através de um processo de tratamento térmico a alta temperatura conhecido por sinterização.”

Depois que o material é sinterizado, isto é, submetido à elevadas temperaturas, os átomos da sua estrutura se organizam de forma simétrica, e o material passa a ter a chamada estrutura cristalina



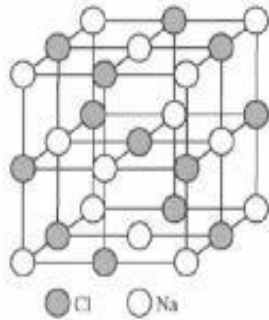
**A cristalinidade confere ao material cerâmico propriedades físicas
como:**

- Elevada refratariedade,**
- Baixas condutividades térmica e elétrica,**
- Baixa resistência ao choque térmico,**
- Elevada resistência ao ataque de produtos químicos,**
- Elevadas resistências à tração e à compressão**
- Elevada dureza.**



**Produtos cerâmicos são usados em situações onde são
necessárias propriedades de elevada dureza e resistência à
corrosão, por exemplo:**

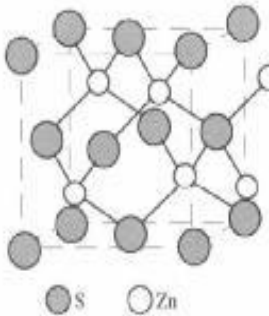
- Construção civil,**
- Refratários de altos-fornos,**
- Ferramentas de corte em máquinas-ferramentas,**
- Louça doméstica**



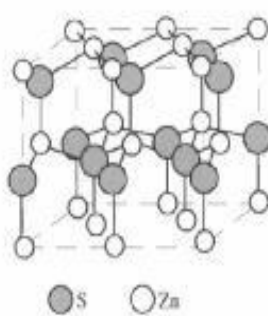
(a)



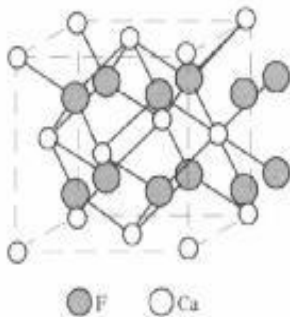
(b)



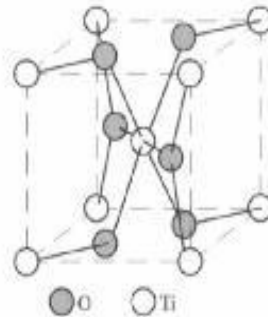
(c)



(d)



(e)



(f)

Algumas estruturas cerâmicas comuns:

a) sal de rocha (NaCl),

b) cloreto de cézio (CsCl),

c) blenda de zinco (ZnS),

d) wurtzita (ZnS),

e) fluorita ou fluoreto de cálcio (CaF₂),

f) rutilo (TiO₂)



“O carбето de boro (B_4C) é um material cerâmico de alta dureza e alta resistência ao desgaste, de grande potencialidade para diversas aplicações tecnológicas.”

- Possui elevada dureza,
- Alto ponto de fusão ($2450^{\circ}C$),
- Alta resistência ao desgaste e à flexão (350-500 MPa),
- Boa inércia química,
- Baixas massa específica ($2,52 \text{ g/cm}^3$) e condutividade térmica,
- Alta seção de choque para absorção de nêutrons ,



O B_4C apresenta uma microdureza de 25 - 40 GPa, que varia conforme o seu método de preparação.

É o terceiro material mais duro conhecido, sendo inferior apenas em relação ao diamante e ao nitreto de boro cúbico. Em compensação, é mais barato e mais fácil de preparar do que estes.



Ele possui conhecidas aplicações em:

- 1) reatores nucleares,**
- 2) bicos de jateamento,**
- 3) revestimento em ferramentas de corte, abrasivos para polimento, lapidação e moagem**
- 4) blindagens militares pessoais, automotivas e aeronáuticas, pelas suas características de baixa massa específica, alta dureza e alto módulo elástico**



O **carbeto de silício (SiC)** é o grande destaque desta classe de cerâmicos, visto que ele é considerado o mais importante entre os carbetos, sendo considerado cerâmico avançado com vasta gama de aplicações.

