

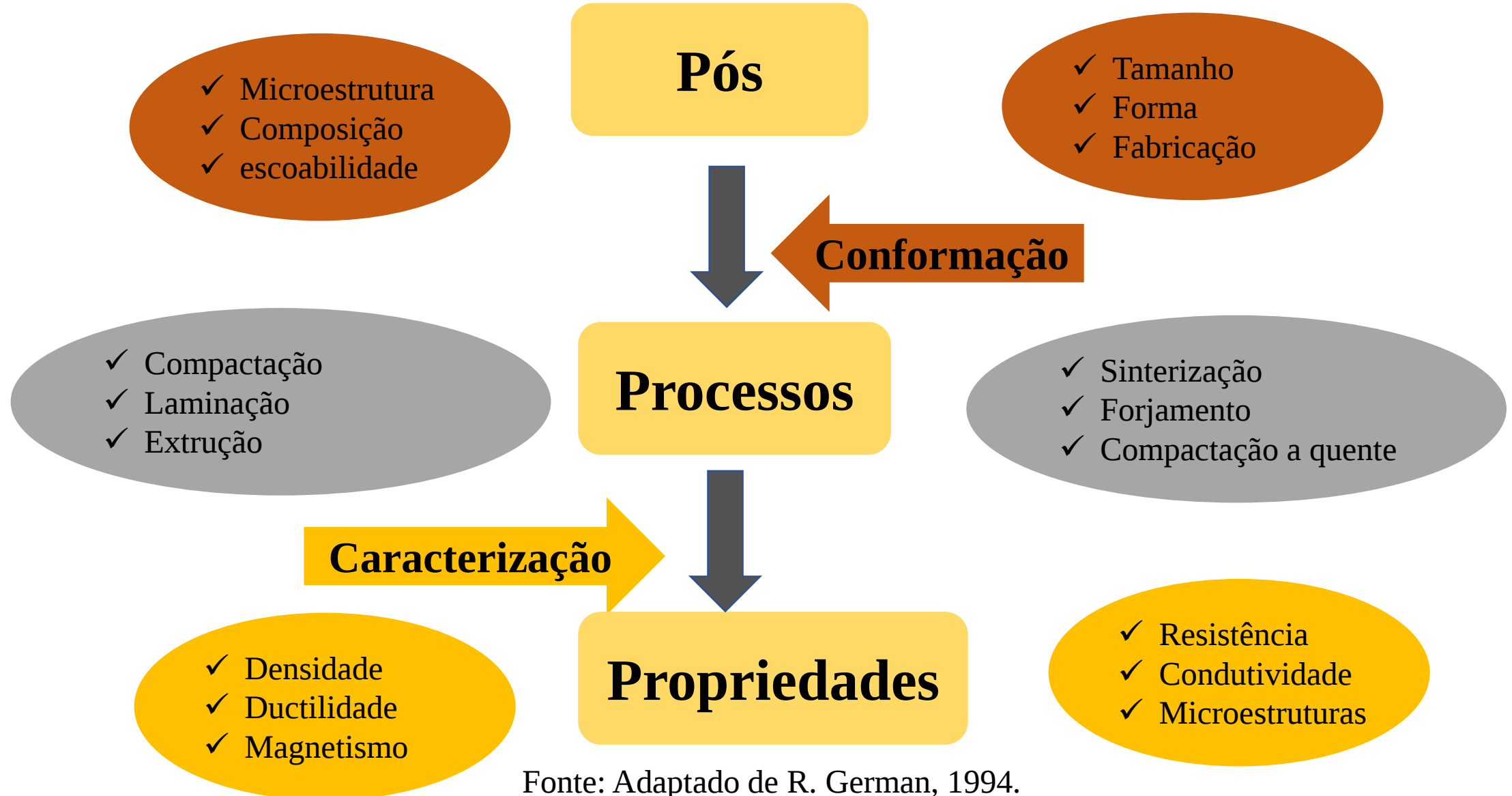
LOM3246-Técnicas de Caracterização de Materiais

ANÁLISE DE TAMANHOS DE PARTÍCULAS

VIVIANE DO SOCORRO DA COSTA

Introdução a metalurgia do pó

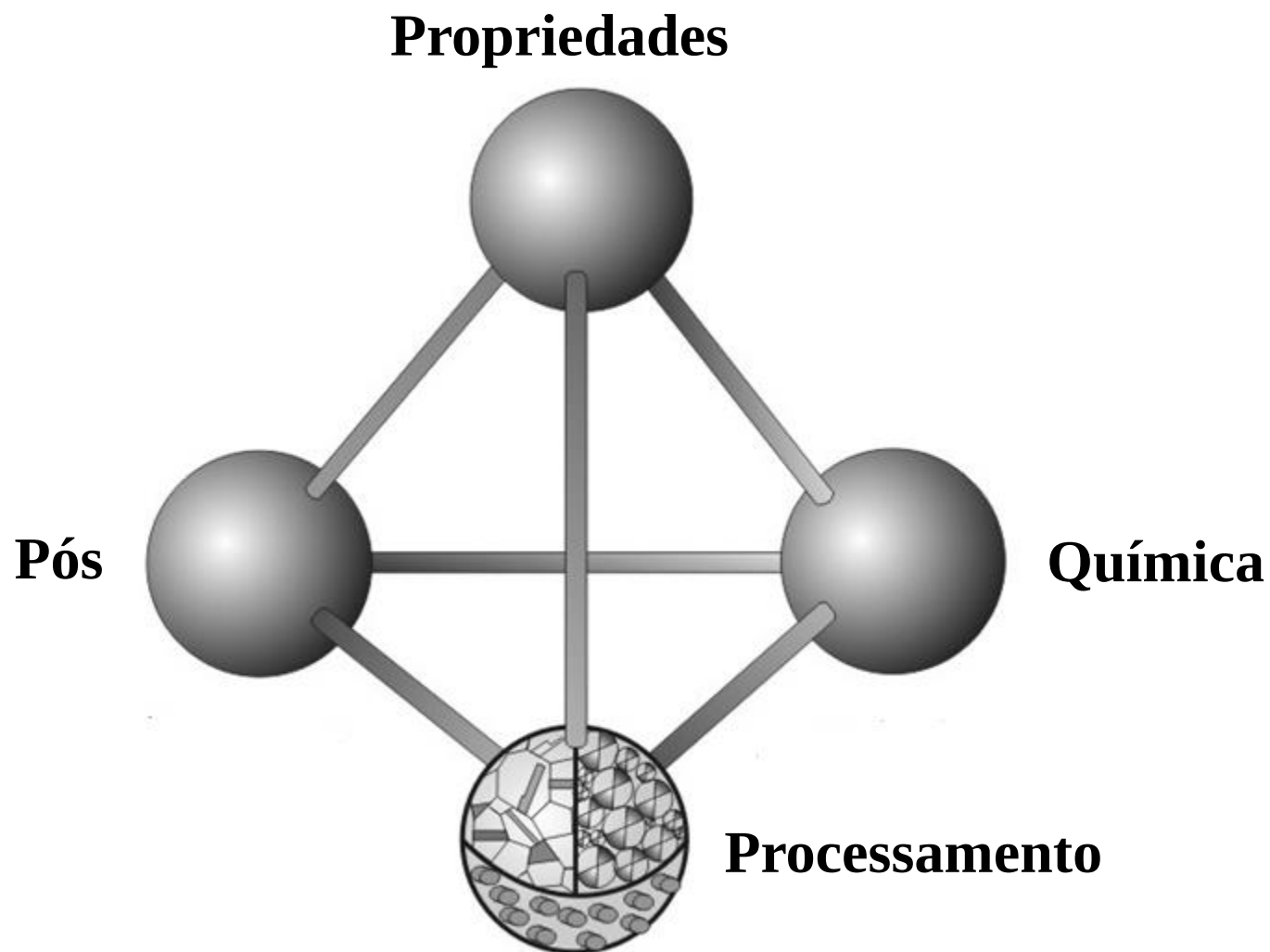
Figura 1 – Fluxograma das características gerais do Processo “Metalurgia do Pó”.



Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

Introdução a metalurgia do pó

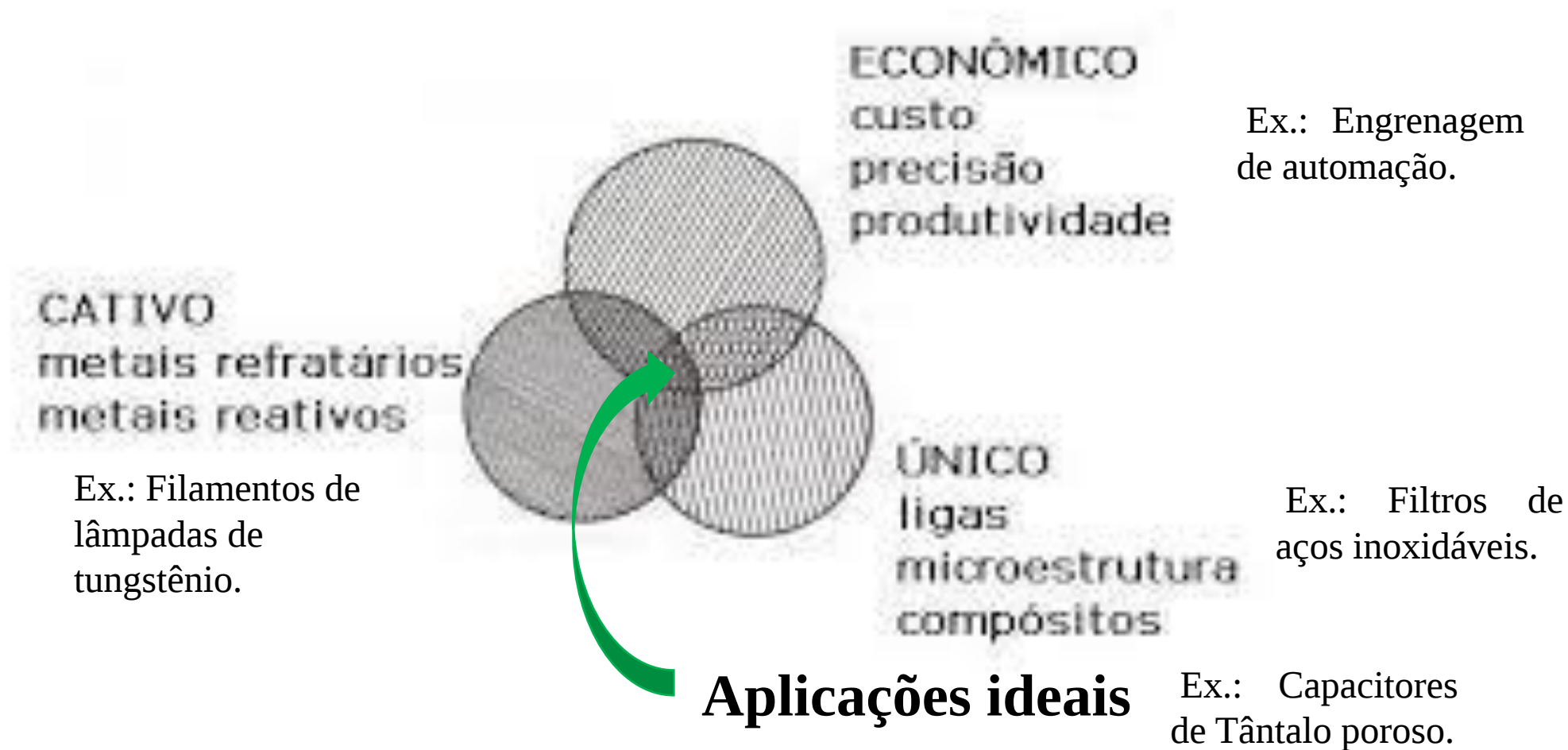
Figura 2 – Um tetraedro que ilustra a interdependência entre vários aspectos da MP, incluindo a química da liga, características do pó, variáveis de processamento e desempenho do produto final.



Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

Introdução a metalurgia do pó

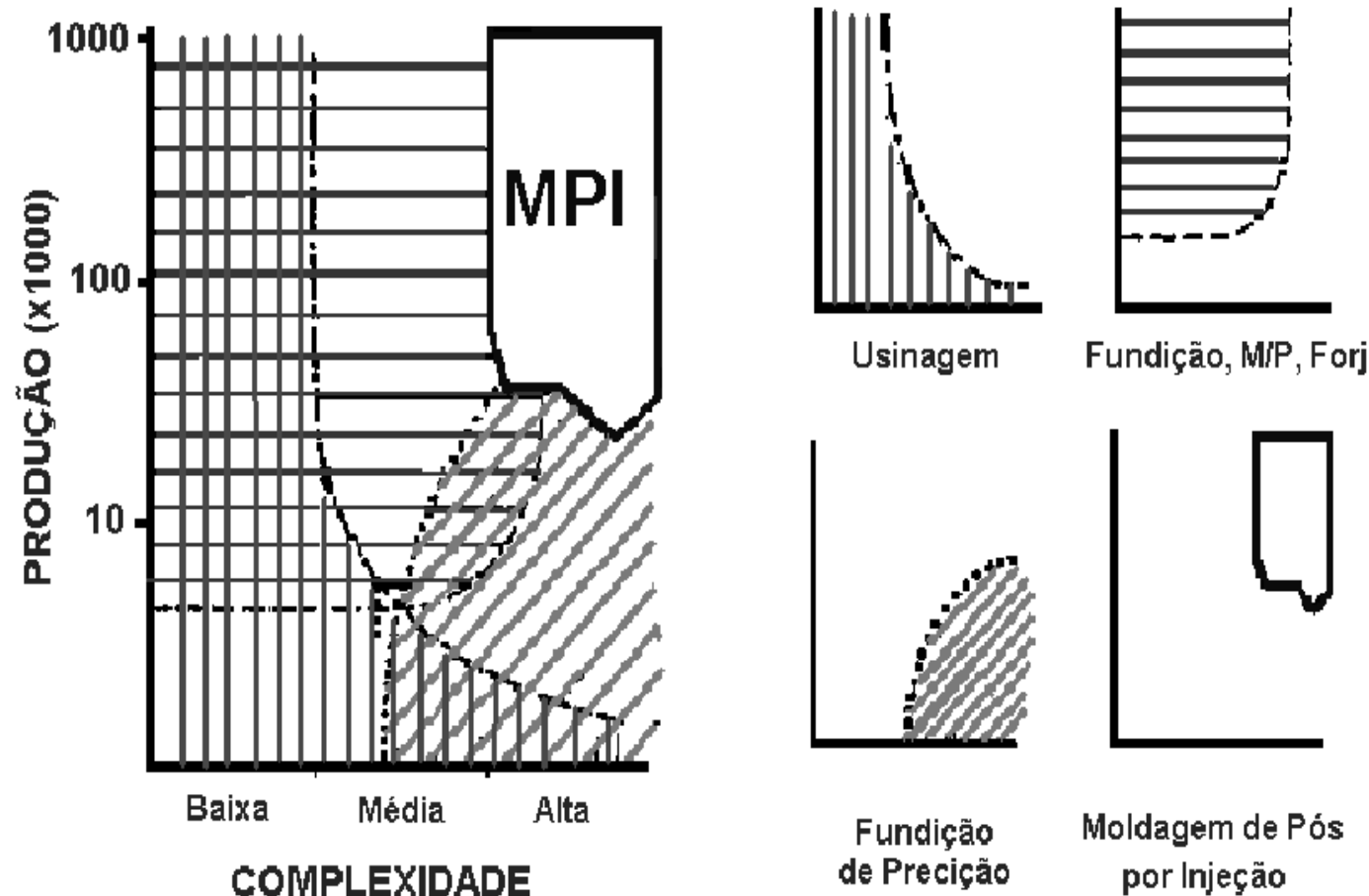
Figura 3 – Nichos onde atua a Metalurgia do Pó.



Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

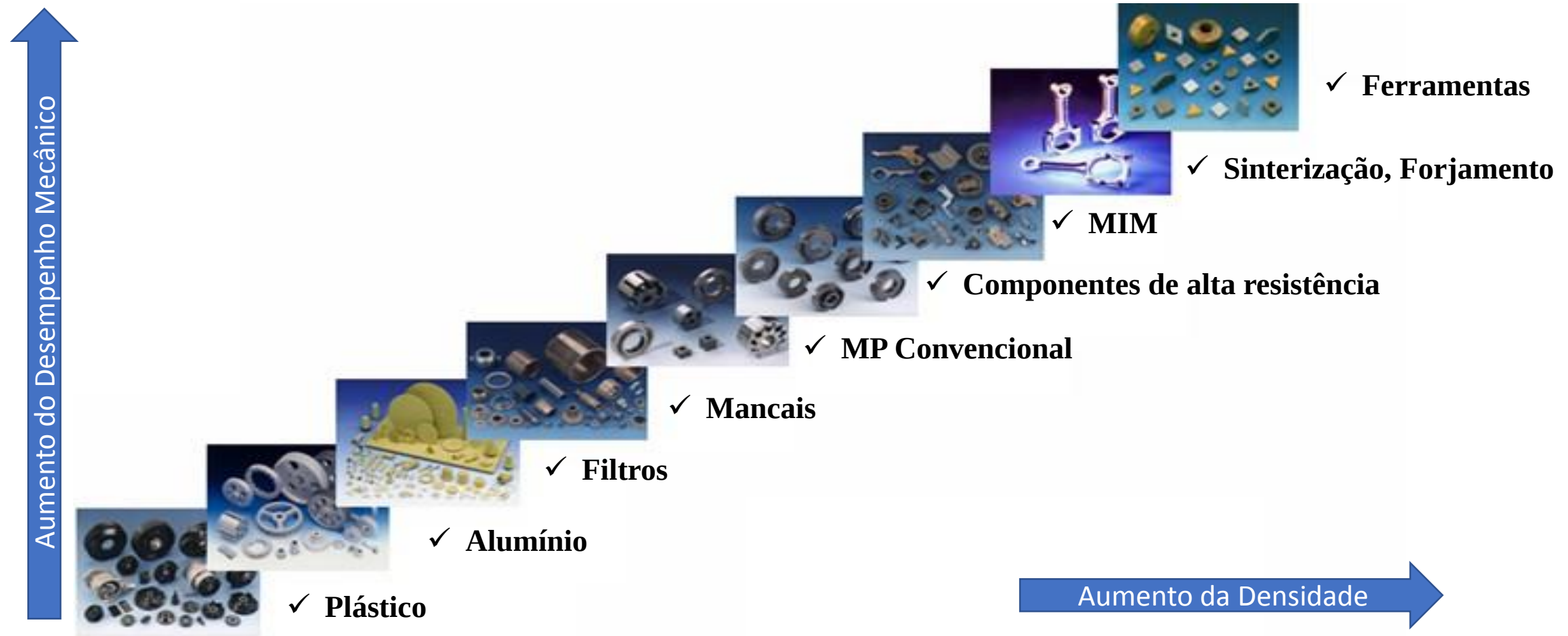
Processos de conformação de metais

Figura 4 – Metalurgia do Pó e outros processos de conformação de metais.



Materiais produzidos pela M/P

Figura 5 – comparação de desempenho entre diversos materiais.



Processos de obtenção de Pós Metálicos

➤ Vários processos permitem a fabricação de pó metálico:

- ✓ Mecânicos (Cominuição de metais e moagem de alta energia),
- ✓ Químico (redução de um composto em estado sólido e decomposição térmica),
- ✓ Eletroquímicos, atomização (gás, água e centrífuga) e outros processos (vaporização e reações de síntese para pós intermetálicos).

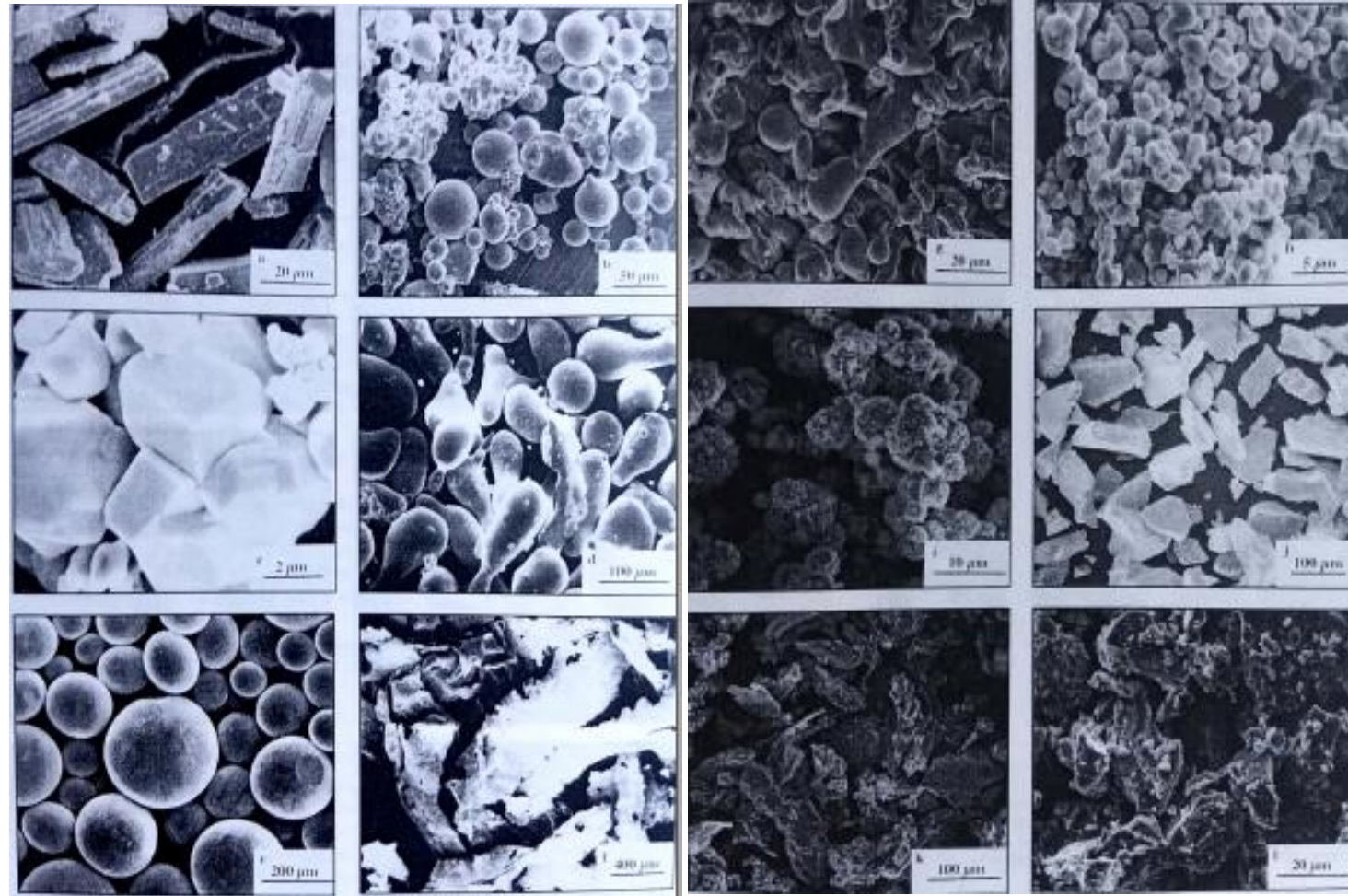
Figura 6 – Os vários formatos e tamanhos obtidos de pós, resultando em características que influenciam nas propriedades físicas do pó.



