

ANTONIO MARIO LEAL MARTINS COSTA

**Estudo da Influência das Micro-estruturas e da  
Porosidade de Pastilhas de Alumina no Pulso  
Ultra-sônico no Domínio da Frequência**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós graduação em Ciência e Tecnologia Nucleares do Instituto de Engenharia Nuclear da Comissão Nacional de Energia Nuclear como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Grau de Mestre em Ciências em Engenharia Nuclear - Profissional em Engenharia de Reatores

Orientador: Prof. Dr. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt

Rio de Janeiro

2009

LEAL Leal Martins Costa, Antonio Mario.

**Estudo da Influência das Micro-estruturas e da Porosidade de Pastilhas de Alumina no Pulso Ultra-sônico no Domínio da Frequência** / Antonio Mario Leal Martins Costa – Rio de Janeiro: CNEN/IEN, 2009.

82f.

Orientador: Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt  
Dissertação (Mestrado em Engenharia de Reatores) – Instituto de Engenharia Nuclear, PPGIEN, 2009.

1. Caracterização não-destrutiva. 2. Ultra-som. 3. Porosidade. 4. Análise micro-estrutural.

CDD  
CDU

# **Estudo da Influência das Micro-estruturas e da Porosidade de Pastilhas de Alumina no Pulso Ultra-sônico no Domínio da Frequência**

Antonio Mario Leal Martins Costa

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA NUCLEARES DO INSTITUTO DE ENGENHARIA NUCLEAR DA COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR – ÊNFASE PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE REATORES.

Aprovada por:

---

Prof. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt, D. Sc.  
(Orientador)

---

*Prof. Maria da Conceição Barbosa Vieira Soares, Dra. Sc.*  
(PPGIEN/CNEN)

---

Dr. Carlos Alfredo Lamy, D. Sc.  
(IEN/CNEN)

---

Prof. Lilian Pantoja Sosman, Dra. Sc.  
(UERJ-RJ)

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

ABRIL DE 2009

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais: Mario e Marilene D'Amato Martins Costa.  
Aos meus irmãos: Angelina, Haidê, Tito, Giovanni, José e Rita.  
Aos meus sobrinhos: Thyago, Tito, Daniel, Ary e Gabriella.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a toda a minha família, pois sempre me apoiaram. Aos meus pais, pessoas maravilhosas que admiro muito, e que se esforçaram para me dar todo o carinho e a educação necessária para que eu pudesse realizar meus feitos acadêmicos, caso contrário nada disso seria possível. Agradeço aos meus irmãos que sempre estiveram presentes em minhas conquistas, em especial meus irmãos Tito e Geli, que são também meus padrinhos e sempre me trataram como um filho. Aos meus sobrinhos, Thyago, Tito, Daniel, Ary e Gabriella por estarem presentes na minha vida. Olhando a minha família eu posso dizer que sou muito afortunado, pois são pessoas extraordinárias que amo muito.

A minha noiva Carla, a quem amo muito, e que sempre me deu força na área acadêmica e pessoal, me mostrando a cada dia o tipo de homem e pesquisador que quero ser. Sempre presente com a palavra certa na hora certa, se mostrando sempre uma companheira carinhosa, e que admiro muito pela força com que encara as dificuldades da vida.

A minha sogra, dona Eliane, e minhas cunhadas, Elaine e Bárbara, por quem tenho grande carinho e já são parte da minha família.

Aos meus amigos, que são mais irmãos que amigos, Dani, Otávio e Eduardo, que sempre tiveram a paciência de ouvir meus desabafos e me ajudar a resolver os problemas.

Ao meu orientador Marcelo Bittencourt, que me ajudou a evoluir na área de pesquisa me mostrando como um pesquisador deve agir. Aos professores Raul e Lilian da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), que me ajudaram muito a crescer academicamente.

Aos meus amigos de mestrado, Rafael, Carla, Altivo, Douglas que sempre me ajudaram quando eu tinha alguma dúvida.

A pós-graduação do Instituto de Engenharia Nuclear pela oportunidade de pesquisa, prestando os recursos necessários para o desenvolvimento do meu trabalho e, aos professores do programa de mestrado sempre dispostos a ajudar.

Agradeço também a Comissão Nacional de Energia Nuclear pelo apoio financeiro, sem o qual não teria a possibilidade de realizar o mestrado.

Resumo da Dissertação apresentada ao IEN/CNEN como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

## **ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS MICRO-ESTRUTURAS E DA POROSIDADE DE PASTILHAS DE ALUMINA NO PULSO ULTRA-SÔNICO NO DOMÍNIO DA FREQUÊNCIA**

**Antonio Mario Leal Martins Costa**

Abril/2009

Orientador: Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt

Programa: Engenharia Nuclear

Esse trabalho é parte integrante de um estudo que visa a aplicabilidade da técnica ultra-sônica no domínio da frequência para a caracterização não destrutiva de pastilhas combustíveis cerâmicas, que é de grande interesse devido a preocupação com a segurança e eficácia na indústria nuclear.

Nesse Trabalho foram analisadas as alterações nos espectros de frequência, gerados pela passagem de um pulso ultra-sônico através de pastilhas cerâmicas à base de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ). Utilizando a técnica ultra-sônica no domínio da frequência, juntamente com análise micro-estrutural das pastilhas, através do microscópio eletrônico de varredura, foi possível associar as características do material inspecionado ao seu respectivo espectro de frequência. A caracterização foi feita em 40 pastilhas de Alumina sinterizadas às temperaturas de 1150, 1400, 1480, 1540 e 1580°C com porosidades, medidas pelo método de Arquimedes, variando de 5,09% a 37,3%.

Os resultados obtidos mostram que esta técnica ultra-sônica é eficaz na determinação da micro-estrutura de pastilhas cerâmicas de Alumina podendo ser aplicado na caracterização de outros materiais porosos em uma linha de produção, onde o formato do espectro de frequência gerado pela estrutura do material pode determinar se as pastilhas se enquadram nas especificações requeridas.

Palavras-chave: caracterização não-destrutiva, ultra-som, porosidade, análise micro-estrutural.

Abstract of Dissertation presented to IEN/CNEN as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

**STUDY OF THE INFLUENCE OF MICRO-STRUCTURES AND POROSITY OF  
PELLETS ALUMINA IN THE ULTRASONIC PULSE IN THE FREQUENCY  
DOMAIN**

**Antonio Mario Leal Martins Costa**

April/2009

Advisor: Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt

Program: Nuclear Engineering

This work is part of a study to the applicability of ultrasonic technique in the frequency domain for non-destructive characterization of ceramic pellets fuel, which is of great interest because of concern about the safety and efficacy in the nuclear industry.

In this work it was analysed if there were changes in frequency spectrum, generated by the traveling of an ultrasonic pulse through ceramic pellets of aluminum oxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Using the ultrasonic technique in the frequency domain, together with micro-structural analysis of pellets by scanning electron microscope, it was possible to associate the characteristics of the material inspected with its respective frequency spectrum. The characterization was performed on 40 pellets alumina sintered in the temperatures of 1150, 1400, 1480, 1540 and 1580<sup>0</sup>C with porosities, as measured by the Archimedes method, ranging from 5.09% to 37.3%.

The results show that the ultrasonic technique is effective in determining the micro-structure of ceramic alumina pellets and can be applied in the characterization of other porous materials in a production line, where the format of the frequency spectrum generated by the structure of the material may determine if the pellets belong the required specifications.

Keywords: non-destructive characterization, ultrasound, porosity, micro-structural analysis.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE TABELAS	xii
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
2.1-MATERIAL CERÂMICO	2
2.2-POROS	3
2.3-SINTERIZAÇÃO	4
2.4-MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE POROS	6
2.4.1-Método de Arquimedes	7
2.4.2-Porosimetria por Intrusão de Mercúrio	7
2.4.3-Transmissão de Raios Gama	7
2.4.4-Técnica Ultra-sônica no Domínio do Tempo	8
2.5-ULTRA-SOM	9
2.5.1- REFLEXÃO E REFRAÇÃO	11
2.5.2-ATENUAÇÃO	12
2.5.2.1-Absorção	13
2.5.2.2-Espalhamento	14
2.5.2.3-Transdutor e Divergência do Feixe Ultra-sônico	15
2.6-DISPERSÃO	16
2.7-TÉCNICAS ULTRA-SÔNICAS	18
CAPÍTULO 3- FUNDAMENTAÇÃO DA PESQUISA	20
3.1- TÉCNICA ULTRA-SÔNICA NO DOMÍNIO DA FREQUÊNCIA	21
CAPÍTULO 4- MATERIAIS E METODOLOGIA	25
CAPÍTULO 5- RESULTADOS E DISCUSSÕES	41
5.1-ALUMINA VERDE	47
5.2-ALUMINA COM ESTRUTURA DE TRANSIÇÃO	50
5.3-ALUMINA SINTERIZADA	57
5.3.1-Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C	57
5.3.2-Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C	61
5.3.3-Análise Geral das Pastilhas Sinterizadas	66
CAPÍTULO 6- CONCLUSÕES	70
CAPÍTULO 7- REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	72
ANEXO A	75



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1:	Os átomos se difundem dos pontos de contato para aumentar a área de contato [15].	4
Figura 2:	Etapas do processo de sinterização mostrando o contato inicial entre os grãos (2a), o processo de difusão atômica com a formação de pescoço (2b), poros abertos, que se comunicam por canais (2c) e formação de poros fechados pela diminuição do tamanho dos poros (2d).	6
Figura 3:	Onda longitudinal onde as partículas se movimentam na mesma direção de propagação da onda.	10
Figura 4:	Onda transversal onde as partículas se movimentam na direção perpendicular a direção de propagação da onda.	10
Figura 5:	Reflexão e refração de uma onda mecânica.	11
Figura 6:	Espalhamento da onda acústica por uma esfera de material elástico suspensa no ar.	15
Figura 7:	Divergência de um feixe ultra-sônico em campo distante.	16
Figura 8:	Imagem de um pulso ultra-sônico [20].	16
Figura 9:	Superposição de três ondas de frequências 0,85MHz, 1MHz e 1,21MHz gerando um pulso de 1MHz [19].	17
Figura 10:	Pulso ultra-sônico, onde é possível notar as velocidades de fase ( $v$ ) e a de grupo ( $u$ ) [20].	17
Figura 11:	Técnica de Pulso-eco onde apenas um transdutor é utilizado como emissor e receptor do sinal.	19
Figura 12:	Técnica de transmissão onde são utilizados dois transdutores, um emissor e um receptor.	19
Figura 13:	Sinal adquirido pela técnica de pulso-eco no domínio do tempo com um transdutor de 5MHz em um metal com a espessura de 10mm.	20
Figura 14:	Sinal adquirido pela técnica do pulso-eco no domínio do tempo com o mesmo transdutor de 5MHz em uma peça cerâmica com espessura de 4mm e porosidade 11,10%.	21
Figura 15:	A Figura 15a mostra o sinal adquirido pela técnica do pulso-eco no domínio do tempo com um transdutor de 5MHz de onda longitudinal em uma peça cerâmica com espessura de 4mm e porosidade 11,10%. A Figura 15b mostra o espectro dessa mesma pastilha gerado pela Transformada Rápida de Fourier.	22

Figura 16:	Apresenta os espectros de frequência das pastilhas 1480-50-5 (16a) e 1480-50-6 (16b) sinterizadas a mesma temperatura (1480°C), mesma pressão (50Kgf/m <sup>2</sup> ) e que apresentaram porosidades iguais (21,20%), mas diferentes espectros de frequência.	24
Figura 17:	Pastilhas de Alumina usadas para análise com espessura de 4mm.	26
Figura 18:	Esquema experimental de aquisição dos espectros de frequência das pastilhas de Alumina.	28
Figura 19:	Espectro de frequência da pastilha 1480-50-6, que possui a porosidade de 21,20%, gerada por um transdutor longitudinal de 5MHz.	29
Figura 20:	Mostra os espectros de frequência das pastilhas 1480-50-6 (porosidade 21,20%) e 1150-100-2 (porosidade 37,20%) sobrepostos, onde pode ser observado que as faixas de frequência fora do retângulo verde são semelhantes.	30
Figura 21:	Espectro de frequência gerado por um transdutor de ondas longitudinais de 5MHz de frequência sem estar acoplado a nenhuma pastilha e visualizado na tela do Explorer II pelo programa MUIS32.	31
Figura 22:	A Figura 22a apresenta o espectro de frequência da pastilha 1580-50-2 (em azul) sobreposta a resposta impulsiva do sistema (em vermelho). A Figura 22b mostra a diferença entre o espectro de frequência da pastilha 1580-50-2 e a resposta impulsiva do sistema.	32
Figura 23:	A Figura 23a mostra aonde a pastilha foi fraturada, indicada pela linha de fratura. A Figura 23b mostra as três áreas analisadas no MEV.	38
Figura 24:	A Figura 24a mostra o interior da pastilha de Alumina 1580-50-1 feita pelo MEV com ampliação de 3000x e a Figura 24b mostra a máscara gerada pelo programa Image-Pro Plus para a contagem automática e medição dos poros, onde os pontos brancos são os poros contados e medidos.	39
Figura 25:	Imagem da pastilha de Alumina 1580-50-1 feita pelo MEV com ampliação de 3000x, onde é possível notar a guia de referencia, em verde, que relaciona quantos pixels formam a medida de 5µm.	40
Figura 26:	Grupos de espectros de frequência, gerados por um transdutor de 5MHz de onda longitudinal acoplado as pastilhas.	41
Figura 27:	Pastilha 1150-100-4 analisada no MEV com ampliação de 3.000x onde é possível ver os grãos individualizados.	45

Figura 28:	Pastilha 1480-100-3 analisada no MEV com ampliação de 3.000x onde é possível notar que ocorreu sinterização, mas ainda apresenta grãos individualizados.	45
Figura 29:	Pastilha 1580-100-4 analisada no MEV com ampliação de 3.000x mostrando que a pastilha foi bem sinterizada com planos de clivagem bem definidos.	46
Figura 30:	Mostra as imagens geradas pelo MEV com resolução de 10.000x das pastilhas 1150-100-4 (30a) e 1400-100-6 (30b), juntamente com seus respectivos espectros de frequência, Figuras 30c e 30d, ambos com suas respectivas porosidades.	47
Figura 31:	Espectros de frequência das pastilhas 1150-100-4 e 1400-100-6 sobrepostas.	49
Figura 32:	Imagens das pastilhas 1480-50-5 (32a) e 1480-50-6 (32b) geradas pelo MEV com a ampliação de 5.000x, juntamente com seus respectivos espectros de frequência (32c) e (32d).	51
Figura 33:	Imagens geradas pelo MEV das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C com ampliação de 3.000x e seus respectivos espectros de frequência.	53
Figura 34:	Mostra a estrutura interna da pastilha 1480-50-4 (a) que se assemelha muito a estrutura da pastilha 1480-50-5 (b). A Figura (c) mostra a superposição dos espectros de frequência dessas duas pastilhas.	54
Figura 35:	Mostra a estrutura interna da pastilha 1480-100-1 (a) que se assemelha muito a estrutura da pastilha 1480-50-6 (b). A Figura (c) mostra a superposição dos espectros de frequência dessas duas pastilhas.	55
Figura 36:	Mostra a estrutura da pastilha 1480-100-3 fotografada pelo MEV com ampliação de 3.000x (a) e seu respectivo espectro de frequência (b).	56
Figura 37:	Distribuição das áreas dos poros no interior das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C.	58
Figura 38:	A Figura 38a apresenta a superposição dos espectros de frequência das pastilhas 1580-50-1 e 1580-100-2 enquanto a Figura 38b apresenta a superposição dos espectros das pastilhas 1580-50-7 e 1580-100-4.	59
Figura 39:	Diferenças dos espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C analisadas pelo MEV sobrepostos, mostrando as principais frequências alteradas, entre os retângulos vermelhos, pelas distribuições de poros no interior dessas pastilhas.	61
Figura 40:	Distribuição das áreas dos poros no interior das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C.	63

Figura 41:	Espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C. A Figura 41a mostra a superposição dos espectros do grupo 6, enquanto a Figura 41b mostra a superposição dos espectros do grupo 6 juntamente com o espectro de frequência da pastilha 1540-100-2, que pertence ao grupo 7.	64
Figura 42:	Diferenças dos espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C analisadas pelo MEV sobrepostos, mostrando as principais frequências alteradas, entre o retângulo vermelho, pelas distribuições de poros no interior dessas pastilhas.	66
Figura 43:	Distribuição das áreas dos poros nas pastilhas sinterizadas as temperaturas de 1540°C e 1580°C.	67

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1:	Pastilhas de Alumina identificadas pelas temperaturas em que foram sinterizadas juntamente com as pressões de compactação e seus respectivos percentuais de porosidade medidos pelo método de Arquimedes.	27
Tabela 2:	Pastilhas escolhidas para micrografia e suas respectivas porosidades.	37
Tabela 3:	Pastilhas de Alumina identificadas por suas temperaturas e pressões de sinterização, relacionadas com seus percentuais de porosidades e separadas por grupos.	43
Tabela 4:	Espectros de Freqüência das pastilhas separadas em grupos com suas respectivas faixas de porosidade.	43
Tabela 5:	Temperatura de sinterização das pastilhas associadas ao tipo de estrutura verificado na análise estrutural através do MEV.	46
Tabela 6:	Relaciona a pastilha com suas respectivas porosidades e faixa dos tamanhos dos grãos.	48
Tabela 7:	Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C analisadas no MEV e suas respectivas porosidades e grupos.	52
Tabela 8:	Quantidade de poros dentro de faixas de área definidas.	57
Tabela 9:	Subtrações entre os espectros de freqüência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C.	60
Tabela 10:	Quantidade de poros dentro de faixas de área definidas.	62
Tabela 11:	Pastilhas sinterizadas a temperatura 1540°C e as pressões de 50Kgf/cm <sup>2</sup> e 100Kgf/cm <sup>2</sup> com seus respectivos grupos e percentuais de porosidade.	63
Tabela 12:	Subtrações entre os espectros de freqüência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C.	65
Tabela 13:	Distribuição total dos poros mensurados nas pastilhas sinterizadas as temperaturas de 1540°C e 1580°C.	67
Tabela 14:	Mostra as faixas de freqüência alteradas pela faixa de áreas dos poros juntamente com a sua respectiva faixa de quantidade de poros.	69

## 1-INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos possuem, devido a natureza de suas ligações atômicas, grande estabilidade química conferindo-lhes alta resistência à corrosão. A ausência de elétrons livres os torna bons isolantes térmicos e elétricos, possuem geralmente elevadas temperaturas de fusão o que justifica o interesse de indústrias que necessitam de materiais que suportem altas temperaturas sem comprometer sua integridade estrutural, tais como a indústria nuclear, a qual utiliza o cerâmico dióxido de urânio ( $UO_2$ ) como combustível nuclear.