Suas excelentes propriedades mecânicas à baixa e alta temperaturas, resistência ao desgaste, propriedades térmicas e resistência à corrosão têm chamado a atenção de muitos pesquisadores, permitindo que ele seja utilizado em diversas aplicações estruturais e funcionais



**Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de
Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada
Dureza**

freios a disco de alto desempenho

material para câmaras de combustão

turbinas a gás

sedes de selos mecânicos

trocadores de calor

bicos de solda

moldes de lentes

bocais de foguetes

bocal para jatos de areia

moldes e matrizes para extrusão

**placas de desgaste para secagem por
aspersão térmica (“*spray drying*”)**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza





**Alguns problemas ainda limitam o campo de aplicação
do SiC, assim como de outros cerâmicos em geral:**

- O alto custo do processo de obtenção,**
- A dificuldade de sinterização juntamente**
- Dificuldade de se obter geometrias complexas com elevada
densidade**
- Fragilidade inerente aos materiais cerâmicos**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

A Motivação





A porosidade é gerada pela presença de espaços vazios (poros) entre as partículas que formam qualquer tipo de matéria

Após a conformação dos corpos cerâmicos é possível encontrar poros ou espaços vazios entre as partículas.

Durante o processo de sinterização, a maior parte da porosidade deverá ser eliminada. Entretanto, é frequente a ocorrência de **eliminação incompleta** dos poros



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Qualquer porosidade residual terá uma **influência negativa** tanto sobre o comportamento elástico como sobre a resistência mecânica da cerâmica sinterizada.

Os testes para avaliação da porosidade podem envolver ensaios destrutivos ou não destrutivos



**Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de
Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada
Dureza**

**Dentre os métodos para avaliação da porosidade,
estão aqueles que utilizam imagens de alta
definição do material,**

**Estas imagens são trabalhadas através de
técnicas e programas para o processamento
dessas imagens (processamento digital de
imagens – PDI).**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Uma imagem digital é um arquivo de computador composto basicamente por um cabeçalho com informações diversas, e uma matriz de números, onde cada um deles identifica a cor ou intensidade de pixel de posição correspondente na imagem.

Em um sistema de processamento de imagens, essas informações contidas nas imagens podem passar por diversas formas de representação.



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza





Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

- O **método de Arquimedes** é um dos mais simples para determinar a densidade de um material, baseando-se no volume de líquido deslocado por um corpo sólido quando imerso em um líquido - **Princípio do Empuxo**.

- A **tomografia computadorizada (TC)** é o exame que usa radiação (raio x) na composição das imagens.

As imagens são captadas e transmitidas para um computador que reconstrói as imagens como cortes do organismo nas 3 direções (transversal, antero-posterior e lateral). Equipamentos mais modernos permitem visualização em 3D dessas imagens.



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

Resultados e
Discussões

Conclusões

Agradecimentos



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Objetivo da pesquisa:

“Realizar a comparação entre diferentes métodos de quantificação da porosidade de amostras de Carbetos de Boro e de Carbetos de Silício, utilizando o PDI, a Tomografia Computadorizada e o Procedimento de Arquimedes.”

As amostras de **B₄C** foram produzidas em laboratório...

...enquanto que as de **SiC** foram obtidas por processos industriais, do fabricante ESK, lote Ekasic F



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

**Materiais e
Métodos**

Resultados e
Discussões

Conclusões

Agradecimentos



- 1) Será realizado o procedimento de Arquimedes nas amostras**
- 2) Em seguida a amostra será levada ao tomógrafo para verificação da distribuição dos poros**
- 3) Serão utilizadas etapas de desbaste e polimento através de uma politriz automatizada.**
- 4) Será observada uma suposta variação da concentração de poros ao longo da espessura das amostras (eixo Z) através de uma reconstrução tridimensional do material a partir do empilhamento das imagens.**
- 5) Análise estatística dos resultados de todos os métodos**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