Caracterização de pó

- Forma
- Tamanho
- Distribuição de tamanho
- Densidade aparente
- Escoabilidade

Figura 7 – Alguns exemplos de diversos formatos e tamanhos de pós metálicos como visto em (MEV).



Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

Caracterização de pó

- **Forma**

- ✓ Avaliação qualitativa

- Esférica, alongada, acicular, flocos

- ✓ Razão de aspecto

- Medida em imagem de microscópio

- Razão = dimensão maior/dimensão menor

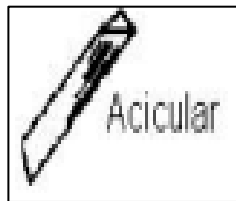
- **A importância do tamanho de partícula**

- ✓ Nos materiais sintetizados

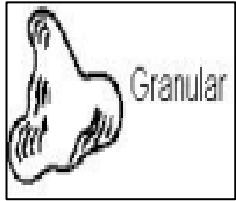
- Muitas propriedades dependem do tamanho de grão, que por sua vez depende do tamanho de partícula.

- Nos materiais em que a porosidade é relevante, ela depende da distribuição de tamanho de partícula.

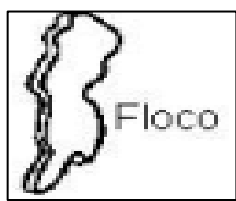
- O processamento é sensível a distribuição de tamanho.



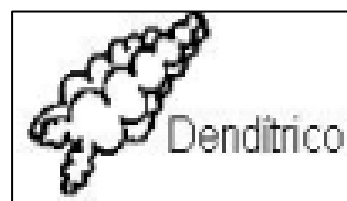
Acicular



Granular



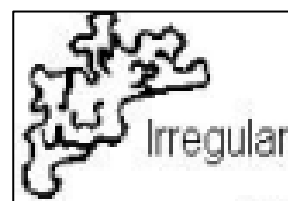
Floco



Dendrítico



Esférico



Irregular



Esponjoso ou poroso



Angular

Caracterização de pó

- **Tamanho de partícula**
 - Tamanho médio
 - “diâmetro médio equivalente”
- **Distribuição de tamanho de Partícula**

tamanho: Parâmetros geométricos

Figura 8 – Métodos de medida de tamanho de partícula com formato irregular.

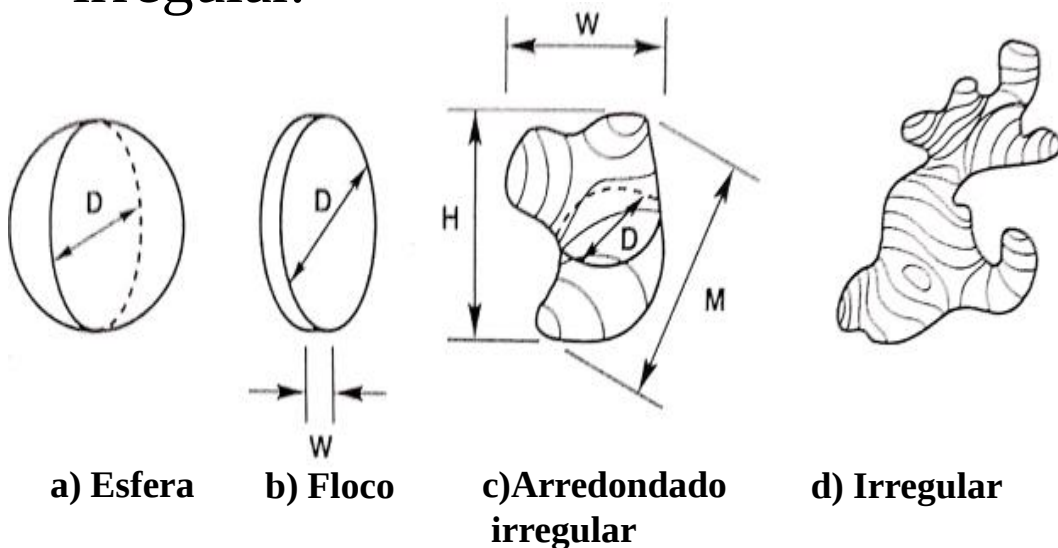
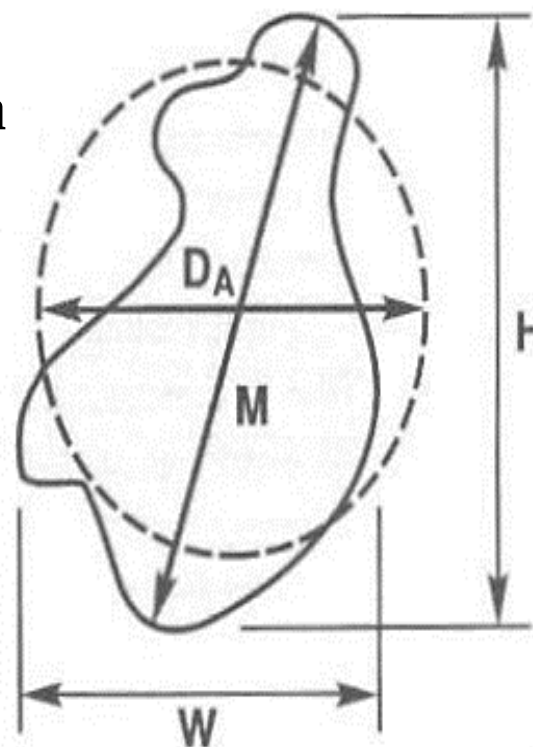


Figura 9 – A imagem projetada de uma partícula arredondada, mas irregular.