Outra aplicação de cerâmicos porosos é relatada por Rosa [1], que enfatiza o crescente interesse industrial na área de microfiltração de líquidos e emulsões, para a purificação de combustíveis através da separação da água e óleo, e na separação das proteínas do leite. Além de outras áreas de pesquisas tais como a medicina e odontologia que se mostram claramente interessadas no desenvolvimento de próteses cerâmicas.

Os cerâmicos possuem uma estrutura porosa que influencia diretamente nas suas propriedades mecânicas e, para a indústria nuclear, conhecer a porosidade das pastilhas cerâmicas de  $UO_2$  é de grande interesse, pois neste material é necessária uma certa porosidade para acomodar os produtos de fissão, tais como o gás xenônio que fica armazenado nos poros da pastilha, minimizando o aumento de pressão dentro do tubo de revestimento. Desta forma, faz-se necessário controlar a porosidade com a finalidade de evitar inchamento, o que provoca trincas nas pastilhas.

Neste trabalho foi avaliada a porosidade de cerâmicas à base de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) utilizando técnica ultra-sônica, que tem sido muito explorada por pesquisadores para esse tipo de caracterização [2-13], principalmente pelo fato de se tratar de uma técnica não destrutiva. Em geral, a caracterização de materiais por ultra-som é realizada pela técnica de medição de velocidade, ou seja, no domínio do tempo. Entretanto uma nova técnica vem sendo desenvolvida no Laboratório de Ultra-som do Instituto de Engenharia Nuclear (LABUS/IEN), em que utiliza o domínio da frequência, onde a caracterização do material é feita por seu espectro de frequência.

## **2-REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1-MATERIAL CERÂMICO**

Materiais cerâmicos são materiais inorgânicos, formados por elementos metálicos e não metálicos unidos por meio de ligações iônicas e ou covalentes [14]. Na tabela periódica, podemos ver que os únicos elementos que são estáveis e se apresentam como átomos isolados na natureza são os gases nobres, os demais elementos são instáveis e não são encontrados separados naturalmente, pois só atingem estabilidade ao se ligarem a outros átomos. Os átomos são constituídos de um núcleo e uma eletrosfera, que é a região de maior probabilidade de se encontrar elétrons orbitando ao redor do núcleo. Os elétrons, quanto mais próximos do núcleo, mais são atraídos por ele, entretanto estes seguem uma regra com relação a proximidade do núcleo de acordo com suas energias, gerando uma distribuição em camadas. A camada mais afastada do núcleo é denominada camada de valência, e os elétrons que nela orbitam são chamados de elétrons de valência. Os elétrons de valência são os que tornam possíveis as ligações entre os átomos.

Os elementos metálicos, devido às suas configurações eletrônicas, possuem uma tendência a perder seus elétrons de valência para chegarem a uma situação mais estável, tornando-se assim íons positivamente carregados. Enquanto os elementos não-metálicos possuem a tendência a reter seus elétrons, podendo compartilhá-los, ou receber mais elétrons e se tornarem íons negativos. Quando há formação de íons negativos e positivos, existe uma atração coulombiana que dá origem à chamada ligação iônica. Porém, quando os átomos compartilham elétrons, não havendo a formação de íons, a ligação é chamada ligação covalente.

Ligações iônicas e covalentes são consideradas ligações fortes, ou seja, possuem uma alta estabilidade química, e para serem quebradas precisam receber uma alta quantidade de energia, e por esse motivo possuem altos pontos de fusão. Esses tipos de ligações também dificultam a existência de elétrons livres, o que torna o material um bom isolante térmico e elétrico.

## 2.2-POROS

O principal método de fabricação de cerâmicos é dada pela tecnologia do pó, o que geralmente resulta na formação involuntária de poros, os quais influenciam diretamente nas propriedades mecânicas tais como a resistência à flexão, dureza e o módulo de elasticidade, que diminuem com o aumento da porosidade [5].

A fabricação por pressão, que é um importante processo dentro da tecnologia do pó, consiste na prensagem do pó feita com o intuito de unir as partículas e conseguir assim um material compactado e mais denso. Mas essa prensagem das partículas, de formatos irregulares, gera uma certa porosidade, pois não é possível eliminar os vazios entre partículas irregulares apenas comprimindo-as. Com a finalidade de eliminar, ou apenas diminuir a porosidade de um material, é usado o processo de sinterização, que será apresentado na seção 2.3.

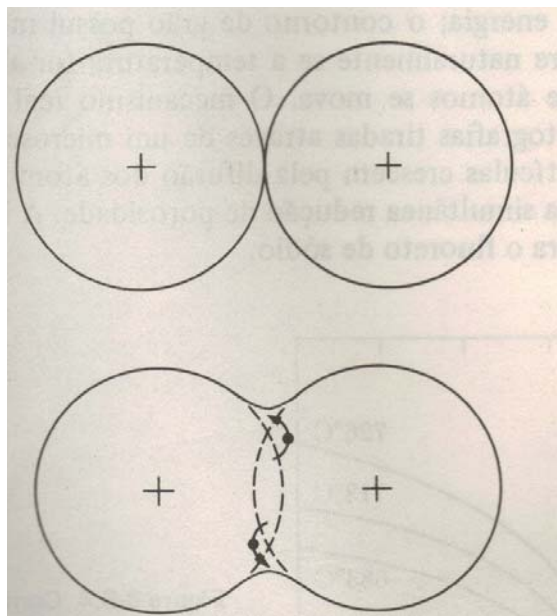
Existem dois tipos de poros que surgem durante os processos de fabricação de cerâmicos, são eles poros abertos e fechados. Quando apenas é feita a prensagem do pó, nesse compactado só vão existir poros abertos, que são aqueles que se comunicam entre si e com o meio externo. Quando submetemos esse compactado ao processo de sinterização, ocorre uma gradativa redução do número de interfaces entre os grãos de acordo com a temperatura de sinterização, o que gera o fechamento e a diminuição dos poros, que acabam ficando isolados, ou seja, sem comunicação entre si e nem com o exterior, então são chamados de poros fechados.

O processo de sinterização gera alterações significativas no produto cerâmico tais como a redução no volume e aumento da resistência mecânica. Esses dois fatores estão intimamente ligados a diminuição do tamanho e do número de poros presentes no material. Essas diminuições ocorrem a medida em que aumentamos a temperatura de sinterização, pois assim aumentamos a energia necessária para que ocorra a difusão atômica e os poros sejam gradativamente substituídos por matéria.



## 2.3-SINTERIZAÇÃO

A sinterização é o processo através do qual as pequenas partículas de um material se unem por difusão (movimentos atômicos) no estado sólido [14]. No processo de sinterização os grãos crescem e começam a se unir, diminuindo a energia superficial dos grãos [15], pois a natureza procura sempre a configuração mais estável, ou seja, de menor energia. Como as interfaces são pontos de maior energia, o processo diminui o número de interfaces unindo os grãos, mas sem fundi-los, pois a temperatura usada é sempre abaixo da temperatura de fusão do material. Na difusão, os átomos dos grãos migram dos pontos de contato, como mostra a Figura 1, para aumentar a área de contato entre os grãos, assim os poros vão sendo substituídos por matéria.



**Figura 1: Os átomos se difundem dos pontos de contato para aumentar a área de contato [15].**

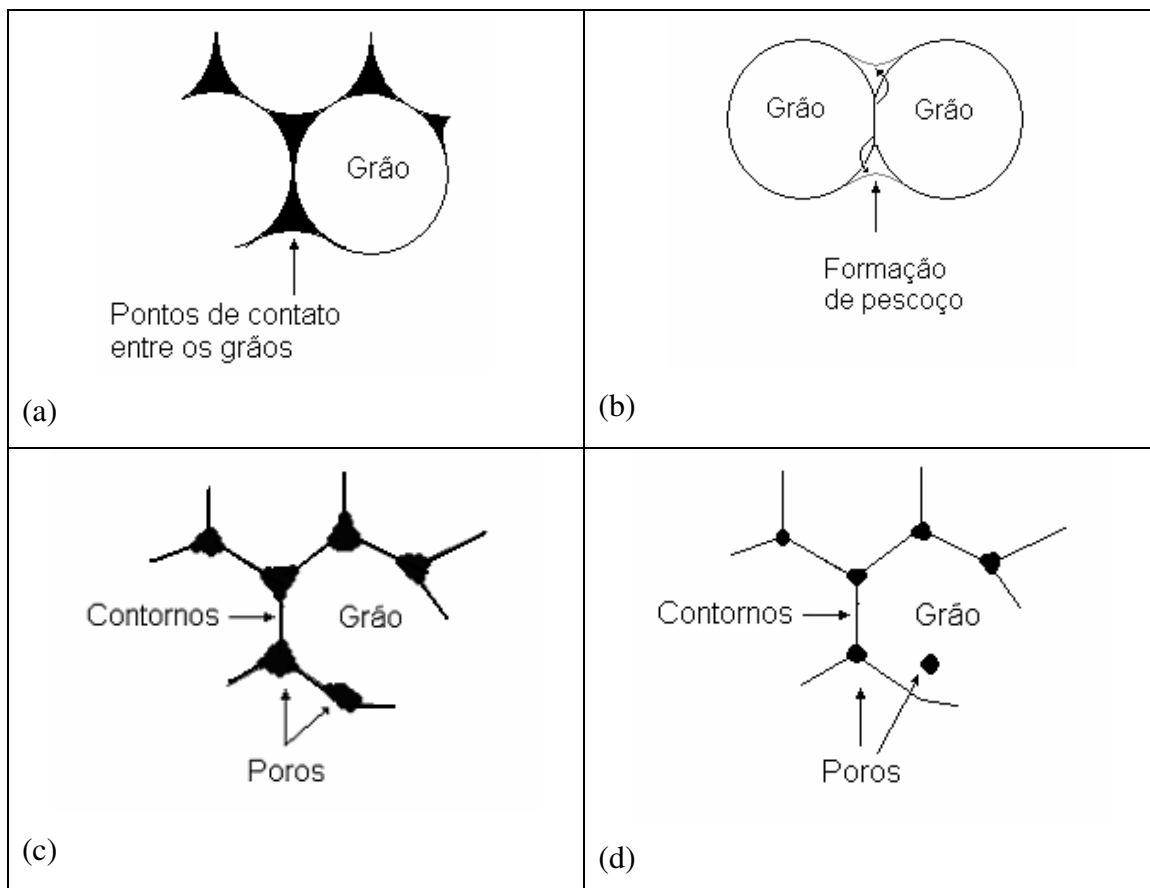
Então, a sinterização pode ser compreendida como um processo físico termicamente ativado que faz com que um conjunto de partículas de um determinado material, inicialmente em contato mútuo, unam-se quando aquecidos a temperaturas inferiores a temperatura de fusão [16].

A sinterização é aplicada na produção de peças metálicas, cerâmicas e compósitos metal-cerâmico, podendo ocorrer por dois processos básicos: sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida.

Na sinterização por fase sólida todos os constituintes do compactado permanecem sólidos durante todo o processo de sinterização. Esse processo é caracterizado por um crescimento de contato entre as partículas, mudanças na geometria e na quantidade de poros e crescimento de grãos.

Na sinterização por fase líquida ocorre a formação de líquido na estrutura, que pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre os componentes do sistema. A ocorrência desse líquido é a maior diferença entre os dois tipos de sinterização e é muito importante na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada [16].

Para facilitar a compreensão das etapas do processo de sinterização pode-se supor grãos, de um pó compactado, com formatos esféricos (Figura 2a). A sinterização começa com o aumento dos contatos entre as partículas por meio da formação e crescimento de um pescoço devido a difusão de matéria. Esse pescoço é definido pelo transporte de matéria que ocorre devido aos maiores pontos de energia serem os pontos da interface de contato entre os grãos, com o aumento da energia térmica os átomos dessas interfaces de contato tendem a se deslocar desses pontos, de modo a promover um contato mais íntimo entre esses grãos devido a diminuição da energia total superficial do sistema, que é conseguida através da eliminação do número de interfaces, o que gera o pescoço (Figura 2b). Ainda nessa fase do processo temos poros que assumem a forma de canais interconectados, que são os poros abertos (Figura 2c). A medida em que a energia térmica cedida ao sistema aumenta, ocorre um certo crescimento dos grãos ocorrendo assim uma retração no tamanho dos poros. Continuando o processo os poros diminuem e se isolam, gerando os poros fechados, que podem ficar nos contornos dos grãos até serem totalmente eliminados (densificação completa), ou podem também ser envolvidos e aprisionados no interior do grão, durante o seu crescimento, o que impossibilitando sua eliminação (Figura 2d).



**Figura 2: Etapas do processo de sinterização mostrando o contato inicial entre os grãos (2a), o processo de difusão atômica com a formação de pescoço (2b), poros abertos, que se comunicam por canais (2c) e formação de poros fechados pela diminuição do tamanho dos poros (2d).**

## 2.4-MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE POROS

Durante a pesquisa bibliográfica realizada, foram encontrados os seguintes métodos para a medição de porosidade e tamanho de poro:

- Método de Arquimedes;
- Porosimetria por intrusão de mercúrio;
- Transmissão de raios gama;
- Técnica ultra-sônica no domínio do tempo.

#### **2.4.1-Método de Arquimedes**

Esse método consiste na determinação da porosidade de um material devido ao volume de líquido deslocado quando a pastilha é completamente imersa, geralmente o líquido utilizado é a água. Como a água possui uma certa tensão superficial, este método se torna impróprio para a determinação de micro-porosidade, pois a água não consegue penetrar nesses micro-poros aprisionando assim um certo volume de ar, o que se apresenta como uma desvantagem do método. Outra desvantagem se apresenta no fato de medir apenas a porosidade aparente, ou seja, esse método só avalia poros abertos, desconsiderando os poros fechados.

#### **2.4.2-Porosimetria por Intrusão de Mercúrio**

Nesse método a pastilha é colocada em um recipiente contendo mercúrio. O recipiente é fechado e nele é aplicada uma pressão para que o mercúrio preencha todos os poros. Essa pressão é necessária devido a alta tensão superficial do mercúrio.

Esse método tem a vantagem de gerar resultado rápido e por ser capaz de determinar a densidade aparente, volume poroso, distribuição do tamanho de poros e a área específica do material. Entretanto, a técnica apresenta como desvantagem o fato do mercúrio ser um metal volátil e tóxico, contaminando a pastilha.

#### **2.4.3-Transmissão de Raios Gama**

Esse método se baseia na atenuação que um feixe de radiação gama sofre ao atravessar um material [17]. Quando a radiação eletromagnética atravessa um material a absorção é dada pela relação (1).

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (1)$$

onde:

$I_0$  é a intensidade do feixe incidente na pastilha;

$I$  é a intensidade do feixe emergente da pastilha;

$x$  é a espessura da pastilha;

$\mu$  é o coeficiente de atenuação linear.

A porosidade total da pastilha é dada pela seguinte relação:

$$\phi = 100 \left( \frac{\mu_P - \mu_S}{\mu_P} \right) \quad (2)$$

onde:

$\mu_P$  é o coeficiente de atenuação linear para a pastilha sem porosidade, ou seja, totalmente sólida;

$\mu_S$  é o coeficiente de atenuação linear para a pastilha medida.

Segundo Pottker e Appoloni [18], esse método apresenta vantagens por ser de rápida determinação e permitir a caracterização de porosidade e distribuição espacial de poros da pastilha.

Apresenta desvantagens por usar o Amerício, que além de ser um material caro também exige equipamento de segurança e mão de obra especializada.