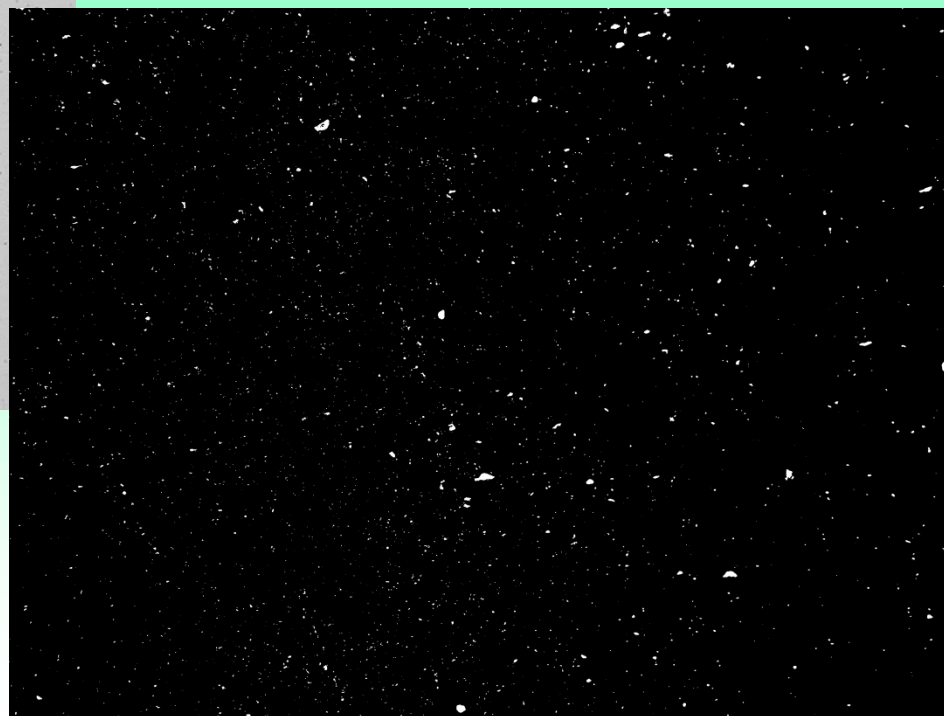
**Resultados e
Discussões**

Conclusões

Agradecimentos



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza





Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Resultados para o Método de Arquimedes (B_4C):

A densidade teórica do Carbetto de Boro (sem poros), é de **2,52g/cm³**, desta forma, a diferença percentual entre as densidades teórica e aparente nos dará a porcentagem de poros presentes na amostra.

Tempo de moagem (min)	Carga (kgf)	Densidade a verde (g/cm ³)	Densidade isostática (g/cm ³)	Densidade Aparente (g/cm ³)	Densidade Relativa	Densidade Relativa (%)
30	500	1,31	1,33	2,34	0,93	92,97
60	500	1,28	1,49	2,43	0,96	96,36
60	100	1,32	1,45	2,44	0,97	96,92
120	500	1,37	1,67	2,13	0,84	84,47
180	1500	1,46	1,67	2,11	0,84	83,65
180	1500	1,46	1,67	2,15	0,86	85,51



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Resultados para o Método de Arquimedes (SiC):

A tabela apresenta os percentuais obtidos do cálculo da razão entre a densidade obtida por Arquimedes e a densidade teórica (densidade relativa percentual). A densidade teórica empregada foi $\geq 3,15 \text{ g/cm}^3$ e a porosidade tolerada foi $< 2,0\%$, ambas de acordo com a ficha técnica do fabricante ESK, para o lote Ekasic F

Densidade Aparente (g/cm^3)	Densidade Relativa	Densidade Relativa (%)
3,09	0,98	98,09
3,15	1,00	100,00
3,16	1,00	100,00
3,17	1,00	100,00



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de
Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada
Dureza

Resultados do Processamento Digital de Imagens (SiC):