Medidas de tamanhos possíveis

H= Altura Projetada

W=Largura Projetada

M=Máximo comprimento

Diâmetro esférico equivalente.

$$D_A = (4A / \pi)^{1/2}$$

$$D_S = (S / \pi)^{1/2}$$

$$D_V = (6V / \pi)^{1/3}$$

A= Área Projetada

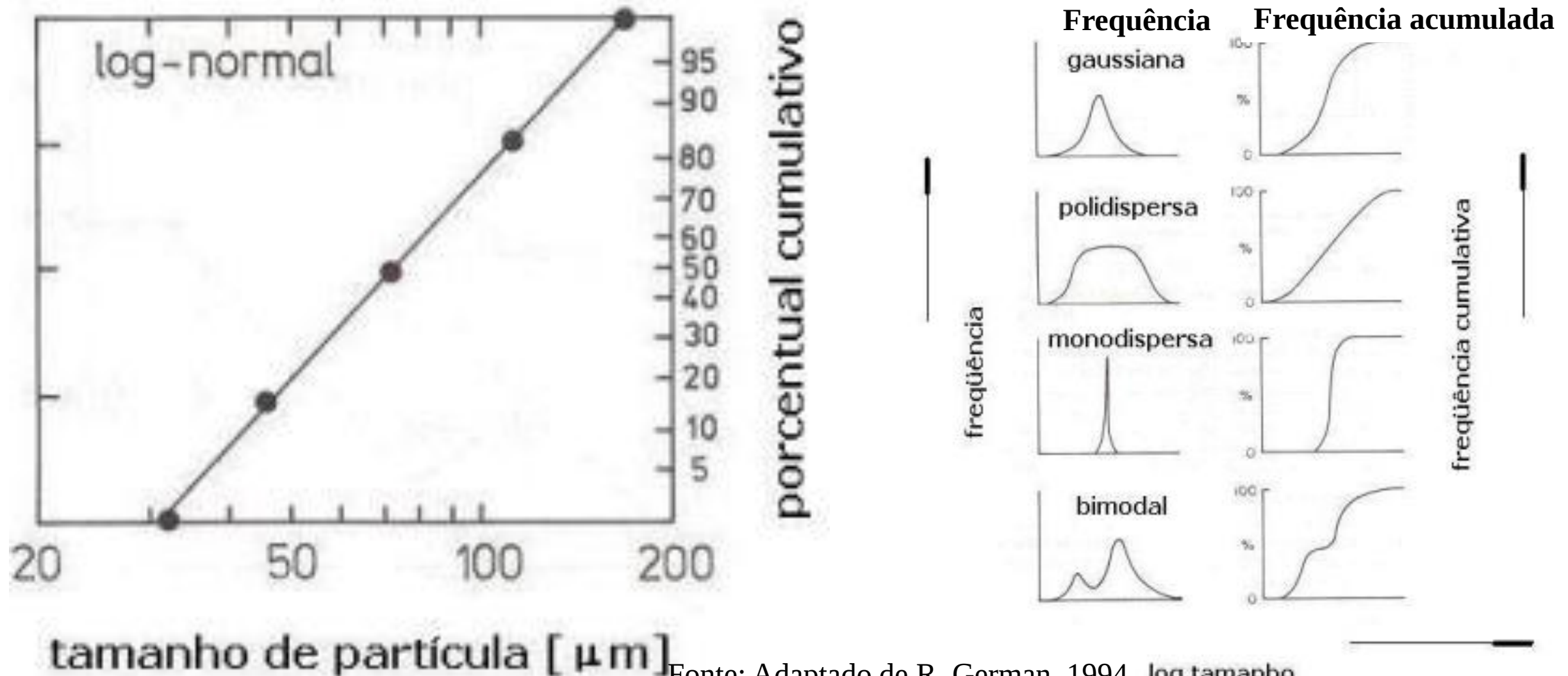
S= Superfície Projetada

V= Volume

Caracterização de pó

- **Distribuição de tamanho de Partícula**

Figura 10 – Distribuição granulométrica por peneiramento e gráfico de distribuição normal.



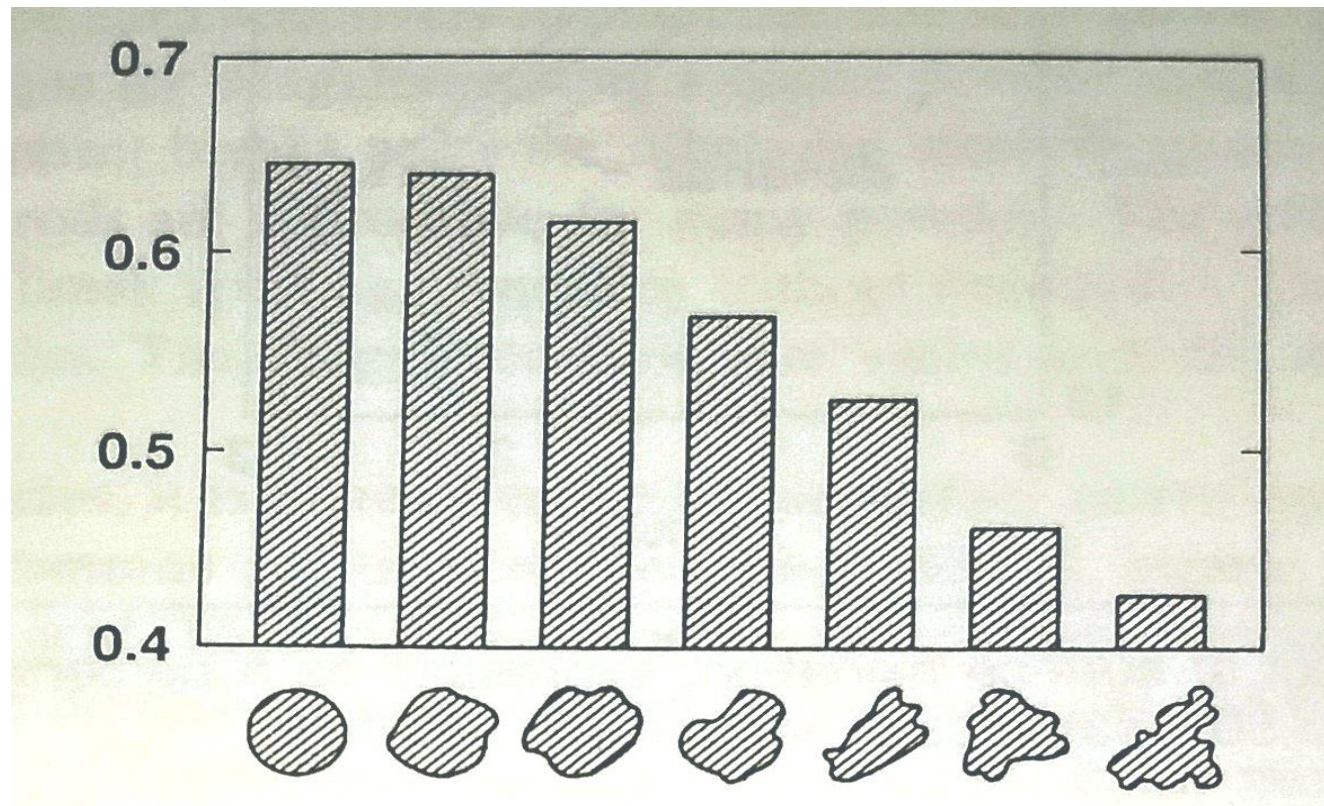
Fonte: Adaptado de R. German, 1994. log tamanho

Caracterização de pó

Efeito da forma na densidade aparente

Figura 11 – Um gráfico de densidade fracionaria para pós monosizados versus rugosidade, conforme expresso por um perfil de partícula típica. A densidade do empacotamento depende da aspereza e irregularidade das partículas