#### 2.4.4-Técnica Ultra-sônica no Domínio do Tempo

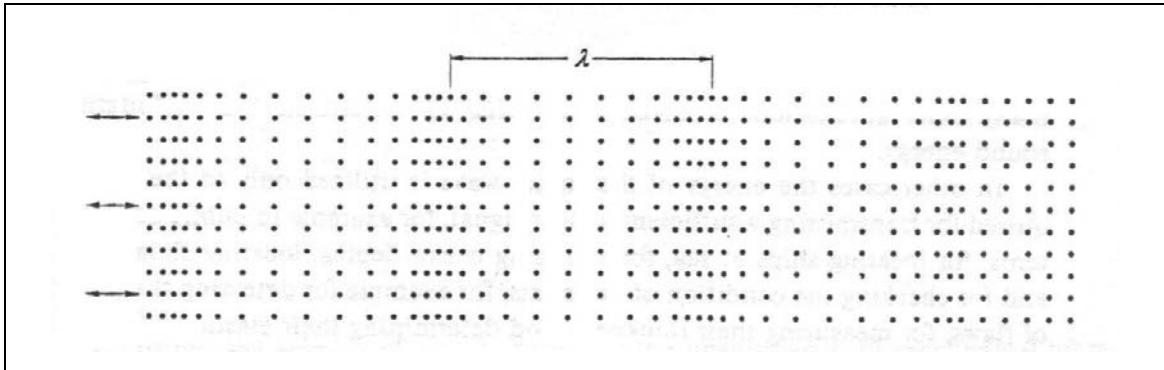
Essa técnica consiste na aquisição do tempo de percurso de um pulso ultra-sônico que se propaga no material de interesse. Segundo a pesquisa

bibliográfica realizada, o método predominante para a aquisição desse tempo de percurso do pulso ultra-sônico em materiais cerâmicos é o método de pulso-eco. Esse método consiste na medida entre dois ecos consecutivos, ou seja, um pulso é gerado por um transdutor, percorre o material e, ao ser refletido na fronteira da peça que está sendo inspecionada, dá origem a um eco. A diferença de tempo entre dois ecos consecutivos é o tempo de percurso da onda. Esse tempo varia de acordo com cada material. Em materiais porosos a velocidade da onda ultra-sônica diminui com o aumento da porosidade, o que mostra um aumento no tempo de percurso desse pulso [2-13]. Isto ocorre devido a dificuldade que este pulso apresenta de se propagar através dos poros. Então essa técnica consiste em associar a velocidade de um pulso ultra-sônico a porosidade do material, criando assim uma correlação entre a velocidade e a porosidade.

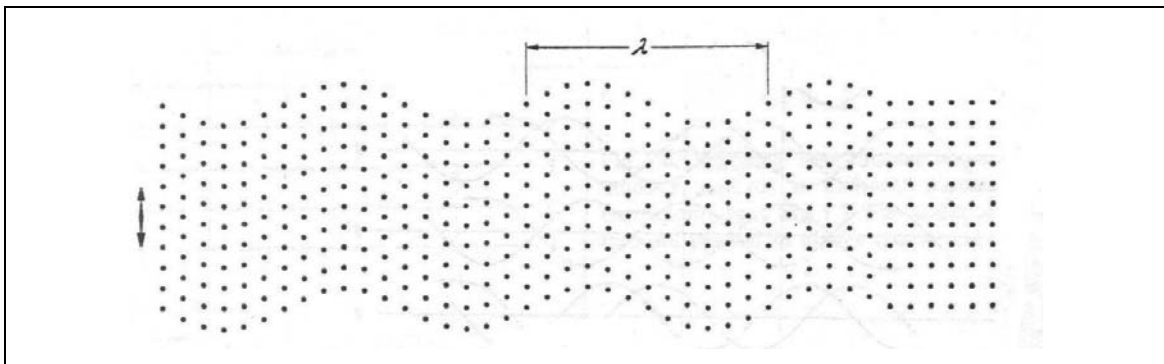
## **2.5-ULTRA-SOM**

Ondas ultra-sônicas são ondas sonoras que possuem frequências acima da faixa sonora audível pelo ser humano. A sensibilidade do ouvido humano está na faixa de 16Hz a 16KHz, acima dessa faixa as ondas sonoras são classificadas como ondas ultra-sônicas.

A onda ultra-sônica é uma onda mecânica, e como tal, precisa de um meio para se propagar. Essa onda é formada pela perturbação de um meio elástico, seja ele sólido, líquido ou gasoso, que força as partículas que o constituem a vibrar em torno de suas posições de equilíbrio, essa vibração é transmitida às partículas vizinhas, e assim a onda é propagada através do meio. Se o movimento realizado pelas partículas do material for na mesma direção de propagação da onda (Figura 3) esse movimento dá origem as chamadas ondas longitudinais. Caso essas partículas se movam na direção perpendicular a direção de propagação da onda (Figura 4), esse movimento dá origem as chamadas ondas transversais.



**Figura 3: Onda longitudinal onde as partículas se movimentam na mesma direção de propagação da onda.**



**Figura 4: Onda transversal onde as partículas se movimentam na direção perpendicular a direção de propagação da onda.**

A velocidade das ondas ultra-sônicas depende do meio em que elas se propagam, pois como essas se propagam através das vibrações das partículas, quanto mais próximas estiverem as partículas, mais rápida será a propagação da onda, ou seja, em materiais porosos, por exemplo, quanto menor for a porosidade da pastilha, maior será a velocidade da onda nela.

Quando uma onda ultra-sônica é propagada de um meio para outro ocorrem os fenômenos de reflexão e refração, que irão variar de acordo com esses meios, pois a energia que será refletida ou transmitida depende da impedância acústica de ambos os meios. A impedância acústica é uma propriedade do material e é definida pela expressão (3).

$$Z = \rho \cdot c \quad (3)$$

onde:  $Z$  é a impedância do meio;

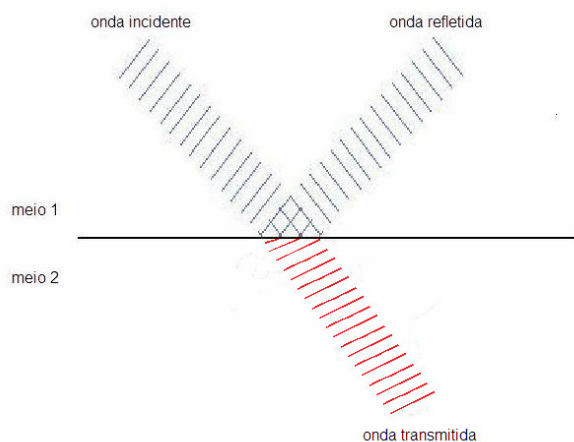
$\rho$  é a densidade do meio;

$c$  é a velocidade de propagação do som.

Como veremos na seção 2.5.1, a diferença entre as impedâncias acústicas dos meios é o fator que define o quanto de energia é refletida ou transmitida de um meio para outro quando uma onda ultra-sônica incide na superfície de separação desses meios.

### 2.5.1- REFLEXÃO E REFRAÇÃO

A reflexão ocorre quando uma onda ao incidir na superfície de separação entre dois meios não consegue atravessar e permanece no meio de origem com a mesma velocidade. Quando a onda atravessa de um meio para outro ocorre a refração, a qual gera uma mudança na direção e na velocidade de propagação da onda. No caso geral vemos esses dois efeitos conjuntamente, que estão representados na Figura 5.



**Figura 5: Reflexão e refração de uma onda mecânica.**



Supondo dois meios de impedância acústica  $Z_1$  e  $Z_2$ , onde a onda se propaga do meio 1 para o meio 2, teremos uma reflexão “R” e a uma transmissão “D”, dadas pelas expressões (4), como mostrado por Krautkrämer[19]:

$$R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad D = \frac{2Z_2}{Z_2 + Z_1} \quad (4)$$

Com isso podemos notar que se as impedâncias dos dois meios forem iguais, a energia será totalmente transmitida, pois o numerador de R será igual a zero, assim não havendo reflexão. Em geral, materiais diferentes apresentam impedâncias diferentes, e quanto maior for a diferença entre as impedâncias dos meios maior será a dificuldade de uma onda se propagar de um meio para outro, o que aumenta a energia refletida e diminui a energia transmitida. Se a diferença de impedância for muito grande haverá apenas a reflexão da onda. Considerando que toda a energia incidente é transformada em energia refletida ou transmitida a relação entre essas é dada por  $R + D = 1$ . Esses coeficientes são expressos em porcentagens.

### 2.5.2-ATENUAÇÃO

Quando uma onda ultra-sônica se propaga através de um meio, esta sofre uma atenuação de seu sinal, ou seja, perda de energia. Este fato se dá devido aos fenômenos de absorção, espalhamento e divergência do feixe.

A pressão sônica decresce com a atenuação segundo a seguinte equação (5):

$$P = P_0 e^{-\alpha d} \quad (5)$$

onde:

$P_0$  é a pressão inicial da onda;

$P$  é a pressão final da onda;

$\alpha$  é coeficiente de atenuação;

$d$  é a distância do percurso do pulso, ou seja, entre  $P_0$  e  $P$ .

Se quisermos a atenuação com relação a intensidade da onda, basta sabermos que ela é proporcional ao quadrado da pressão do som, dando origem a seguinte equação:

$$I = I_0 e^{-2\alpha d} \quad (6)$$

onde:

$I_0$  é a intensidade inicial da onda;

$I$  é a intensidade final da onda;

$\alpha$  é o coeficiente de atenuação;

$d$  é a distância do percurso da onda entre  $I$  e  $I_0$ .

A intensidade da onda é definida como a quantidade de energia transmitida por unidade de área.

### **2.5.2.1-Absorção**

Quando uma onda ultra-sônica atravessa ou interage com um meio, parte de sua energia mecânica é convertida em energia térmica, pois a energia interna das moléculas, que constituem o meio, aumenta, causando um maior movimento randômico, o que acarreta no aumento térmico do material devido ao que Huertas [20] denomina de fricção interna entre as moléculas.

A conversão de energia mecânica em térmica aumenta com a frequência, pois de acordo com o que foi explicado acima, podemos ver que oscilações rápidas perdem mais energia que oscilações lentas. Então a atenuação é diretamente proporcional à frequência [20], como é mostrado na equação abaixo:

$$f = 2AcF \quad (7)$$

onde:

$f$  é a frequência;

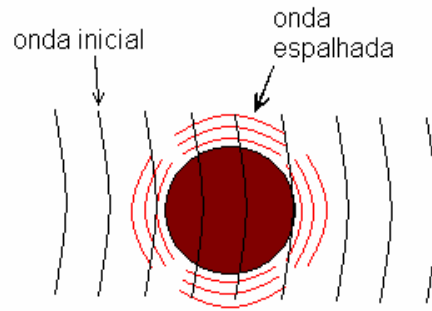
$A$  é a atenuação;

$c$  é a velocidade de propagação;

$F$  é a fricção interna.

### **2.5.2.2-Espalhamento**

O espalhamento, segundo Alonso & Finn [21], ocorre quando um material, ao ser atingido por uma onda sonora, vibra e se torna ele mesmo o emissor de uma nova onda. Como exemplo podemos supor uma esfera (Figura 6), formada de material elástico, suspensa no ar e com uma onda acústica passando através da mesma. As variações de pressão que acompanham a onda geram deformações oscilatórias na esfera. Essas deformações na superfície da esfera perturbam o ar circundante dando origem a novas ondas, que são as ondas espalhadas. Como parte da energia foi absorvida e usada para vibrar a esfera, a energia que é captada após esta interação é menor, causando a atenuação da onda.



**Figura 6: Espalhamento da onda acústica por uma esfera de material elástico suspensa no ar.**

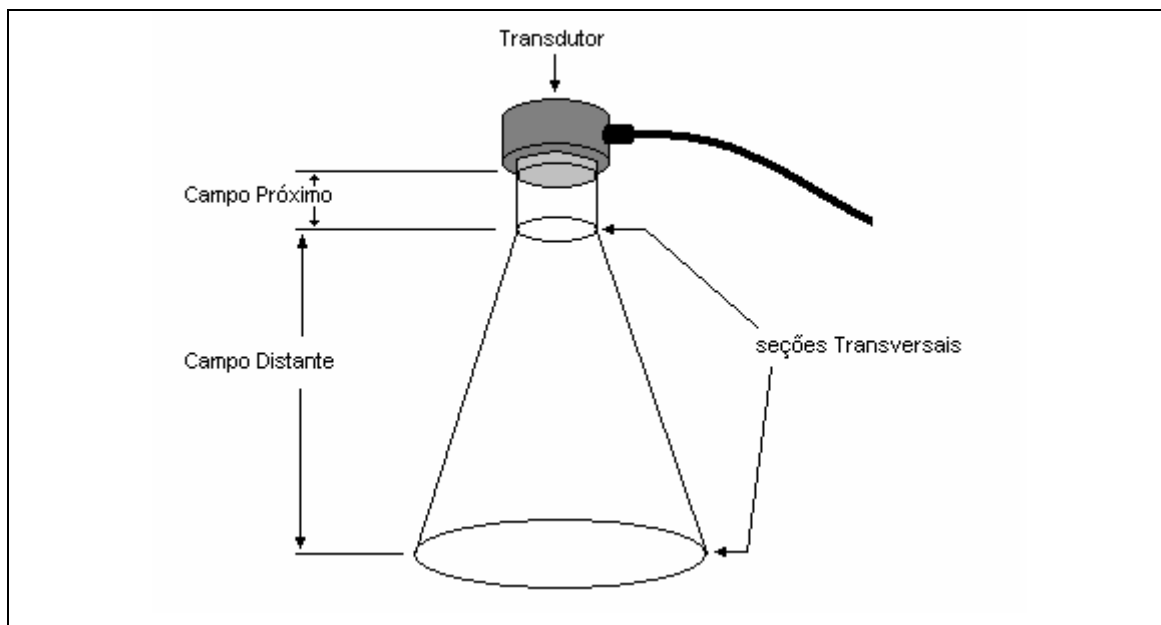
### **2.5.2.3-Transdutor e Divergência do Feixe Ultra-sônico**

Antes de falarmos como a divergência do feixe ultra-sônico atenua a onda ultra-sônica, é necessário uma breve abordagem do que é um transdutor e como esse funciona, pois é ele quem gera o feixe ultra-sônico.

Transdutor é um dispositivo capaz de transformar um determinado tipo de energia em outro. No caso da geração de ondas ultra-sônicas, o transdutor transforma energia elétrica em acústica, através de um efeito chamado “*efeito piezoelétrico*”. Esse efeito aparece em cristais anisotrópicos quando sujeitos a um campo elétrico que faz com que as dimensões do cristal sejam alteradas, criando assim zonas de compressão e rarefação na vizinhança da sua superfície, o que irá gerar uma onda ultra-sônica [22].

Existem dois grupos de transdutores, os reversíveis e os irreversíveis. Os transdutores reversíveis emitem e recebem o sinal, enquanto os irreversíveis só emitem ou só recebem o sinal.

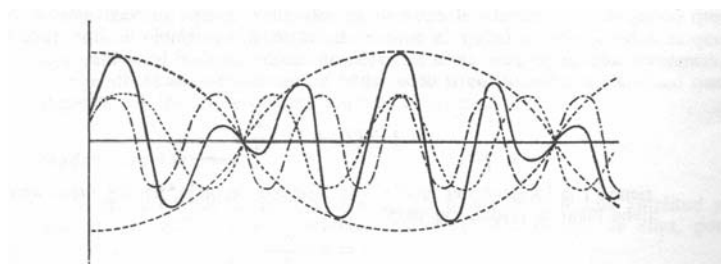
Em campos próximos, o feixe ultra-sônico, gerado por um transdutor, pode ser considerado como um cilindro com diâmetro correspondente ao diâmetro do transdutor, mas a medida em que nos afastamos da fonte ocorre uma abertura desse feixe, e com isso um aumento de sua seção transversal, aumentando assim a distribuição da energia pela superfície, ou seja, diminuindo a quantidade de energia por unidade de superfície (Figura 7).



**Figura 7: Divergência de um feixe ultra-sônico em campo distante.**

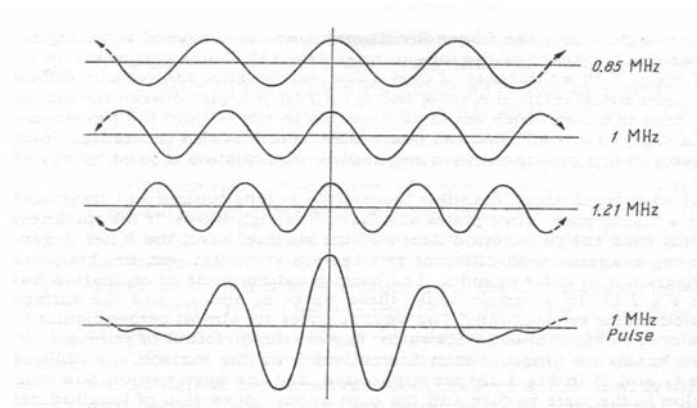
## 2.6-DISPERSÃO

O pulso ultra-sônico é formado por um certo número de ondas harmônicas que apresentam distintos períodos e amplitudes [20]. Assim, cada pulso gerado, por exemplo, por um transdutor, pode ser considerado como uma superposição de várias ondas (Figura 8).



**Figura 8: Imagem de um pulso ultra-sônico [20].**

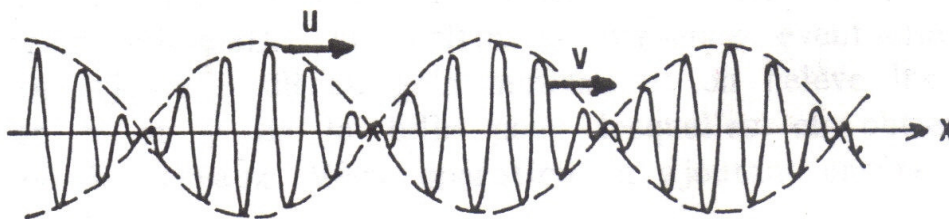
Como exemplo, é mostrado na Figura 9 um pulso ultra-sônico de frequência 1MHz, que foi gerada a partir da superposição de três ondas de frequências 0,85MHz, 1MHz e 1,21MHz [19].