Porosidade da amostra 01 (%)	0,622
Porosidade da amostra 02 (%)	0,606
Porosidade da amostra 03 (%)	0,579

Porosidade média do material como um todo (%):	0,602
---	--------------

Variâncias e desvio-padrão do material estudado:

Variância da amostra 01	$(0,622 - 0,602)^2 = 0,0004$
Variância da amostra 02	$(0,606 - 0,602)^2 = 0,000016$
Variância da amostra 03	$(0,579 - 0,602)^2 = 0,000529$
Variância média do material	0,000315

Desvio-padrão do material:	$0,000315^{1/2} = 0,0177$
-------------------------------	---------------------------



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

Resultados e
Discussões

Conclusões

Agradecimentos



Conclusões esperadas:

Espera-se que as três técnicas forneçam resultados semelhantes acerca da quantificação da porosidade das cerâmicas avançadas, respeitando os limites estipulados pelo fabricante.

Busca-se validar uma técnica de reconstrução 3D que permita a obtenção de um perfil tridimensional da distribuição dos poros ao longo das amostras de carbeto de boro e carbeto de silício, isto é, que seja uma técnica sensível à porosidade destes materiais cerâmicos.

Se isto for possível, o uso do PDI demandaria menos custos com equipamentos mais sofisticados, como **os tomógrafos**, que tradicionalmente realizam estes procedimentos de análise.



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Introdução

Objetivo

Materiais e
Métodos

Resultados e
Discussões

Conclusões

Agradecimentos



**Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de
Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada
Dureza**

Agradecimentos:

- **Laboratório de Cerâmicas Avançadas – PEMM/COPPE/UFRJ.**
- **Laboratório de Microscopia – CEFET/RJ**



Faculdade de Engenharia
Depto. de Engenharia Mecânica
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica

Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Autor:

**Vinício Coelho da Silva
(viniciorj@hotmail.com)**

Orientadora:

**Prof. Marília Garcia Diniz
(diniz@uerj.br)**

Dezembro/2013



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Referências:

- 1 – Silva, R. P., “Estudo do Processamento e Microestrutura do Carbetto de Silício Ligado por Reação”, COPPE/UFRJ, 2009.**
- 2 – Callister, W. D., “Ciência e engenharia de materiais: uma Introdução”. 5ª Edição. São Paulo. Editora LTC. 2002.**
- 3 – Silva, L. P., “Utilização do Processamento Digital de Imagens para Obtenção da Porosidade do Carbetto de Boro”, Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ, 2013.**
- 4 – Barsoum, Michel W., “Fundamentals of Ceramics”. Philadelphia. IOP Publishing. 2003.**
- 5 – Cullity B.D., “Elements of_X-Ray Diffraction”, 1978 2 Ed. Cap. 14**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

6 – Spohm, M. T. Boron carbide. American ceramic society bulletin. 1995, 74, nº6, p. 113-115.

7 - Thevenot, F. Boron Carbide - A Comprehensive Review. Journal of the European Ceramic Society 6, 1990, p. 205-225.

8 - Kuhlmann U. ;Werheit H. On The Microstructure Of Boron Carbide, Solid State Physics Laboratory, University of Duisburg, Lotharstr. 1 - 21, D 4100 Duisburg 1, FRG, 1992

9 - Sezer, A. O.; Brand, J. I. Mater. Sci. Eng. B 2001, 79, 191

10 - Dipankar, G.; Ghatu, S.; Tirumalai, S.S.; Ramachandran, R.; Xin-Lin, G.; Dynamic indentation response of fine-grained boron carbide, Journal of the American Ceramic Society 90 2007 p.1850 –1857.