Densidade fracionaria



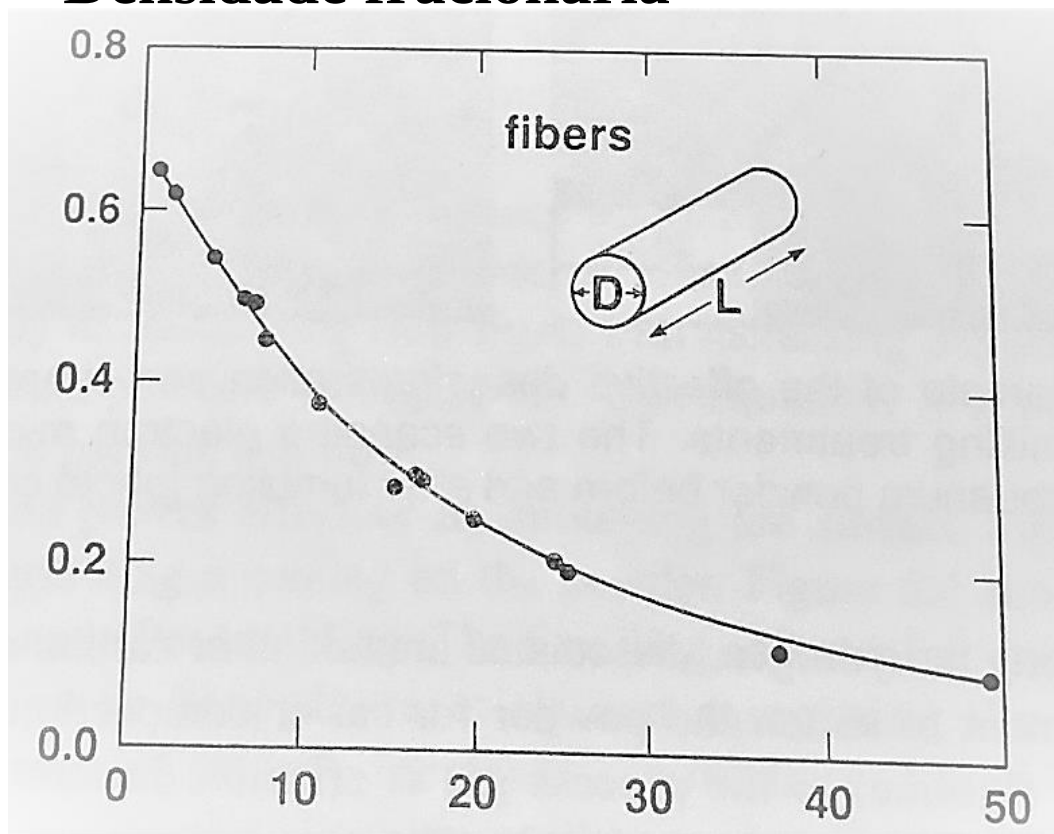
Aumento da rugosidade das partículas

Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

Caracterização de pó

Figura 12 – Um gráfico da mudança na densidade de empacotamento com a relação comprimento / diâmetro (L / D) para fibras. O melhor empacotamento ocorre com partículas equiaxiais.

Densidade fracionaria

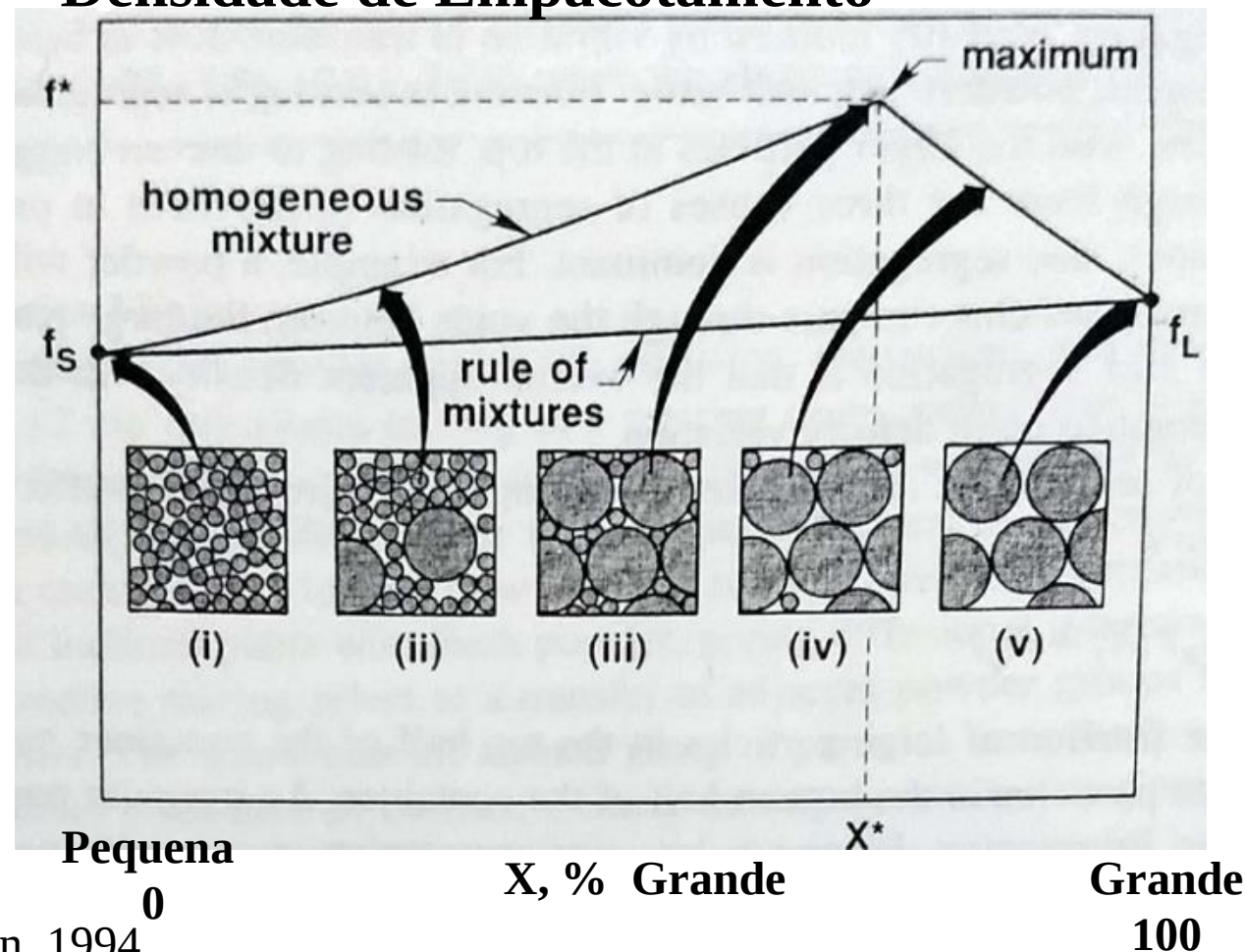


L/D , Comprimento do diâmetro

Fonte: Adaptado de R. German, 1994.

Figura 13– Um gráfico da densidade fracionaria de compactação versus composição para misturas bimodais de esferas grandes e pequenas. Os esboços mostram como a densidade melhora até o ponto crítico em que as partículas grandes são compactadas e as pequenas partículas preenchem os espaços intersticiais.