**Figura 9: Superposição de três ondas de frequências 0,85MHz, 1MHz e 1,21MHz gerando um pulso de 1MHz [19].**

Quando um pulso ultra-sônico incidente em um material é transmitido para o seu interior, esse pode sofrer alterações em seu formato de acordo com as propriedades desse material. Pois se um material é dispersivo as componentes que formam o pulso adquirem velocidades diferentes, o que gera alterações na forma desse pulso. Caso o material seja não-dispersivo, a forma do pulso não é alterada, pois a velocidade das ondas que o constituem não sofre alterações.

Para a melhor compreensão desse fenômeno, é necessário definir os dois tipos de velocidade que aparecem em um pulso ultra-sônico, são elas a velocidade de fase e a velocidade de grupo, como pode ser visto na Figura 10.



**Figura 10: Pulso ultra-sônico, onde é possível notar as velocidades de fase ( $v$ ) e a de grupo ( $u$ ) [23].**

A Figura 10 mostra a velocidade de fase ( $v$ ), que é a velocidade com que um ponto de fase constante se desloca, e a velocidade de grupo ( $u$ ), que é

a velocidade com que se desloca o grupo de ondas como um todo. Quando o meio é não dispersivo, temos que a velocidade de fase é igual a velocidade de grupo ( $v = u$ ), com isso a forma do pulso não é alterada já que suas componentes não sofrem nenhuma alteração em suas velocidades de propagação. Mas quando o material é dispersivo temos que a velocidade de fase será diferente da velocidade de grupo ( $v \neq u$ ), pois cada onda adquire uma velocidade diferente o que irá provocar distorções no pulso, que geram mudanças na amplitude do mesmo. Esse fato ocorre devido ao pulso ser formado pela combinação de varias ondas e a medida em que a relação de fase entre essas componentes é alterada a forma do pulso é modificada. É importante enfatizar que o fenômeno referido é dispersivo e não dissipativo, ou seja, a energia do pulso permanece constante, pois as alterações em sua amplitude, neste caso, são geradas pela mudança nas velocidades de suas componentes e não na sua energia.

## **2.7-TÉCNICAS ULTRA-SÔNICAS**

Na caracterização de materiais através da utilização de ultra-som podemos trabalhar em dois modos, em reflexão ou em transmissão. No primeiro modo é utilizado apenas um transdutor que serve como emissor e receptor da onda ultra-sônica, ou seja, ele emite o sinal que percorre o material, reflete na parede oposta ao transdutor e retorna ao transdutor (Figura 11). Esse modo é também chamado pulso-eco. Em modo de transmissão são usados dois transdutores, um emissor e o outro receptor que são posicionados em duas posições paralelas à pastilha, onde o transdutor emissor irá gerar a onda, que percorrerá o material e será captada na posição paralelamente oposta pelo transdutor receptor (Figura 12).

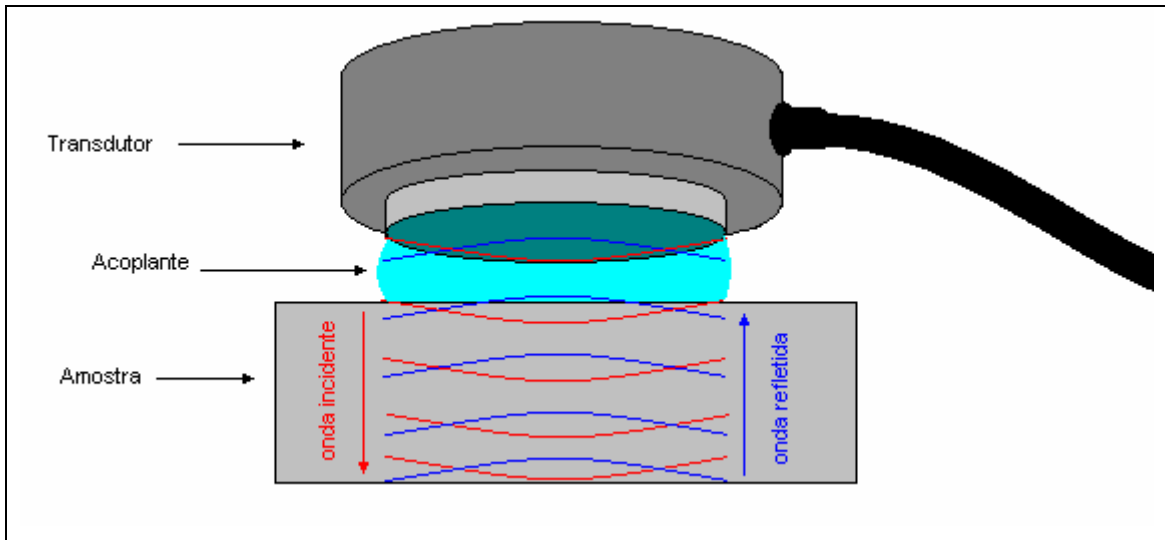


Figura 11: Técnica de Pulso-eco onde apenas um transdutor é utilizado como emissor e receptor do sinal.

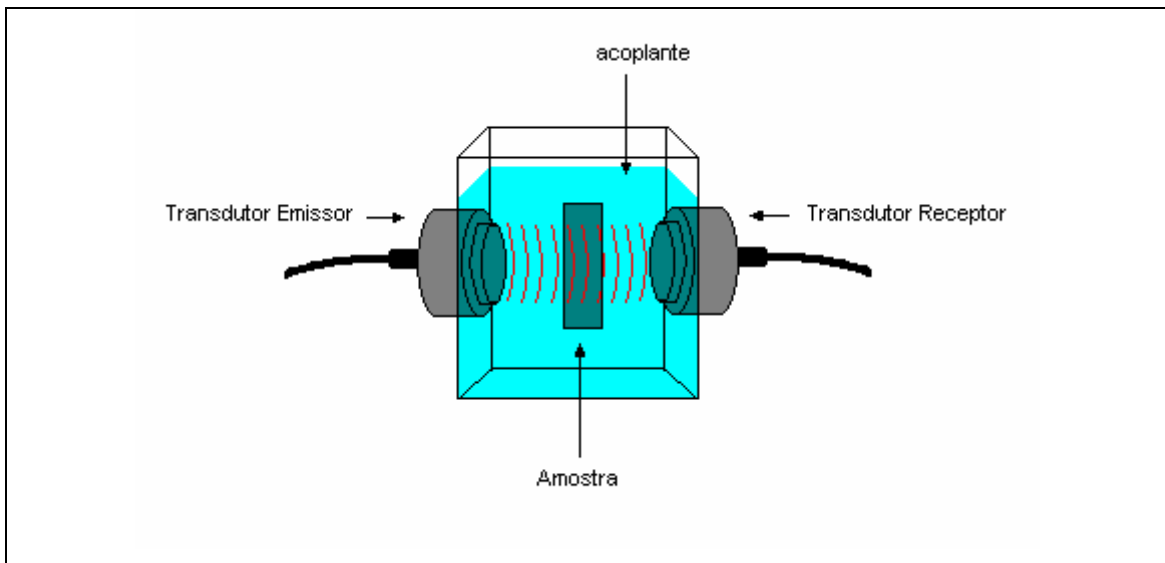
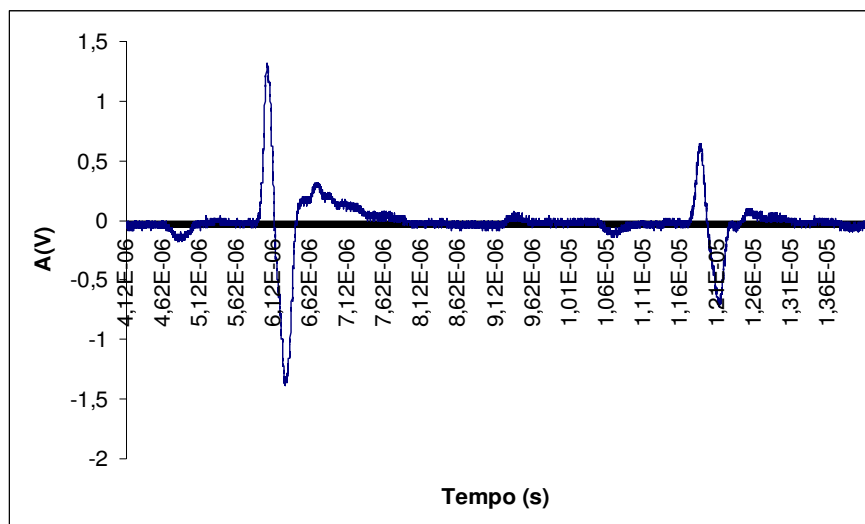


Figura 12: Técnica de transmissão onde são utilizados dois transdutores, um emissor e um receptor.

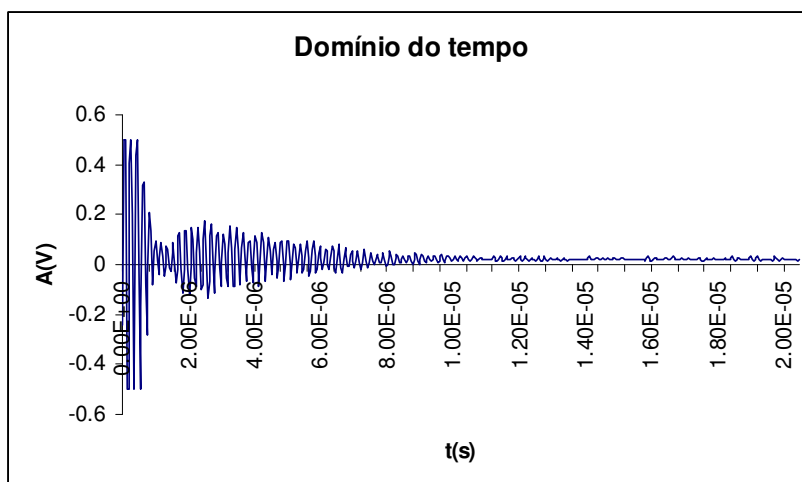


### 3-FUNDAMENTAÇÃO DA PESQUISA

A técnica ultra-sônica no domínio do tempo tem uma ótima aceitação na inspeção de metais, por ser uma técnica não destrutiva, apresentar resultados rápidos e utilizar um ferramental portátil e de fácil manuseio, sendo assim economicamente viável. A Técnica Ultra-sônica de pulso-eco de medida de tempo consiste em medir a distância de dois ecos consecutivos, o que apresenta dificuldades quando utilizamos essa técnica para caracterização de materiais cerâmicos, pois devido aos poros presentes no material ocorre uma forte atenuação do pulso ultra-sônico e, para pastilhas pouco espessas, gera um empacotamento dos ecos, dificultando a determinação do tempo de percurso do pulso ultra-sônico pela não definição dos ecos consecutivos como é exemplificado nas Figuras 13 e 14.



**Figura 13: Sinal adquirido pela técnica de pulso-eco no domínio do tempo com um transdutor de 5MHz em um metal com a espessura de 10mm.**



**Figura 14: Sinal adquirido pela técnica do pulso-eco no domínio do tempo com o mesmo transdutor de 5MHz em uma peça cerâmica com espessura de 4mm e porosidade 11,10%.**

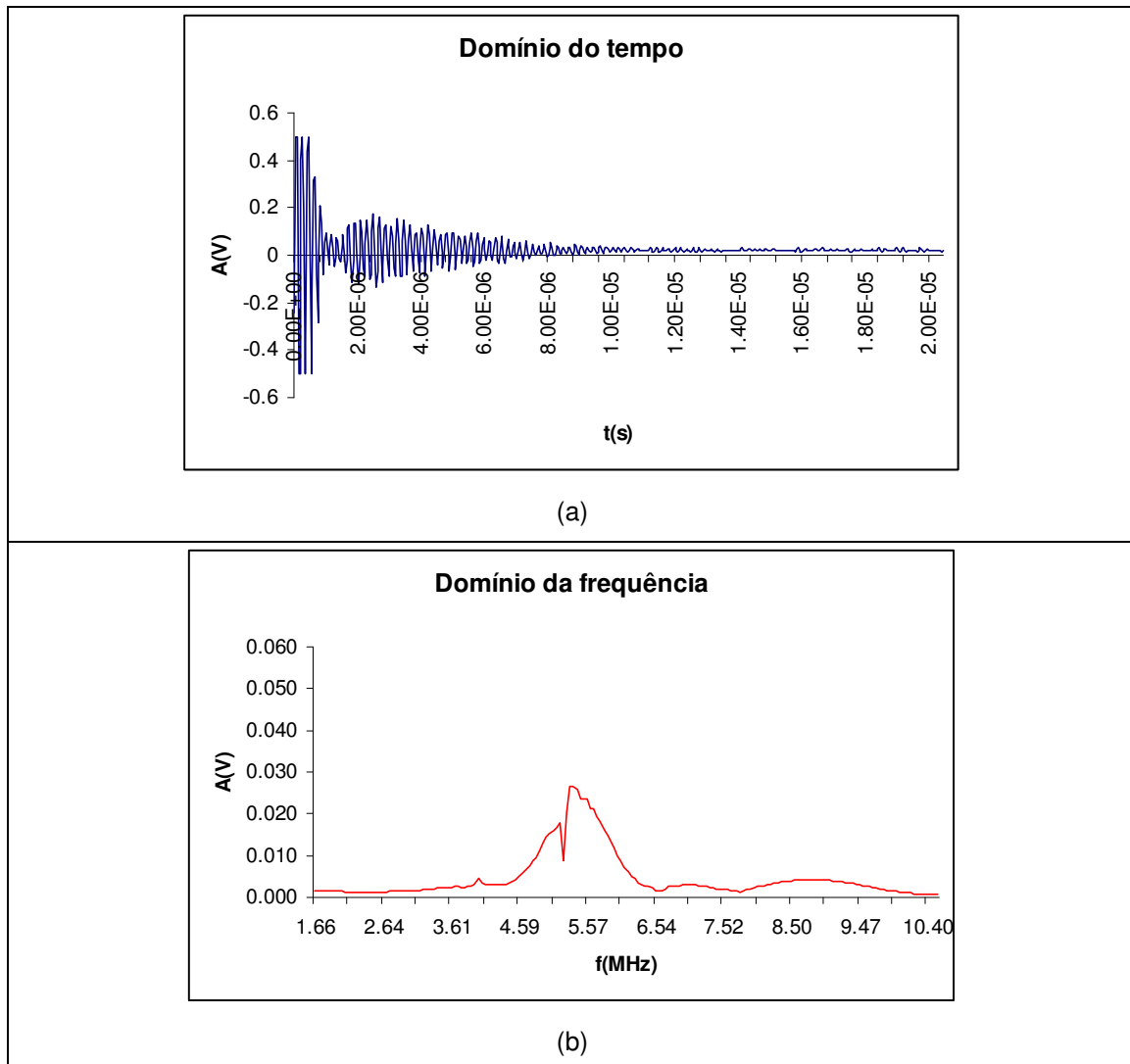
Na Figura 13, podemos notar que é fácil de identificar os ecos, pois se mostram bem afastados uns dos outros. Enquanto isso, na Figura 14 os ecos se mostram muito próximos, sendo difícil saber onde acaba um e começa o outro.

Devido a essa dificuldade o grupo de ultra-som do IEN desenvolve uma pesquisa para a utilização de uma nova técnica ultra-sônica no domínio da frequência. Essa técnica consiste na aquisição do espectro de frequência do material e, associar este às suas características estruturais, tais como a porosidade e a distribuição de poros no material, como será explicado na seção 3.1.

### **3.1- TÉCNICA ULTRA-SÔNICA NO DOMÍNIO DA FREQUÊNCIA**

A Técnica ultra-sônica no Domínio da Frequência que vem sendo pesquisada com o intuito de caracterizar materiais porosos, sem utilizar a medição direta dos ecos gerados pela passagem do pulso ultra-sônico através desses materiais, pois como mostrado na seção anterior, para pastilhas muito porosas e pouco espessas ocorre uma alta atenuação e empacotamento dos ecos, o que impossibilita a medição do tempo de percurso do pulso ultra-sônico

pela não identificação desses ecos. Esse novo método utiliza o sinal adquirido no domínio do Tempo e, através da Transformada Rápida de Fourier gera o espectro de freqüência do material analisado, mudando o domínio de análise no tempo para o domínio da freqüência, como pode ser visto nas Figuras 15a e 15b.



**Figura 15:** A Figura 15a mostra o sinal adquirido pela técnica do pulso-eco no domínio do tempo com um transdutor de 5MHz de onda longitudinal em uma peça cerâmica com espessura de 4mm e porosidade 11,10%. A Figura 15b mostra o espectro dessa mesma pastilha gerado pela Transformada Rápida de Fourier.