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

- 11 - Itoh, H.; Maekawa, I.; Iwahara, H. Microstructure and mechanical properties of B₆O-B₄C sintered composites prepared under high pressure, Journal of Materials Science. 2000, 35, p. 693-698.**
- 12 - Schwetz, K. A.; Sigl, L. S.; Pfau, L. Mechanical properties of injection Molded B₄C-C ceramics, Journal of Solid State Chemistry. 1997, 133, p. 68-76**
- 13 - Blakrishnarajam, M.M; Pancharatna, P.d; Hoffmann, R. Structure and bonding in boron carbide: The invincibility of the imperfections, New Journal of Chemistry. 2007, 31, p.473-485.**
- 14 - Deng, J.; Zhou, J.; Feng, Y.; Ding, Z. Microstructure and mechanical properties of hot-pressed B₄C/(W, Ti)C ceramic composites, Ceramics International. 2002. 28, p. 425-430.**
- 15 - German, R. M. Powder Metallurgy & Particulate Materials processing, 2005**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

- 16 - Tamburini, U. A.; Munir, Z. A.; Kodera, Y.; Imai, T.; Ohyanagi, M. Influence of synthesis temperature on the defect structure of boron carbide: experimental and modeling studies, *Journal of the American Ceramic Society*. 2005, 88[6], p. 1382-1387.**
- 17 - Leszek Hozer, Jonq-Ren Lee, Yet-Ming Chiang. “Reactions-infiltrated, net-shape SiC Composites”, *Materials Science Engineering*, A194, pp. 193-200, 1995**
- 18 - M. Singh, D.R. Behrendt. “Reactive Melt Infiltration of Silicob-Molybdenum Alloys into Microporous Carbon Performs”, *Materials Science Engineering*, A194, pp. 193-200, 1995.**
- 19 - P. Sangsuwan, S.N. Tewari, J.E. Gatica, M. Singh, R. Dickerson. “Reactive Infiltration of Silicon Melt Trough Microporous Amorphous Carbon Performs”, *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 30B, pp. 933-944, 1999.**
- 20 - Matthias Wilhelm, Martin Kornfeld, Werner Wruss. “Development of SiC-Si Composites with fine-grained SiC Microstructures”, *Journal of the European Ceramic Society*, v.19, pp. 2155-2163, 1999**



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

21 - Matthias Wilhelm, Silvia Werdennich, Werner Wruss. “Influence of Resin Content and Compactation Pressure on the Mechanical Properties of SiC-Si Composites with Sub-Micron SiC microstructures”, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 21, pp. 981-990, 2001.

22 - Innocentini, M. D. M et al. Prediction of Permeability Constants Through Physical Properties of Refractory Castables. *Cerâmica* Issn 0366-6913, Vol. 48, No. 305, pp. 05-10 (2002).

23 - S. Ouellet; B. Bussière. Microstructural Evolution of Cemented Paste Backfill: Mercury Intrusion Porosimetry Test Results. *Cement and Concrete Research*. Vol. 37, pp. 1654-1665 (2007).

24 - Silva, F. R. Caracterização de zircônia estabilizada por ítria para aplicações odontológicas. Rio de Janeiro. 2010. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro/COPPE.



Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

25 – Lannes. R. A.; Processamento e Caracterização do Carbetto de Boro Produzido por Sinterização. Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ, Dissertação de Mestrado, 2013.

26 - Lannes, R A ; Campos, J. B. ; Diniz, M. G. ; Cosentino, P. A. S. L. ; Pimenta, A. R. . Processamento e caracterização de carbetto de boro produzido por 'low pressure sintering'. In: 20 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMat - 04 a 08 de Novembro, 2012, Joinville - SC - Brasil. Anais do 20 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMat - ISSN 1519-4787, 2012.

27 - Soares, P.A.T., Ferraro, N.G, Santos, J.I.C. Aulas de Física. 5ª ed; São Paulo: Atual Editora, v.3, 1993, p.16-19.



Faculdade de Engenharia
Depto. de Engenharia Mecânica
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Mecânica

Análise Comparativa entre Diversas Técnicas de Medida de Porosidade Aplicadas às Cerâmicas Avançadas de Elevada Dureza

Autor:

Vinício Coelho da Silva
(viniciorj@hotmail.com)
(viniciorj@gmail.com)

Orientadora:

Profa. Marília Garcia Diniz
(diniz@uerj.br)

Setembro/2015