Densidade de Empacotamento



Técnicas para a análise granulométrica

Tabela 1 - Faixas de tamanho recomendadas para cada método de análise granulométrica

Método	Faixa de aplicação (µm)
Peneiramento	5-100.000
Difração laser (Mastersizer 3000E)	0,1 a 1.000
Microscopia óptica	0,2-50
Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	0,005-100

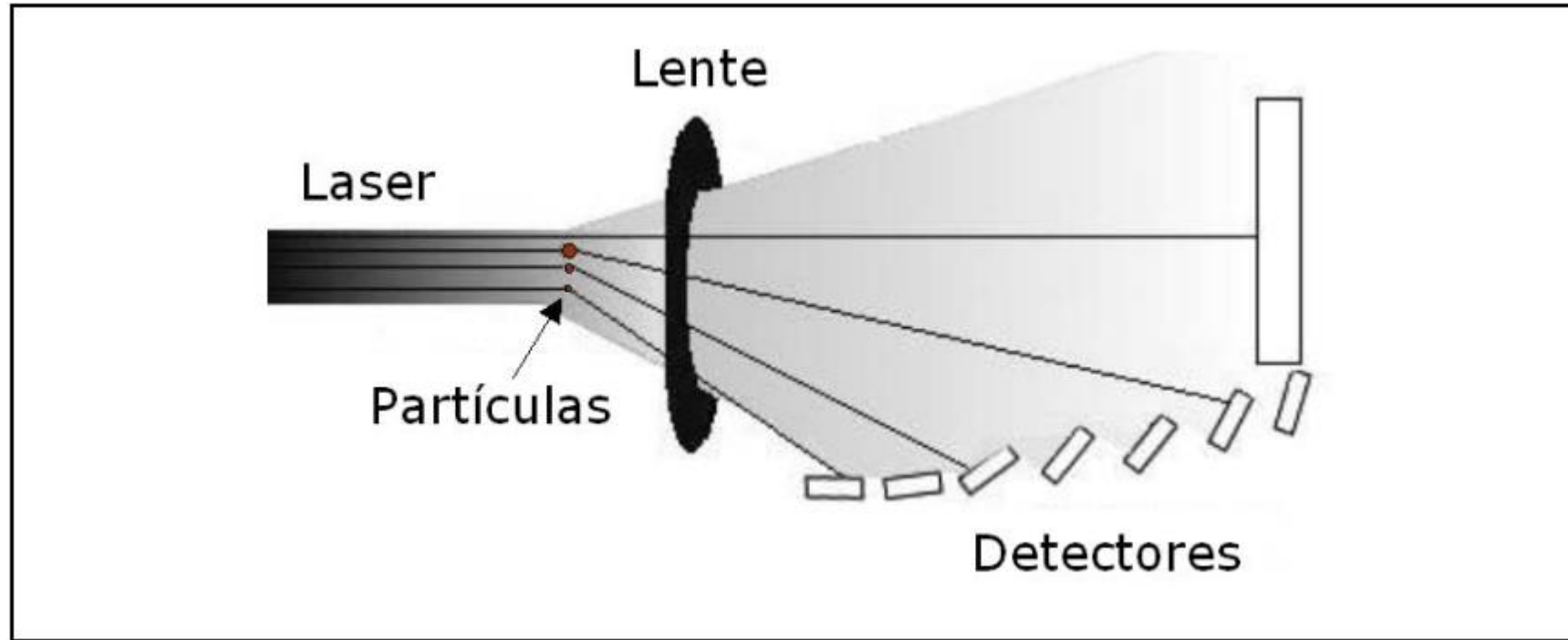
Fonte: Adaptado de LIMA VERDE et al., 2013, p.130.

Figura 14 - a) Agitador eletro-magnético e peneiras redondas para análise granulométrica. b) Distribuição das partículas nas peneiras, c) Mastersizer 3000E, d) microscopia óptica e e) microscopia eletrônica de varredura.



DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS UTILIZANDO O EQUIPAMENTO MASTERSIZER

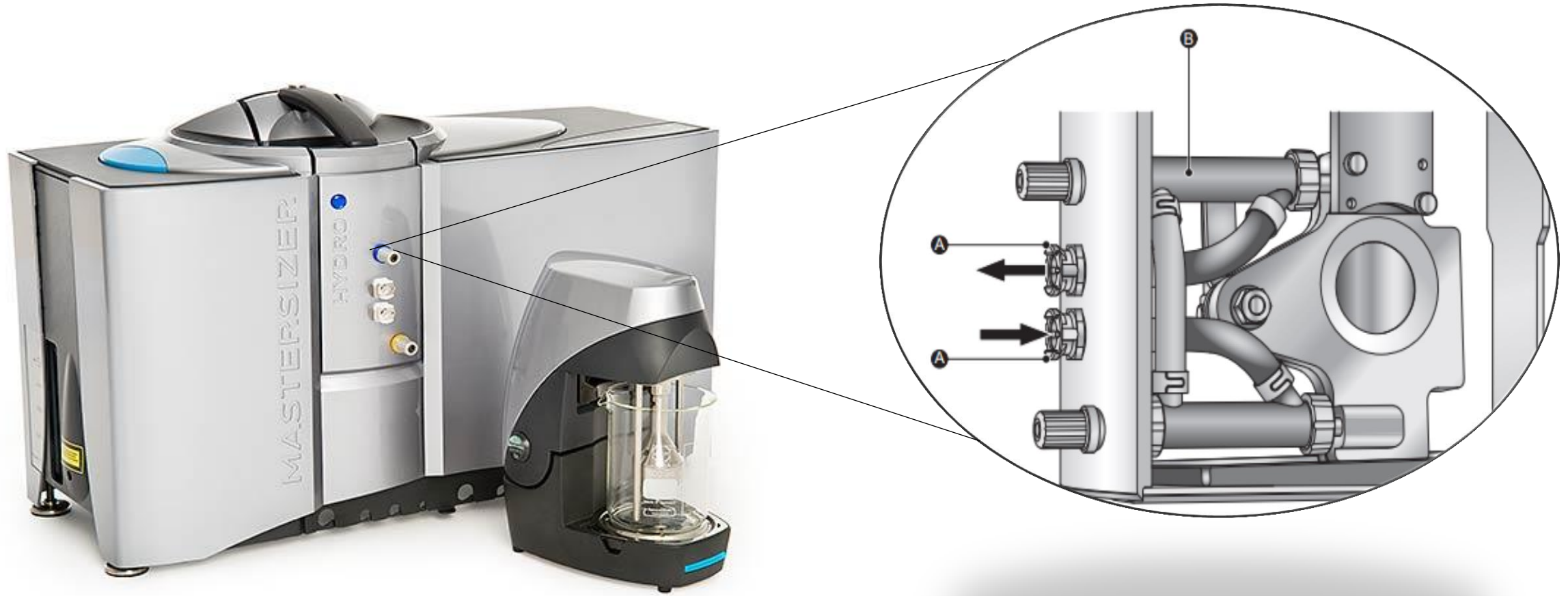
Figura 15 – Representação da difração laser ocorrida durante a análise do tamanho de partículas.



No método de difração a laser as partículas grossas espalham o raio a menores ângulos e vice-versa. O equipamento possui um sistema de detectores com luz vermelha, que detectam o espalhamento frontal, lateral e posterior. A fonte de comprimento de onda fixo de luz vermelha é o Laser néon de Hélio, cujo comprimento de onda define a faixa de tamanho de partícula que o aparelho mede. Nesse caso, como $\lambda=632,8 \text{ nm}$.

Características do Equipamento

Figura 16 – Foto do equipamento Malvern Mastersizer3000E.