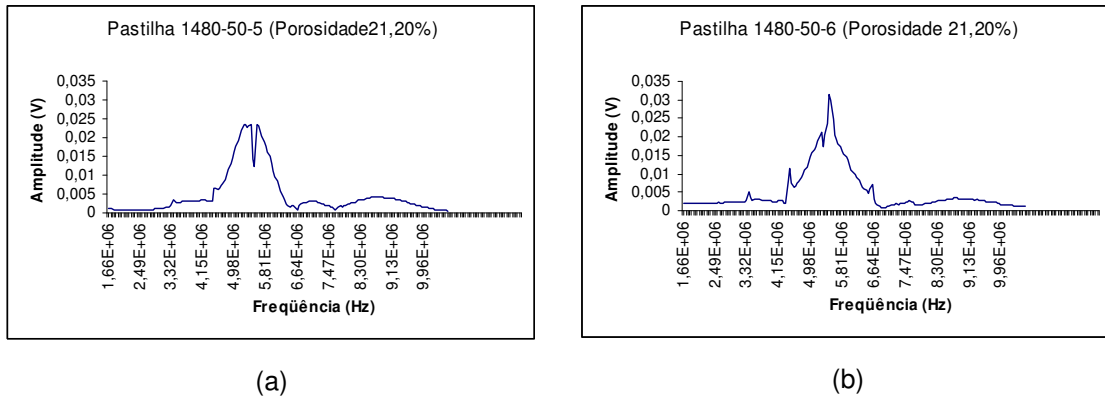
A Figura 15 mostra os sinais adquiridos por um transdutor de 5MHz de onda longitudinal, em uma pastilha de Alumina de porosidade 11,10%, pelos

dos métodos, o método de pulso-eco no domínio do tempo (Figura 15a) e no domínio da frequência (Figura 15b). Observando a Figura 15a, é possível notar a dificuldade de análise baseada na determinação dos ecos consecutivos do material. Ao observar a Figura 15b, pode-se notar que quando esse sinal é transformado para o domínio da frequência, é possível fazer uma análise das frequências alteradas no pulso, pela interação desse com a estrutura do material. Essa técnica visa a associação do espectro de frequência gerado pela passagem do pulso ultra-sônico através da pastilha com as características do material analisado.

Como será apresentado na metodologia, as pastilhas utilizadas nesse trabalho foram fabricadas no formato de pastilhas quadradas, que são identificadas pela temperatura de sinterização a que foram submetidas, pressão de compactação e número da pastilha, nessa ordem, por exemplo, a pastilha que será apresentada a seguir na Figura 16a é a pastilha 1480-50-5, onde 1480 corresponde à temperatura de sinterização usada (1480°C), 50 corresponde a pressão de compactação (50Kgf/cm<sup>2</sup>) e 5 é o número de identificação dessa pastilha entre as pastilhas com as mesmas condições de fabricação.

No desenvolvimento dessa pesquisa, notou-se a necessidade de conhecer a área e a distribuição dos poros nas pastilhas para saber como esses fatores influenciam no espectro de frequência do material.

Após a aquisição dos sinais ultra-sônicos das pastilhas usadas no desenvolvimento dessa técnica, duas dessas pastilhas sinterizadas a mesma temperatura e pressão, e com porosidades iguais, medidas pelo método de Arquimedes, apresentaram diferentes espectros de frequência, como mostram as Figuras 16a e 16b.



**Figura 16: Apresenta os espectros de freqüência das pastilhas 1480-50-5 (16a) e 1480-50-6 (16b) sinterizadas a mesma temperatura (1480°C), mesma pressão (50Kgf/cm<sup>2</sup>) e que apresentaram porosidades iguais (21,20%), mas diferentes espectros de freqüência.**

A Figura 16 apresenta os espectros de freqüência das duas pastilhas mencionadas, que foram sinterizadas a mesma temperatura (1480°C), mesma pressão (50Kgf/cm<sup>2</sup>) e apresentaram a mesma porosidade de 21,20%, mensurada pelo método de Arquimedes, mas apresentaram diferentes espectros de freqüência.

Como foi mencionado nessa seção, a análise do espectro de freqüência de uma pastilha, fornece a interação entre o pulso ultra-sônico e a estrutura do material, ou seja, como a estrutura do material (tamanhos dos poros, distribuição dos poros, etc.) influencia no pulso ultra-sônico. Devido a esse fato, a diferença nos espectros de freqüência observada na Figura 16 foi, possivelmente, causada por uma diferença nas estruturas das pastilhas, podendo ter ocorrido pelo tamanho dos poros e sua distribuição dentro do material, já que as condições de sinterização e as porosidades são as mesmas. Para se conhecer a área dos poros e sua distribuição nas pastilhas foram realizadas micrografias por meio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que gerou as imagens do interior das pastilhas.

Este trabalho consiste na análise das imagens geradas pelo MEV, na qual foi investigada a estrutura interna das pastilhas, as áreas dos poros e suas distribuições no interior das pastilhas e, verificada a influência desses fatores na propagação do pulso ultra-sônico.

#### 4-MATERIAIS E METODOLOGIA

De acordo com o que foi exposto na seção 3.1, a nova técnica proposta de caracterização de materiais cerâmicos pela análise do espectro de frequência desses materiais, consiste na coleta dos espectros de frequência gerados pela estrutura do cerâmico quando um pulso ultra-sônico se propaga através do mesmo. Ao analisar o espectro de frequência gerado é possível verificar como o pulso ultra-sônico é deformado ao interagir com a estrutura interna do material submetido à análise.

Para a aquisição dos espectros de frequência foram usados um gerador e receptor de pulsos ultra-sônicos *Explorer II – NDT Workstation* versão 1.10.0.8 da Matec Instrument Companies Inc acompanhado do software *MUIS-32 System Software*, um transdutor de onda longitudinal de 5MHz de frequência nominal, da marca *Panametrics*, vaselina (para acoplamento) e um computador para análise dos gráficos. Para a análise micro-estrutural das pastilhas foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca JEOL, modelo JSM 1610 LV, através de elétrons secundários.

Para essa pesquisa foram utilizadas 40 pastilhas quadradas de alumina, fabricadas pelo IEN para a realização de um estudo de caracterização de Alumina através de ondas ultra-sônicas [6], que foi mencionado na seção 2.4.4. Essas pastilhas foram fabricadas através do uso de Alumina com tamanho médio de partículas de 1,5 $\mu$ m. A essa Alumina, seca e previamente pesada, foi adicionado um aditivo orgânico na proporção de 1% em peso de uma solução de 10% de polivinílico, com a finalidade de aumentar a densidade e a resistência ao manuseio após a compactação. A mistura seca a 110°C foi desagregada e passada em um peneira analítica de 100mesh, obtendo-se agregados menores que 150 $\mu$ m. A mistura foi compactada em prensa uniaxial utilizando matriz de dimensões 25x25mm, obtendo-se corpos de prova com aproximadamente 5mm de espessura. Foram aplicadas duas pressões de compactação, 50 e 100Kgf/cm<sup>2</sup>, em seguida os corpos de prova foram pré-sinterizados a temperatura de 1150°C por 1 hora, para a eliminação do material orgânico e, em seguida polidos em lixa 600 com a finalidade deixar as superfícies planas para o melhor acoplamento do transdutor nas pastilhas.

Depois desses procedimentos as sinterizações das pastilhas foram realizadas em um forno resistivo nas temperaturas de 1400, 1480, 1540 e 1580°C por 1 hora, de modo a obter-se porosidades variáveis. Após a sinterização a espessura final dos corpos foi de aproximadamente 4mm (Figura 17).



**Figura 17: Pastilhas de Alumina usadas para análise com espessura de 4mm.**

A Figura 17 mostra as pastilhas que foram utilizadas na pesquisa com formas quadradas e superfícies planas. Essas pastilhas foram polidas a fim de facilitar o acoplamento do transdutor para a melhor caracterização dessas através do uso do ultra-som.

Após a sinterização as porosidades das pastilhas foram determinadas através do método de Arquimedes. Para facilitar a compreensão dos resultados as pastilhas foram identificadas pelas suas características de fabricação, ou seja, por sua temperatura de sinterização, sua pressão de compactação e seu número de identificação. Por exemplo, a pastilhas 1580-50-7, foi sinterizada a temperatura de 1580°C, foi compactada a pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup> e seu número de identificação dentro dessas condições de fabricação é 7. As pastilhas com suas respectivas porosidades, temperaturas e pressões de sinterização, são mostrados na Tabela 1.

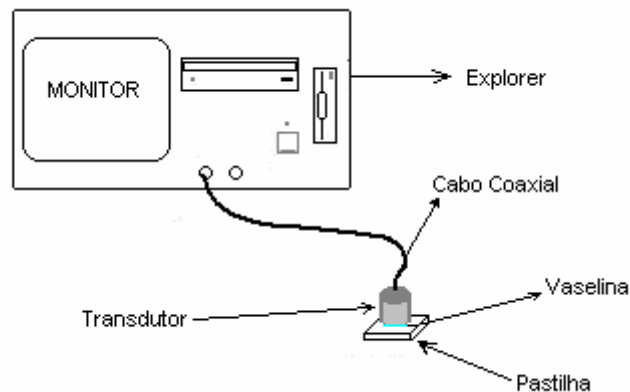
**Tabela 1: Pastilhas de Alumina identificadas pelas temperaturas em que foram sinterizadas juntamente com as pressões de compactação e seus respectivos percentuais de porosidade medidos pelo método de Arquimedes.**

TEMPERATURA(°C) -PESSÃO (Kgf/cm <sup>2</sup> )- PASTILHA	POROSIDADES (%)	TEMPERATURA(°C)- PESSÃO (Kgf/cm <sup>2</sup> )- PASTILHA	POROSIDADES (%)
1150-100-7	37,30	1540-50-6	12,30
1150-100-5	37,20	1540-50-5	11,90
1150-100-4	37,20	1540-50-4	11,10
1150-100-2	37,20	1540-50-2	11,10
1150-100-3	37,10	1540-100-2	10,90
1400-100-6	29,00	1540-100-6	10,80
1400-100-7	28,70	1540-50-7	10,70
1400-100-5	28,70	1540-100-4	10,60
1400-100-3	28,70	1540-100-3	10,60
1400-100-2	28,70	1540-100-1	10,50
1480-50-2	21,40	1580-50-6	6,90
1480-50-5	21,20	1580-50-4	6,54
1480-50-6	21,20	1580-50-2	6,50
1480-50-3	20,60	1580-50-7	5,93
1480-50-4	20,60	1580-100-5	5,81
1480-100-2	19,90	1580-50-1	5,67
1480-100-1	19,70	1580-100-3	5,54
1480-100-6	19,60	1580-100-4	5,43
1480-100-4	19,40	1580-100-2	5,20
1480-100-3	19,30	1580-100-1	5,09

A Tabela 1 apresenta as pastilhas usadas na pesquisa com suas respectivas porosidades mensuradas pelo método de Arquimedes. Observando essa tabela é possível notar que as pastilhas fabricadas a temperatura mais baixa (1150°C) apresentam os maiores percentuais de porosidade (de 37,10% a 37,30%), e a medida em que essa temperatura aumenta, o percentual de porosidade diminui, mostrando na maior temperatura de fabricação (1580°C) o menor percentual de porosidade (de 5,09% a 6,90%).

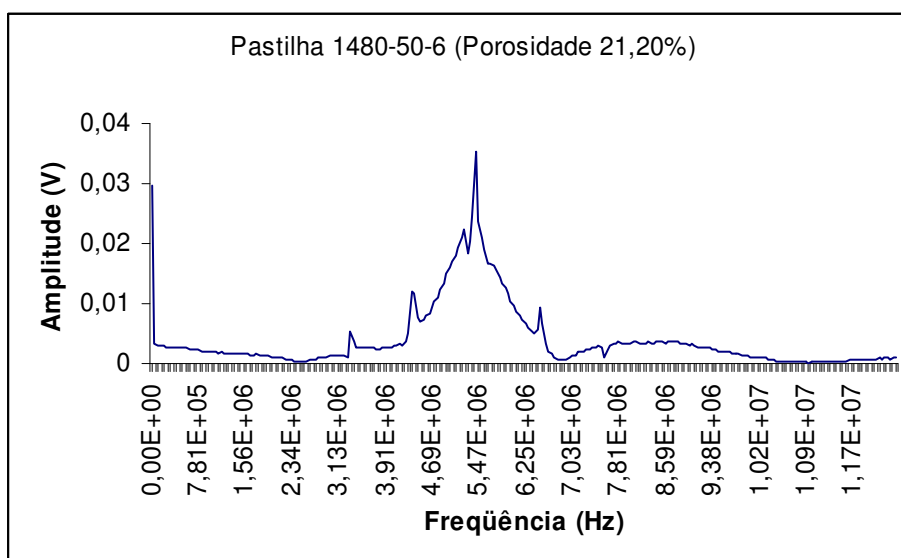
Para a aquisição dos espectros de frequência das pastilhas, os aparelhos foram dispostos como mostra a Figura 18.





**Figura 18: Esquema experimental de aquisição dos espectros de frequência das pastilhas de Alumina.**

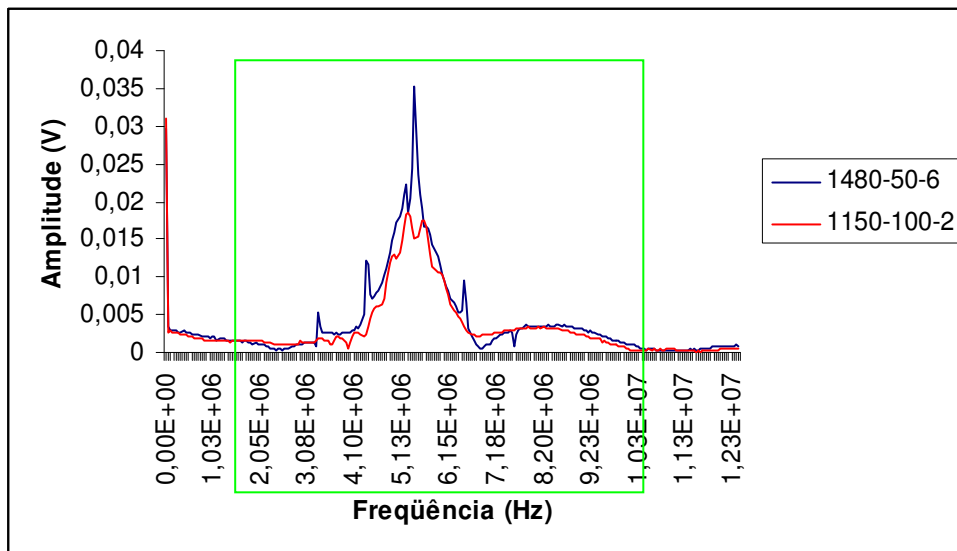
A Figura 18 mostra o arranjo experimental para a aquisição dos espectros de frequência das pastilhas, onde o Explorer II, que foi usado como gerador e receptor do sinal ultra-sônico, foi ligado ao transdutor, por meio de um cabo coaxial, e emitiu a energia necessária para excitar o cristal do transdutor e gerar o pulso ultra-sônico. Esse transdutor foi acoplado às pastilhas por meio de vaselina, que foi escolhida como acoplante devido a sua baixa viscosidade, o que elimina alterações significativas no sinal devido a pressão exercida pelo operador. O pulso ultra-sônico percorreu o material e refletiu na superfície oposta da pastilha e retornou para o transdutor, que emitiu esse sinal de volta ao Explorer. Ao receber o sinal do transdutor, o Explorer gerou o espectro de frequência, através do software MUIS32, que depois foi passado para o Excel (Figura 19), onde é possível notar as alterações sofridas pelo pulso ao percorrer o material.



**Figura 19: Espectro de freqüência da pastilha 1480-50-6, que possui a porosidade de 21,20%, gerada por um transdutor longitudinal de 5MHz.**

A Figura 19 mostra o espectro de freqüência da pastilha 1480-50-6, com porosidade de 21,20%, gerado no Excel, onde é possível notar as alterações sofridas pelo pulso ao percorrer essa pastilha. Cada pastilha apresentou um espectro de freqüência característico (ANEXO A).

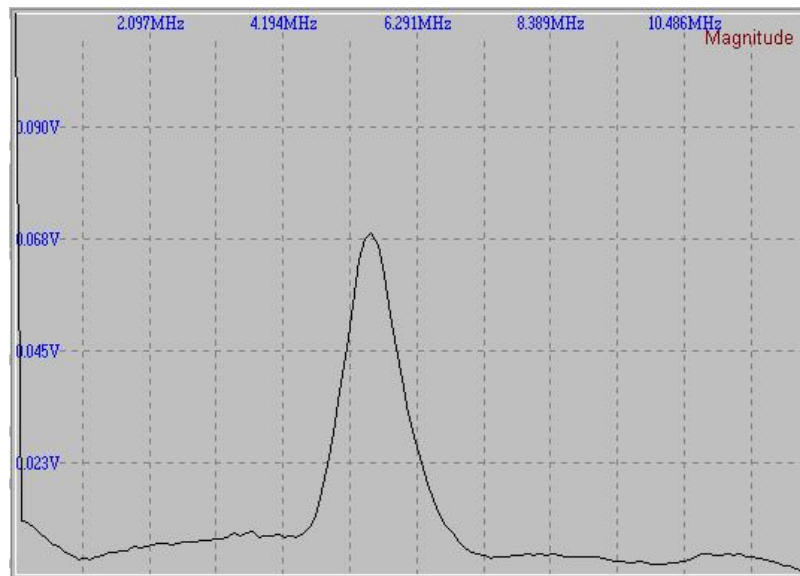
Durante o desenvolvimento da pesquisa, foi observado que nas freqüências de 0 a 1,66 MHz e nas freqüências de 10,69 a 12,45 MHz o espectro de freqüência das pastilhas, independente das suas porosidades, não possuíam diferenças significativas quando comparados (Figura 20). Devido a esse fato, com o intuito de diminuir o número de informações irrelevantes à pesquisa, essas faixas de freqüência foram retiradas dos espectros, já que independente das pastilhas essas se mantinham praticamente constantes quando os espectros foram comparados. Este fato pode ser observado na Figura 20, que mostra o espectro de freqüência das pastilhas 1480-50-6 (porosidade igual a 21,20%) e 1150-100-2 (porosidade igual a 37,2%).



**Figura 20: Mostra os espectros de frequência das pastilhas 1480-50-6 (porosidade 21,20%) e 1150-100-2 (porosidade 37,20%) sobrepostos, onde pode ser observado que as faixas de frequência fora do retângulo verde são semelhantes.**

A Figura 20 mostra o espectro de frequência das pastilhas 1480-50-6 (porosidade igual a 21,20%) e 1150-100-2 (porosidade igual a 37,20%) sobrepostos, onde é possível observar que as faixas de frequência fora do retângulo verde são semelhantes, o que não apresenta informações significativas para a análise do espectro de frequência das pastilhas, devido a esse fato, essas informações foram retiradas, ou seja, as faixas de frequências de 0 a 1,66 MHz e de 10,69 a 12,45 MHz foram excluídas dos espectros de frequência das pastilhas analisadas, como foi mencionado anteriormente.

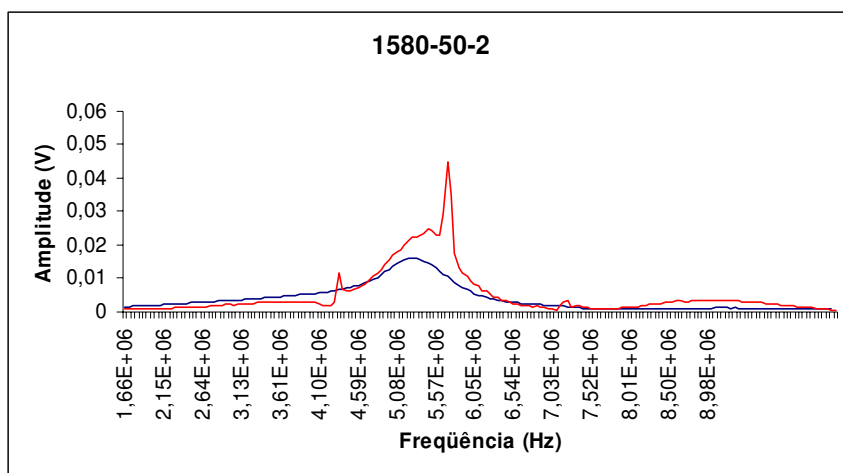
Quando o esquema experimental, apresentado na Figura 18, foi montado, foi feita a aquisição do sinal sem que o transdutor estivesse acoplado a nenhuma pastilha, dando origem ao espectro de frequência mostrado na Figura 21.



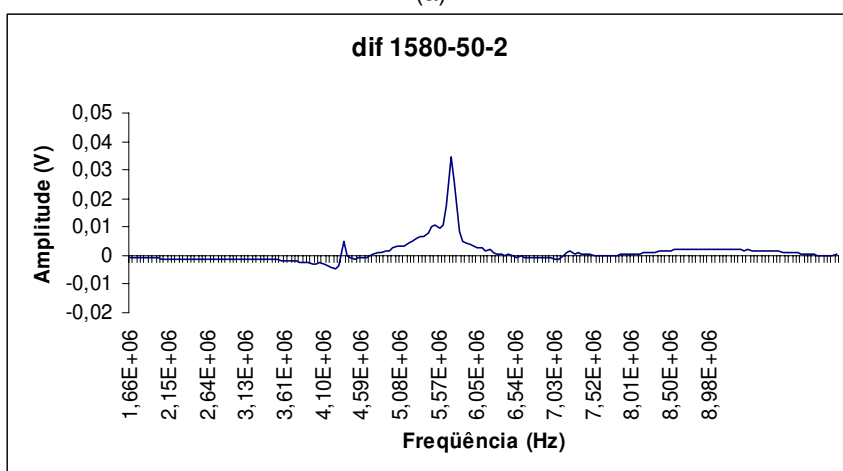
**Figura 21: Espectro de frequência gerado por um transdutor de ondas longitudinais de 5MHz de frequência sem estar acoplado a nenhuma pastilha e visualizado na tela do Explorer II pelo programa MUIS32.**

A Figura 21 mostra o espectro de frequência gerado por um transdutor de ondas longitudinais de 5MHz de frequência sem estar acoplado a nenhuma pastilha. Esse sinal foi uma “Resposta Impulsiva do Sistema”, pois indica como a configuração experimental influenciou no espectro de frequência do transdutor, ou seja, é a resposta de todos os componentes do sistema (circuitos, cabo coaxial, transdutor, etc.) às tensões exercidas sobre eles em forma de um sinal com alterações de amplitude na frequência.

Devido a esse fato, para a melhor análise das alterações nos espectros gerados, esses foram subtraídos dessa resposta impulsiva do sistema (Figura 22a), dando origem a um espectro de frequência que mostra as alterações do sinal devido a estrutura do material analisado, ou seja, esse novo espectro mostra em que frequências a amplitude do sinal sofreu um aumento ou uma diminuição (Figura 22b).



(a)



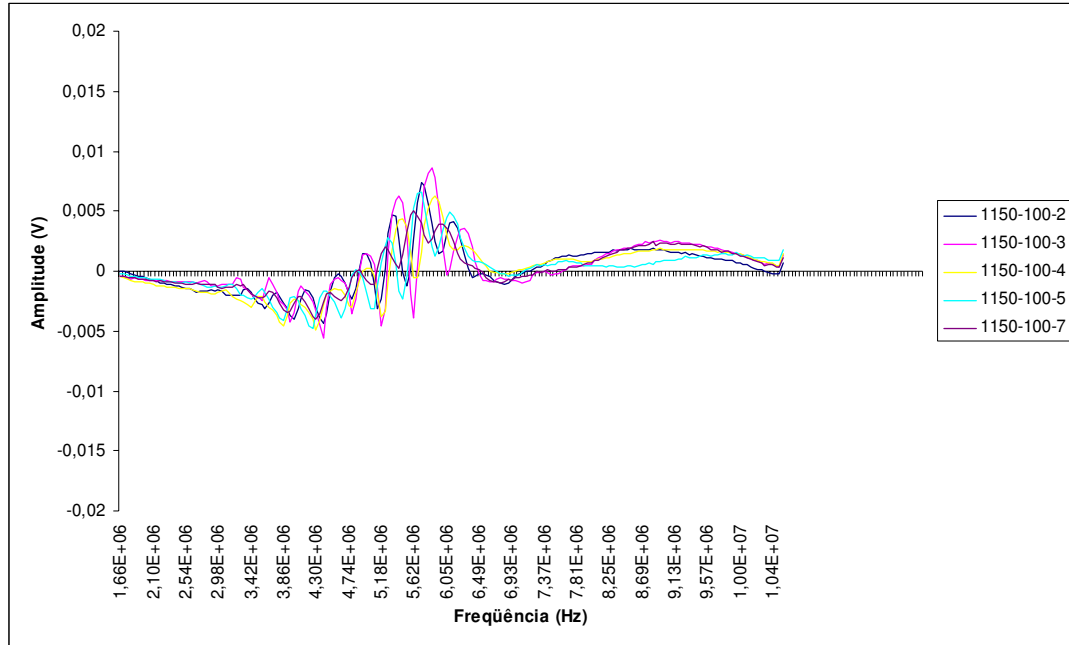
(b)

**Figura 22:** A Figura 22a apresenta o espectro de frequência da pastilha 1580-50-2 (em azul) sobreposta a resposta impulsiva do sistema (em vermelho). A Figura 22b mostra a diferença entre o espectro de frequência da pastilha 1580-50-2 e a resposta impulsiva do sistema.

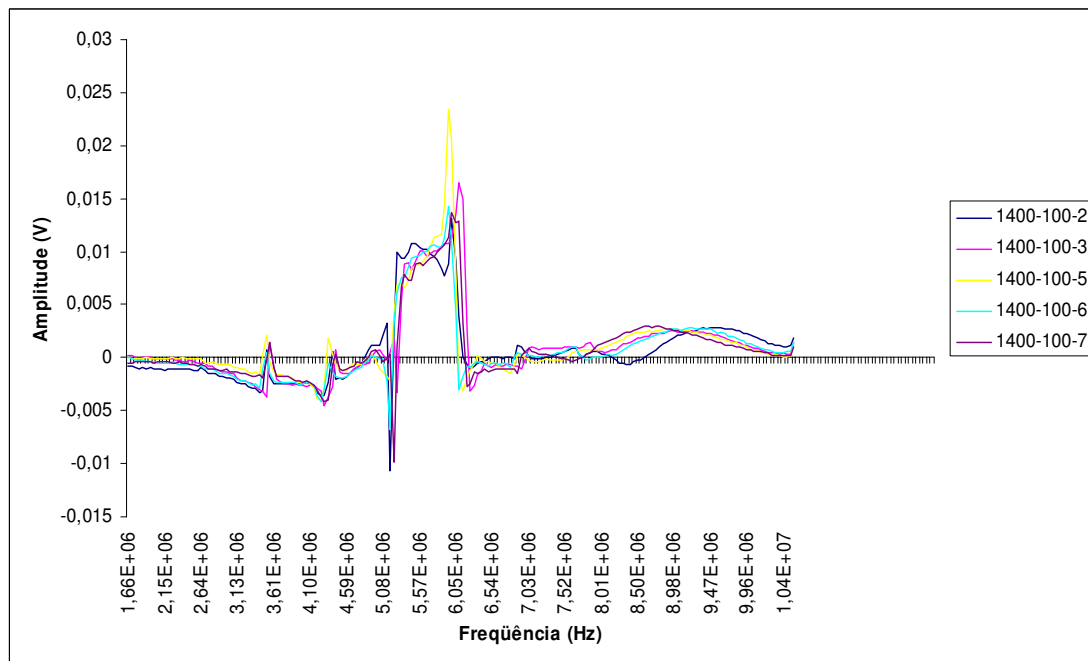
A Figura 22a mostra o espectro de frequência da pastilha 1580-50-2 sobreposta a resposta impulsiva do sistema. Subtraindo estes dois sinais, obtém-se o espectro de frequência mostrado na Figura 22b, onde pode-se notar em que frequências ocorreram as alterações no sinal em virtude da estrutura da pastilha analisada. Estes novos espectros de frequência gerados pela diferença entre o espectro de frequência das pastilhas e a resposta impulsiva do sistema foram separados em grupos de acordo com suas semelhanças. Esses espectros também ficaram, de maneira geral, agrupados dentro das temperaturas de sinterização das pastilhas, ou seja, não existe nenhuma pastilha cujo seu espectro de frequência tenha sido alocado em um

grupo cuja temperatura de sinterização seja diferente da sua, como são apresentados a seguir.