Escolha do Dispersante (Meio de Suspensão)

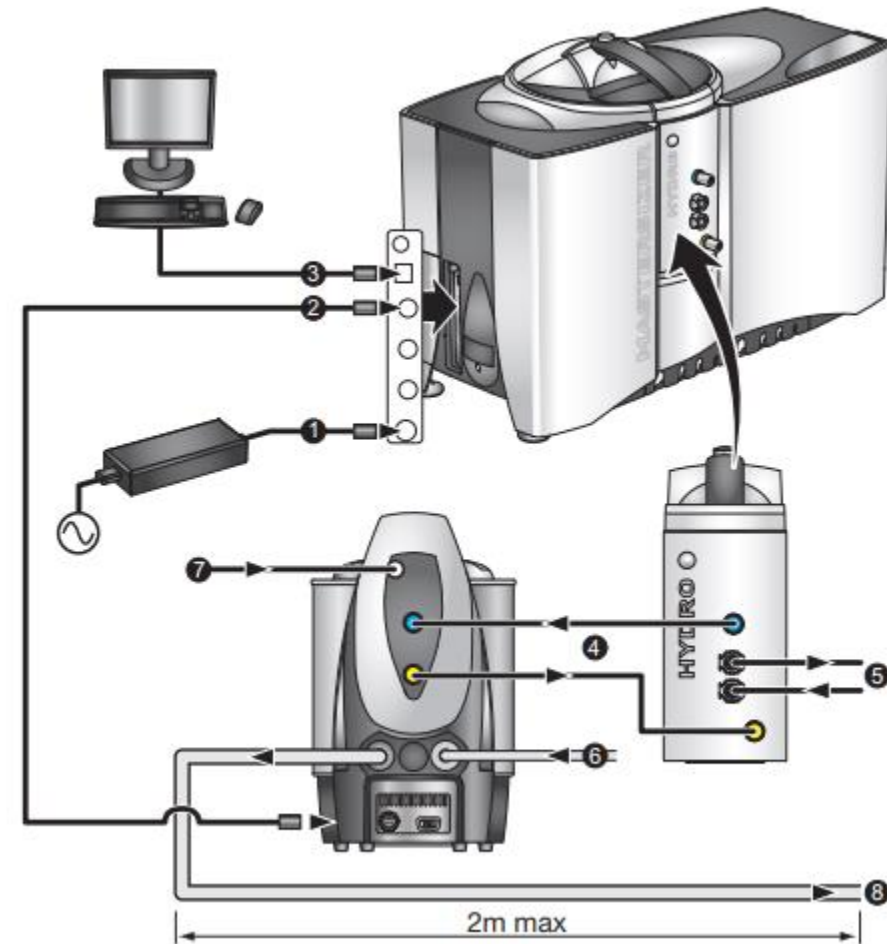
Tabela 2 – Dispersantes utilizados e seus respectivos índices de refração na ordem decrescente de uso (MASTERSIZER 3000E)

Dispersante	Índice de Refração	Dispersante	Índice de Refração
Água	1,33	Acetona	1,36
Etanol	1,36	Butanona	1,38
Álcool isopropílico	1,39	Hexano	1,38

Características do Equipamento

O Mastersizer 3000E é considerado o principal instrumento de análise de tamanho de partículas por difração laser no mercado pelo design, desempenho e experiência do usuário no software. No entanto, alguns clientes não precisam imediatamente da funcionalidade avançada que o Mastersizer 3000 oferece. Portanto, a Malvern Panalytical introduziu um instrumento básico para a família de produtos Mastersizer que se baseia no design comprovado do Mastersizer 3000, mas com funcionalidade de software e desempenho mais básico.

Figura 17 – Foto do equipamento Malvern Mastersizer3000E com o sistema completo.



Interpretação da Análise Granulométrica

A Figura 18 - ilustra a tela com os resultados de uma análise granulométrica realizada no equipamento Mastersizer 3000E.

Measurement Details

Sample Name

Average of 'Bauxita para C.A. Propantes - Sinterlite'

Operator Name

Cliente

SOP File Name

HydroEV.cfg

Measurement Date Time

12/09/2018 14:31:51

Analysis Date Time

12/09/2018 14:31:51

Result Source

Averaged

Analysis

Particle Name

Bauxita

Dispersant Name

Water

Particle Absorption Index

0,100

Weighted Residual

1,20 %

Analysis Model

General Purpose

Particle Refractive Index

1,530

Dispersant Refractive Index

1,330

Laser Obscuration

21,09 %

Scattering Model

Mie

Analysis Sensitivity

Normal

Result

Concentration

0,0138 %

Uniformity

0,853

Specific Surface Area

532,0 m²/kg

D [3;2]

4,42 μm

D [4;3]

13,6 μm

Span

2,729

Result Units

Volume

Dv (10)

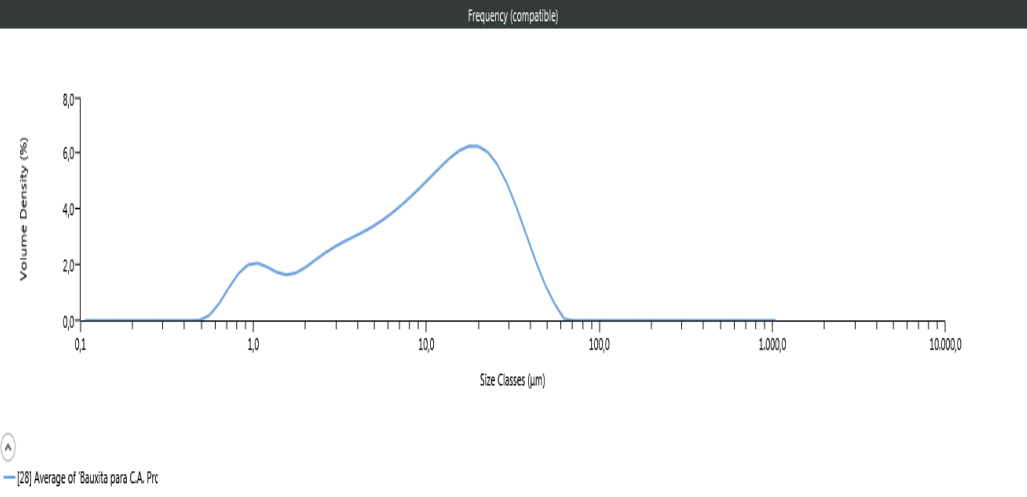
1,52 μm

Dv (50)

10,6 μm

Dv (90)

30,4 μm



Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In	Size (μm)	% Volume In
0,0995	0,00	0,357	0,00	1,28	1,44	4,58	2,81	16,4	5,23	58,9	0,00	211	0,00	756	0,00
0,113	0,00	0,405	0,00	1,45	1,36	5,21	3,00	18,7	5,23	66,9	0,00	240	0,00	859	0,00
0,128	0,00	0,461	0,00	1,65	1,41	5,92	3,21	21,2	5,06	76,0	0,00	272	0,00	976	0,00
0,146	0,00	0,523	0,14	1,88	1,59	6,72	3,45	24,1	4,69	86,4	0,00	310	0,00	1110	
0,166	0,00	0,594	0,50	2,13	1,81	7,64	3,71	27,4	4,12	98,1	0,00	352	0,00		
0,188	0,00	0,675	0,98	2,42	2,02	8,68	3,99	31,1	3,40	111	0,00	400	0,00		
0,214	0,00	0,767	1,42	2,75	2,20	9,86	4,28	35,3	2,59	127	0,00	454	0,00		
0,243	0,00	0,872	1,69	3,12	2,36	11,2	4,57	40,1	1,78	144	0,00	516	0,00		
0,276	0,00	0,991	1,73	3,55	2,50	12,7	4,85	45,6	1,05	163	0,00	586	0,00		
0,314	0,00	1,13	1,61	4,03	2,65	14,5	5,08	51,8	0,49	186	0,00	666	0,00		

Resumo de como funciona o Mastersizer 3000E



MASTERSIZER 3000
RESUMO DO PRODUTO

Referências

GERMAN, R. M. Powder metallurgy science. 2nd. ed. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1994.

GERMAN, R. M. Sintering theory and practice. Nova York: John Wiley & Sons, 1996.

MALVERN. Difração Laser. Disponível em: <<http://www.malvern.com/>>. Acesso em: 03 Jun. 2019.

MALVERN INSTRUMENTS Ltd, Getting Started, Hydro series wet dispersion units, (Man 0479-2.2), Issue 2.2 August 2013.