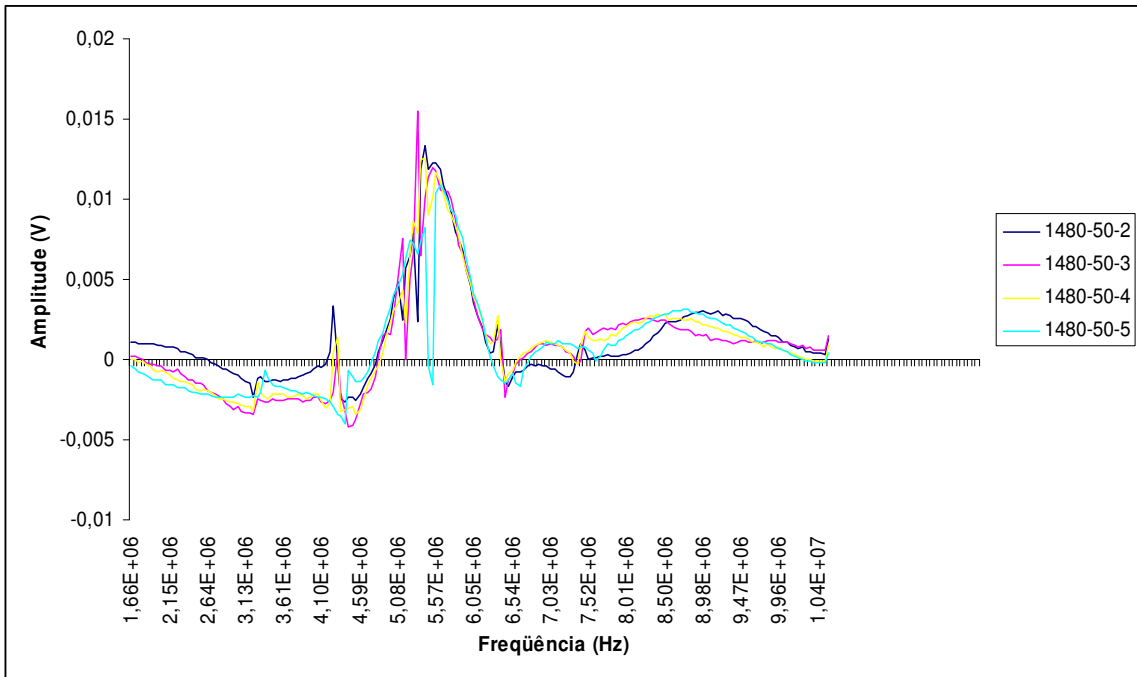
Grupo 1



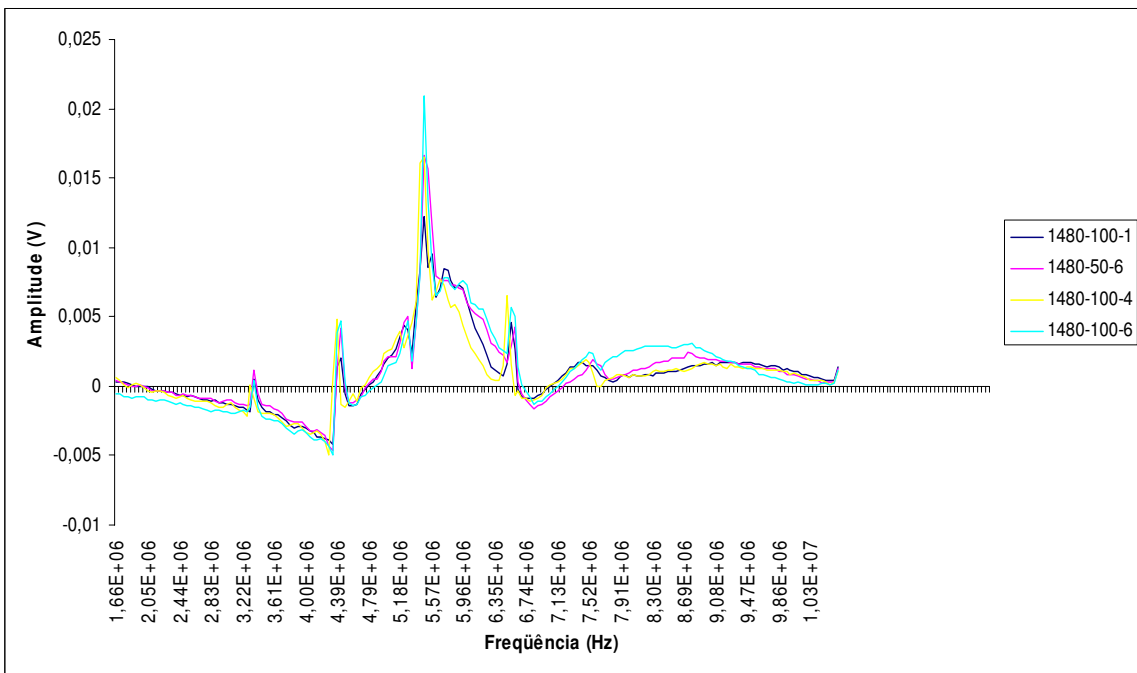
Grupo 2



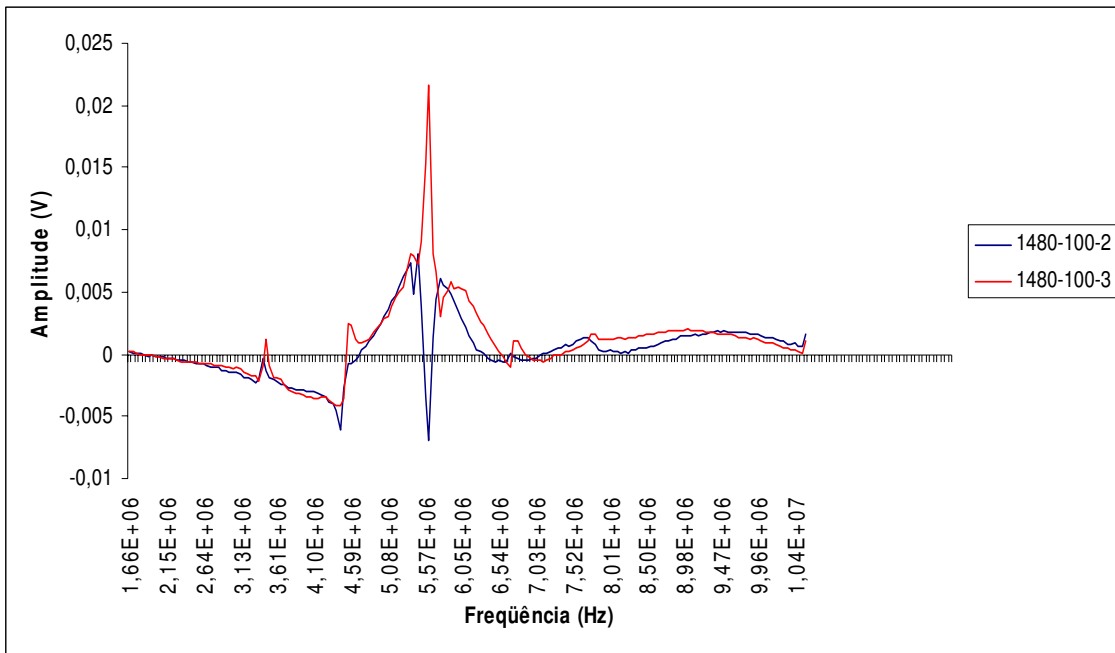
### Grupo 3



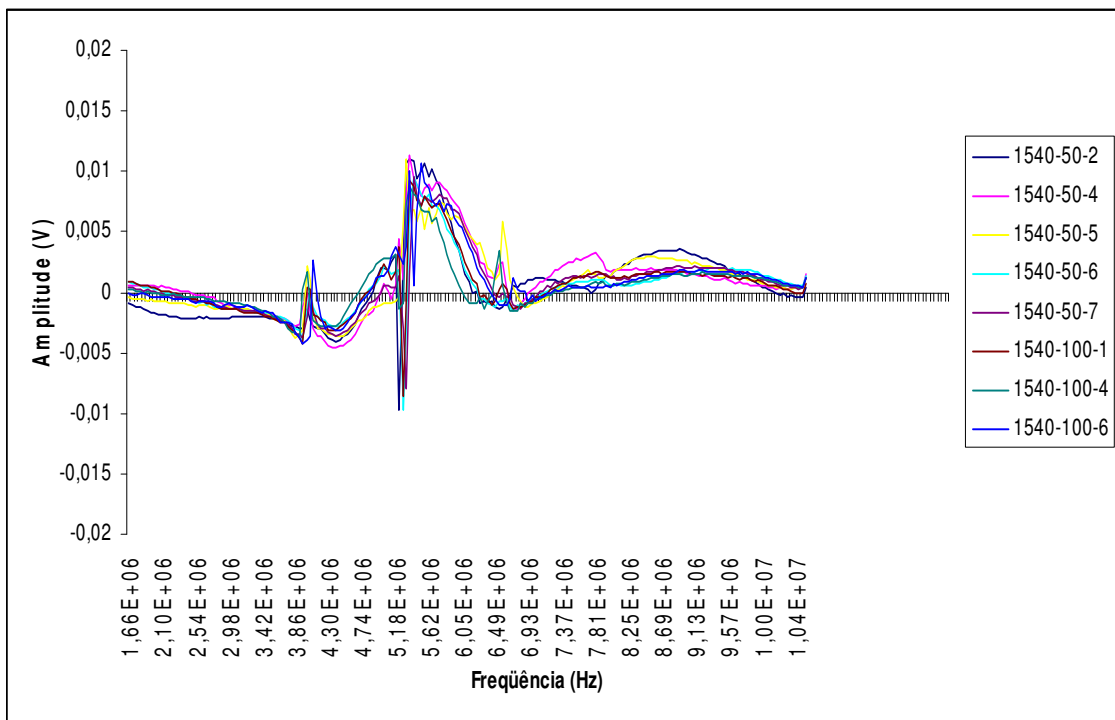
### Grupo 4



### Grupo 5

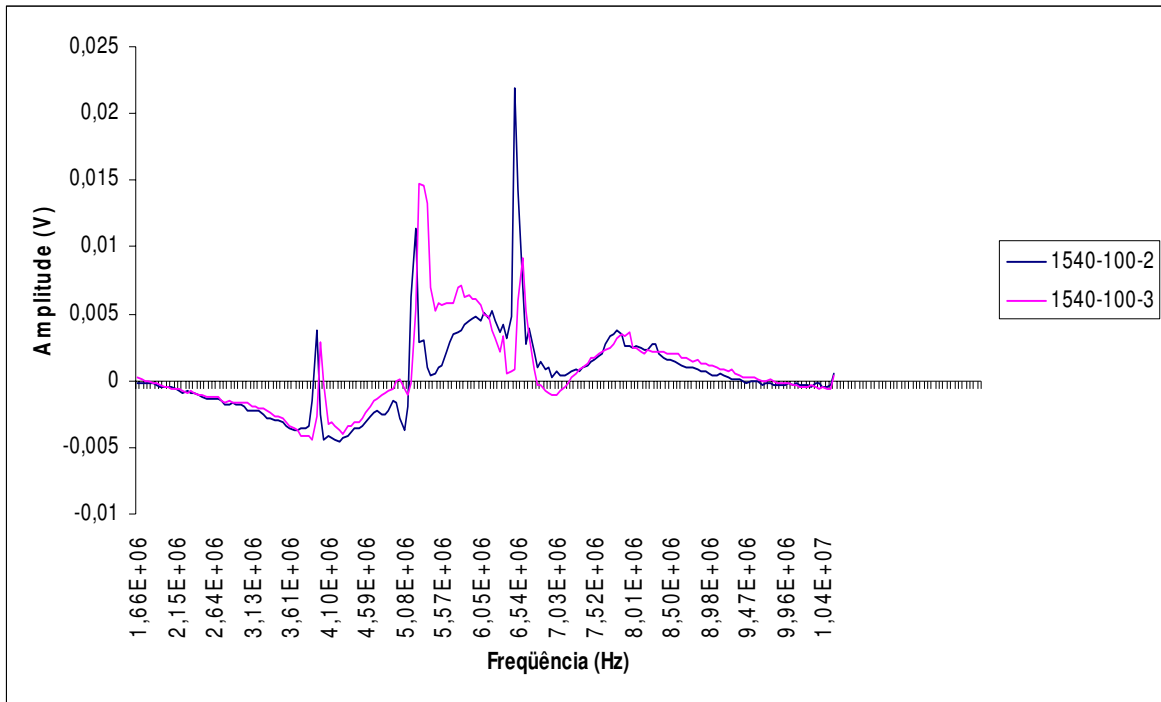


### Grupo 6

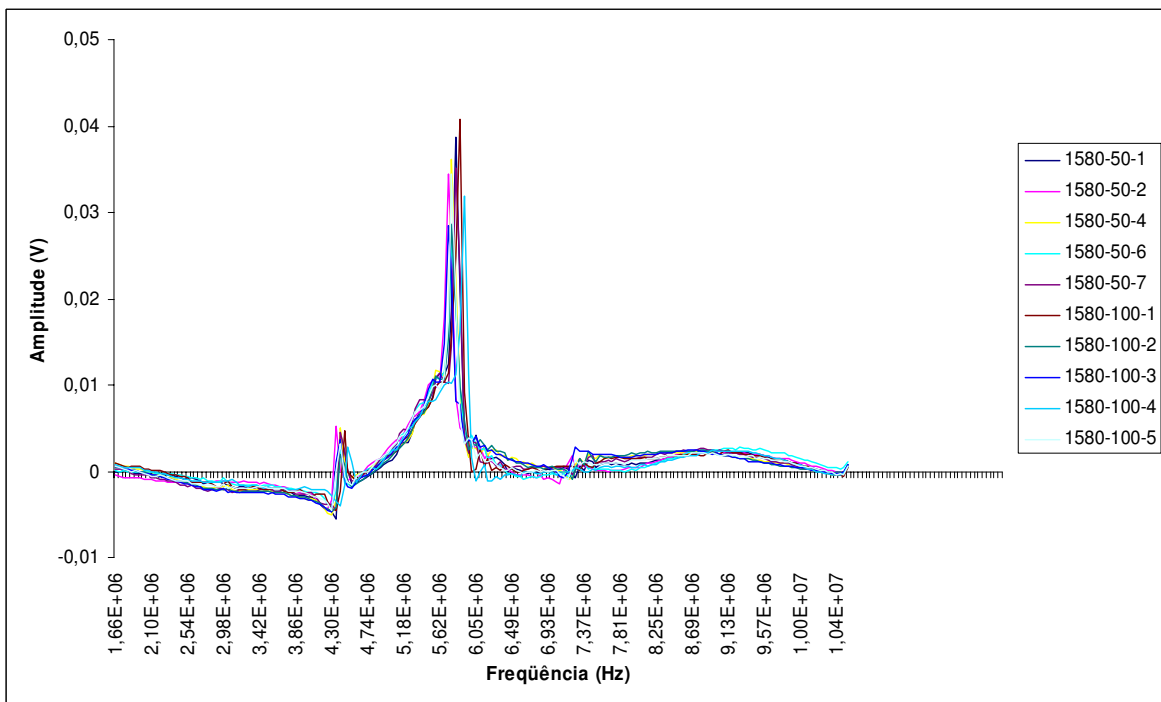




### Grupo 7



### Grupo 8



Para a caracterização completa dessas pastilhas, e a compreensão dos fenômenos envolvidos na passagem de um pulso ultra-sônico através desses

cerâmicos sinterizado, foram escolhidas algumas pastilhas para análise micrográfica através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

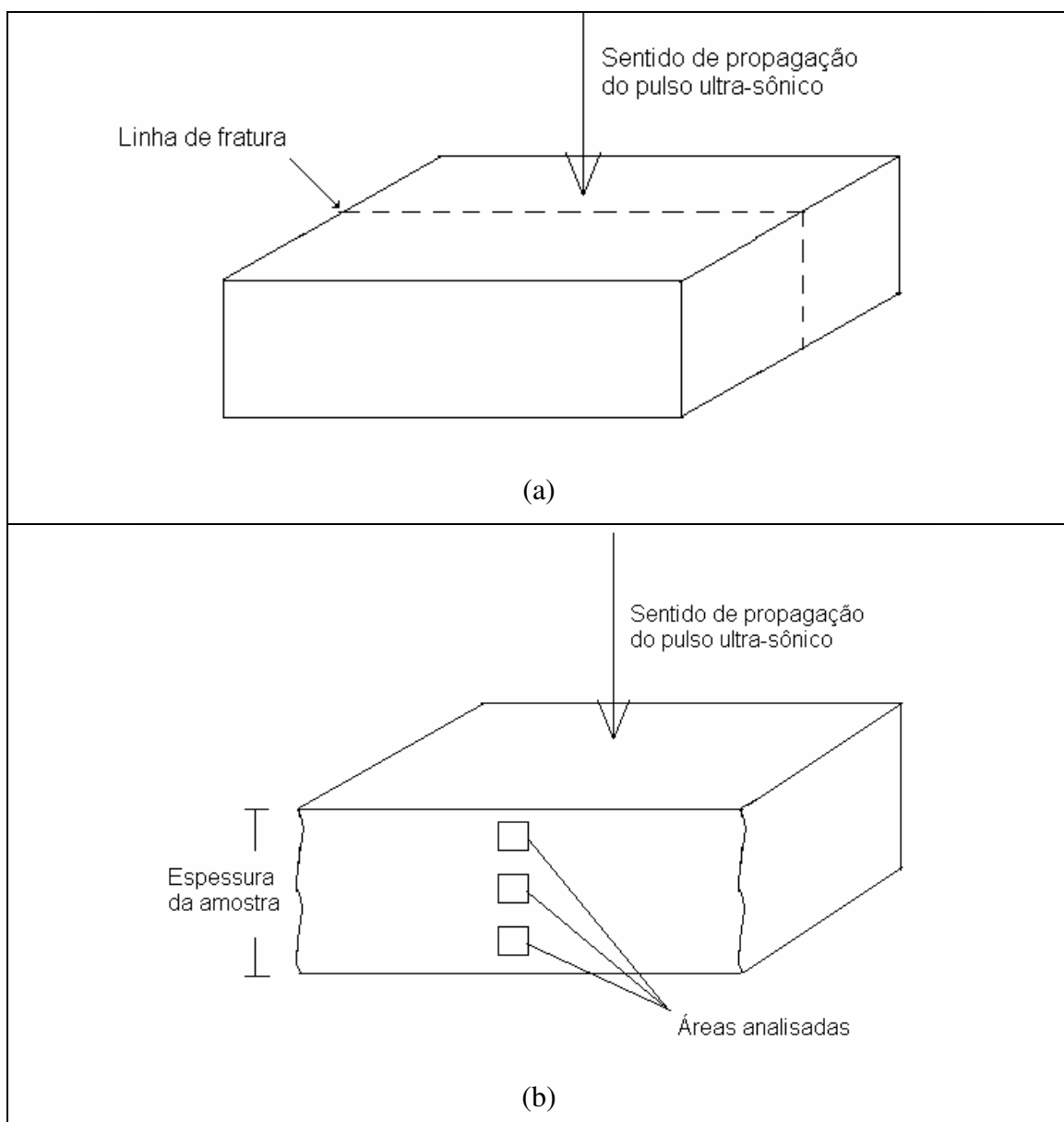
As pastilhas foram escolhidas (Tabela 2) de acordo com os seguintes critérios: uma de cada grupo (8 pastilhas no total), 2 pastilhas com porosidades iguais mas espectros diferentes, 5 pastilhas com espectros parecidos, mas com porosidades diferentes, totalizando 15 pastilhas.

Para a escolha de uma pastilha de cada grupo, de modo a representarmos o grupo pela pastilha, foi feita uma média dos sinais de todas as pastilhas de cada grupo, e a pastilha cujo sinal foi o mais parecido com o sinal da média do seu grupo foi a pastilha escolhida. Essa semelhança entre o sinal da pastilha escolhida e a média dos sinais do grupo foi verificada através da subtração de cada sinal com a média, e a pastilha escolhida para representar o grupo foi a que apresentou a menor diferença gerada por essa subtração, ou seja, cuja diferença mais se aproximou de zero. Esse critério foi escolhido devido a todas as peças do mesmo grupo apresentarem espectros de frequência muito parecidos, por isso podemos caracterizar uma pastilha de cada grupo e dizer que essa representa o seu grupo.

**Tabela 2: Pastilhas escolhidas para micrografia e suas respectivas porosidades.**

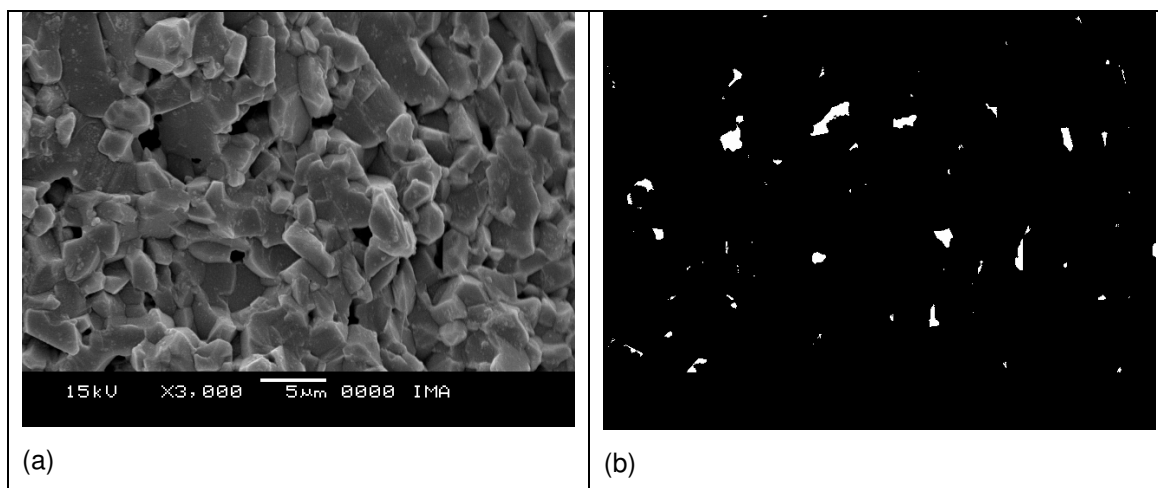
CRITÉRIO DE ESCOLHA	PASTILHA	POROSIDADE (%)
Representante do grupo 1	1150-100-4	37,20
Representante do grupo 2	1400-100-6	29,00
Representante do grupo 3	1480-50-4	20,60
Porosidades iguais mas espectros diferentes	1480-50-5	21,20
	1480-50-6	21,20
Representante do grupo 4	1480-100-1	19,70
Representante do grupo 5	1480-100-3	19,30
Espectros parecidos mas porosidades diferentes	1540-50-4	11,10
	1540-100-6	10,80
Representante do grupo 6	1540-50-6	12,30
Representante do grupo 7	1540-100-2	10,90
Espectros parecidos mas porosidades diferentes	1580-50-1	5,67
	1580-50-7	5,93
	1580-100-4	5,43
Representante do grupo 8	1580-100-2	5,20

As pastilhas escolhidas foram fraturadas ao meio, como é mostrado na Figura 23a, na linha de fratura, e analisadas na mesma direção da passagem da onda ultra-sônica, ou seja, ao longo da espessura da pastilha, para que pudesse ser estudado o perfil das peças. Após o mencionado foram escolhidas três áreas a serem analisadas em todas as pastilhas, sendo duas próximas as extremidades e uma no centro da pastilha, como é mostrado na Figura 23b, para a análise das áreas dos poros e sua distribuição, caracterizando assim as pastilhas ao longo de suas espessuras, na direção de propagação do pulso ultra-sônico.



**Figura 23: A Figura 23a mostra aonde a pastilha foi fraturada, indicada pela linha de fratura. A Figura 23b mostra as três áreas analisadas no MEV.**

Para a análise das imagens geradas pelo MEV, foi usado o software IMAGE-PRO PLUS 4.5, disponível no laboratório de ultra-som do IEN. Este software possui recursos de medição automática da geometria e contagem da quantidade de poros através da criação de uma máscara da imagem analisada (Figura 24b). Como saída de dados, esse programa gera uma planilha em EXCEL, o que otimiza o tempo de tratamento dos dados.

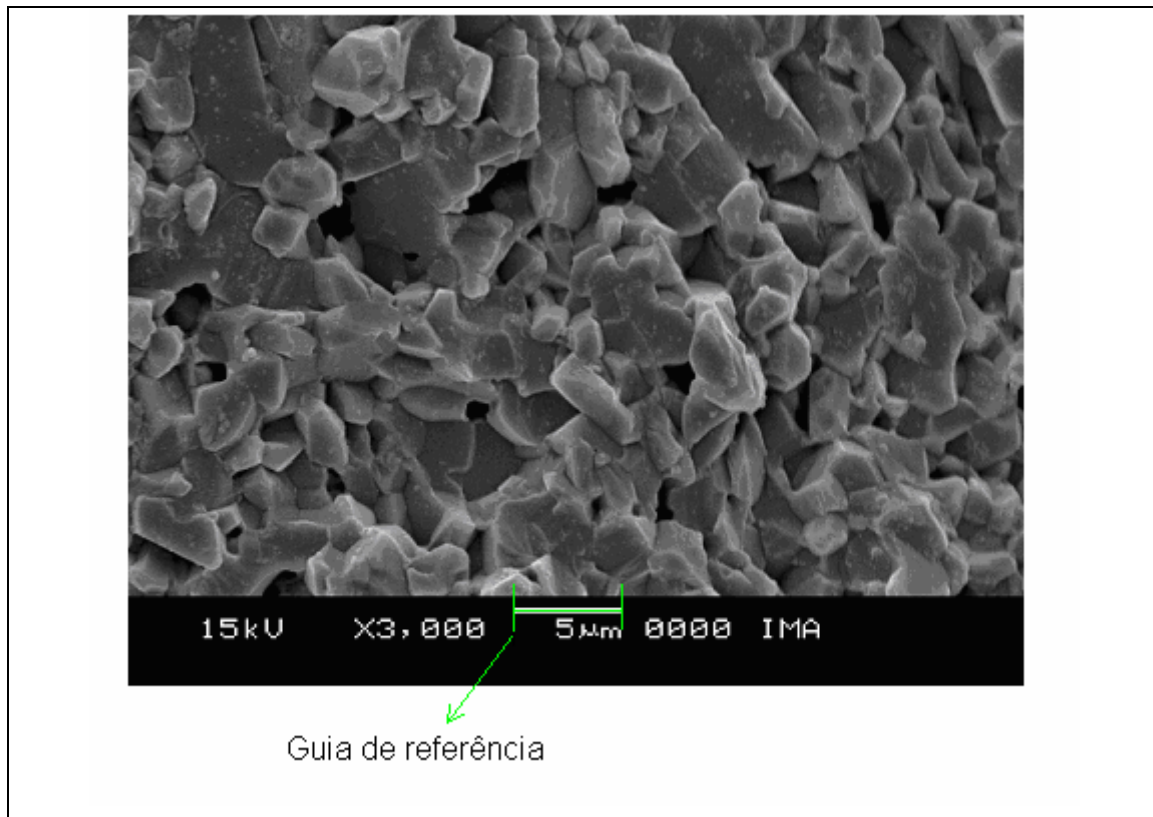


**Figura 24:** A Figura 24a mostra o interior da pastilha de Alumina 1580-50-1 feita pelo MEV com ampliação de 3000x e a Figura 24b mostra a máscara gerada pelo programa Image-Pro Plus para a contagem automática e medição dos poros, onde os pontos brancos são os poros contados e medidos.

A Figura 24a mostra a estrutura da pastilha de Alumina 1580-50-1 fotografada pelo MEV com ampliação de 3000x, onde é possível notar os poros presentes na estrutura. A Figura 24b mostra a máscara gerada da Figura 24a, para que os poros sejam destacados e se torne possível a medição e a contagem desses.

O Image Pro Plus faz a medição com a precisão estimada de até 1pixel, pois o pixel é o menor elemento de uma imagem gerada pelo computador, ou seja, de uma imagem digital. A mudança de unidade de medida de pixel para o sistema métrico é feita pela calibração da medida com relação a guia horizontal que é apresentada na imagem gerada pelo MEV. Essa guia de referência é medida, como é mostrado na Figura 25, e então é feita uma relação de quantos pixels são necessários para formar essa guia, após esse procedimento o equipamento está aferido e pronto para a medição automática da geometria das imagens. A precisão referida para as imagens em micrômetros com

ampliações de 3.000x foi de aproximadamente  $0,06\mu\text{m}$ , pois foram necessários 76 pixels para formar a imagem de referência de tamanho  $5\mu\text{m}$ , como é mostrado na Figura 25.

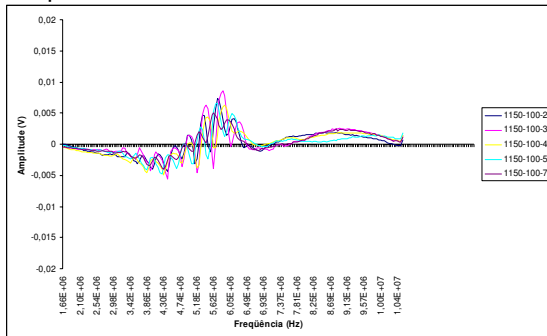


**Figura 25:** Imagem da pastilha de Alumina 1580-50-1 feita pelo MEV com ampliação de 3000x, onde é possível notar a guia de referência, em verde, que relaciona quantos pixels formam a medida de  $5\mu\text{m}$ .

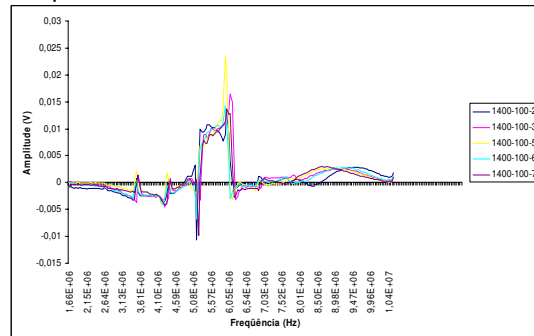
## 5-RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foram gerados espectros de freqüência das pastilhas através da passagem do pulso ultra-sônico, que depois foram agrupados de acordo com seu formato dando origem a 8 grupos, como foi mostrado na metodologia e que é novamente exposto na Figura 26 para facilitar a discussão dos resultados.

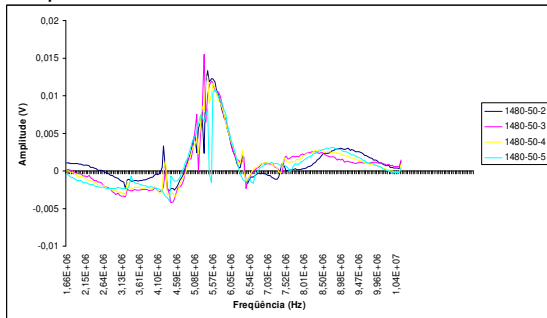
Grupo 1



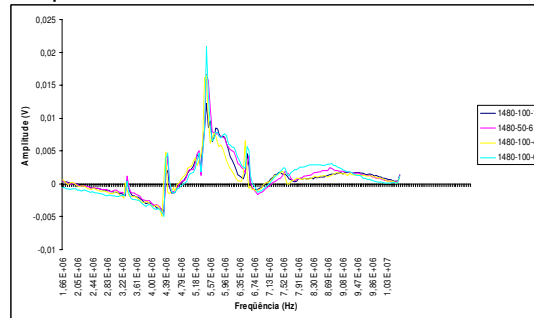
Grupo 2



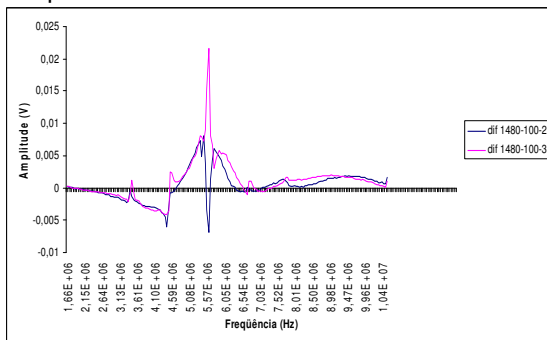
Grupo 3



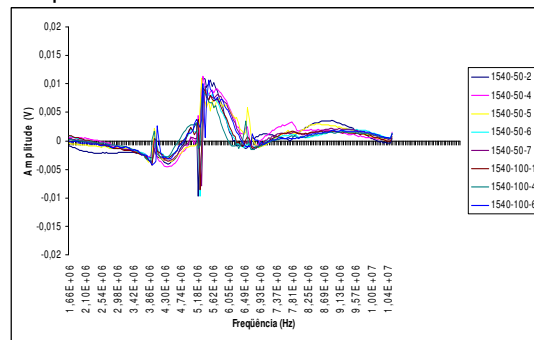
Grupo 4



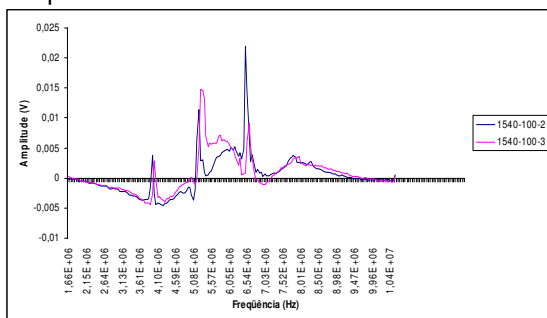
Grupo 5



Grupo 6



Grupo 7



Grupo 8

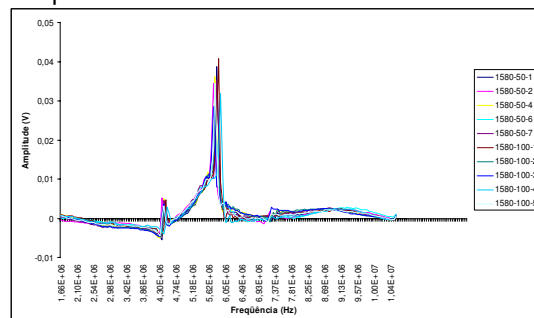


Figura 26: Grupos de espectros de freqüência, gerados por um transdutor de 5MHz de onda longitudinal acoplado as pastilhas.

A Figura 26 mostra que os espectros de freqüência das pastilhas apresentaram formas bem características, ou seja, únicas para cada pastilha, evidenciando que a pastilha pode ser reconhecida pelo seu respectivo espectro de freqüência. Contudo, apesar desses espectros de freqüência serem característicos para cada pastilha, esses apresentaram formas semelhantes, o que possibilitou a formação de grupos de espectros de freqüência, com alterações nas mesmas faixas de freqüência. Isto pode ser melhor observado quando os espectros de um grupo são sobrepostos, pois assim nota-se que seus formatos seguem uma seqüência de variação nas amplitudes, aumentos e diminuições, na mesma faixa de freqüência.

Ainda analisando a Figura 26, é possível notar que os grupos coincidem com os grupos de temperaturas, ou seja, não existe nenhuma pastilha alocada em um grupo cuja temperatura de sinterização seja diferente da sua.

As pastilhas dos Grupos 3, 4 e 5 apesar de terem sido fabricados nas mesmas temperatura e pressão, não puderam ser colocadas no mesmo grupo por apresentarem espectros muito diferentes. O mesmo ocorreu para os grupos 6 e 7. Este fato será discutido mais a frente com relação a análise de suas estruturas internas.

As pastilhas sinterizadas a temperatura de 1150°C e 1400°C foram fabricadas apenas com a pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>. As demais pastilhas foram fabricadas com duas pressões, 50Kgf/cm<sup>2</sup> e 100Kgf/cm<sup>2</sup>. Para as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C os espectros de freqüência ficaram em grupos que correspondem às pressões com que foram fabricadas, com exceção da pastilha 1480-50-6, que foi sinterizada a pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup>, mas apresentou espectro semelhante aos do grupo com pressão 100Kgf/cm<sup>2</sup>. Nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C a pressão não exerceu influência com relação ao espectro de freqüência, pois todas as pastilhas sinterizadas a essas temperaturas, independente da pressão, mostraram espectros de freqüência semelhantes, sendo assim colocadas nos grupos designados somente pelas suas temperaturas (Figura 26).

As pastilhas separadas por grupos e com seus respectivos percentuais de porosidade, medidas pelo método de Arquimedes, foram organizadas na tabela 3.

**Tabela 3: Pastilhas de Alumina identificadas por suas temperaturas e pressões de sinterização, relacionadas com seus percentuais de porosidades e separadas por grupos.**

GRUPO	TEMPERATURA(°C)- PESSÃO (Kgf/cm <sup>2</sup> )- PASTILHA	POROSIDADES (%)	GRUPO	TEMPERATURA(°C)- PESSÃO (Kgf/cm <sup>2</sup> )- PASTILHA	POROSIDADES (%)
1	1150-100-7	37,30	6	1540-50-6	12,30
	1150-100-5	37,20		1540-50-5	11,90
	1150-100-4	37,20		1540-50-4	11,10
	1150-100-2	37,20		1540-50-2	11,10
	1150-100-3	37,10		1540-100-6	10,80
2	1400-100-6	29,00		1540-50-7	10,70
	1400-100-7	28,70		1540-100-4	10,60
	1400-100-5	28,70		1540-100-1	10,50
	1400-100-3	28,70	7	1540-100-2	10,90
	1400-100-2	28,70		1540-100-3	10,60
3	1480-50-2	21,40	8	1580-50-6	6,90
	1480-50-5	21,20		1580-50-4	6,54
	1480-50-4	20,60		1580-50-2	6,50
	1480-50-3	20,60		1580-50-7	5,93
4	1480-50-6	21,20		1580-100-5	5,81
	1480-100-1	19,70		1580-50-1	5,67
	1480-100-6	19,60		1580-100-3	5,54
	1480-100-4	19,40		1580-100-4	5,43
5	1480-100-2	19,90		1580-100-2	5,20
	1480-100-3	19,30		1580-100-1	5,09

De acordo com a Tabela 3 é possível notar que as porosidades medidas por Arquimedes coincidem com a organização dos grupos, salvos duas exceções que serão discutidas após a apresentação da Tabela 4, ou seja, cada grupo apresentou uma faixa determinada de porosidade como é mostrado abaixo na Tabela 4.

**Tabela 4: Espectros de Frequência das pastilhas separadas em grupos com suas respectivas faixas de porosidade.**

Grupo	Temperatura de sinterização da pastilha (°C)	Porosidade (%)
1	1150	37,30 a 37,10
2	1400	29,00 a 28,70
3	1480	21,40 a 20,60
4	1480	19,70 a 19,40 com exceção de 21,20
5	1480	19,90 a 19,30
6	1540	12,30 a 10,50
7	1540	10,90 a 10,60 exceção
8	1580	6,90 a 5,09

A Tabela 4 mostra que cada grupo apresentou uma faixa determinada de porosidade, com exceções nos grupos 4 e 7. Com relação a essas



exceções pode-se verificar que a pastilha 1480-50-6 com porosidade 21,20% presente no grupo 4 fica totalmente fora da faixa de porosidade desse grupo, que é de 19,30% a 19,70%, além de não possuir a mesma condição de pressão de fabricação, pois essa pastilha foi fabricada a pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup>, enquanto as demais pastilhas desse grupo foram submetidas a pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>, como pode ser visto na Tabela 3. Essa pastilha 1480-50-6 alocada no grupo 4 possui a mesma porosidade (21,20%) e as mesmas condições de fabricação, ou seja, pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup> e temperatura de sinterização de 1480°C, que a pastilha 1480-50-5 alocada no grupo 3. Devido a esses fatores, se os grupos fossem formados apenas pelas faixas de porosidade e condições de sinterização das pastilhas, a pastilha 1480-50-6 pertenceria ao mesmo grupo da pastilha 1480-50-5, ou seja, grupo 3, cuja faixa de porosidade é de 20,60% a 21,40%, a pressão de fabricação foi de 50Kgf/cm<sup>2</sup> e a temperatura de sinterização foi de 1480°C. Mas como essas pastilhas foram classificadas de acordo com seus espectros de frequência a pastilha 1480-50-6 foi colocada no grupo 4 enquanto a pastilha 1480-50-5 foi colocada no grupo 3, devido a grande diferença na forma apresentada entre seus espectros de frequência. O mesmo ocorreu com o grupo 7, cujas porosidades apresentadas se encontram dentro da faixa de porosidade do grupo 6, mas devido a seus espectros de frequência muito diferentes não puderam fazer parte desse grupo. Esse fato pode ser notado observando as pastilhas 1540-100-3 e 1540-100-4, que possuem a mesma porosidade (10,6%) e mesmas condições de fabricação, ou seja, pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup> e temperatura de sinterização de 1540°C, mas foram classificadas em grupos diferentes (1540-100-4 no grupo 6 e 1540-100-3 no grupo 7) devido aos seus espectros de frequência serem muito diferentes. Para avaliar melhor o que pode ter ocasionado essa diferença no espectro de frequência nas duas pastilhas de porosidade 21,2%, foi feita uma microscopia dessas pastilhas. Conforme exposto na metodologia. Mais 13 pastilhas foram escolhidas para análise no MEV, totalizando 15 pastilhas, como mostrado na tabela 2 da metodologia.

Pela análise micro-estrutural, foram observados, através da microscopia eletrônica de varredura, três tipos de estruturas que podem ser consideradas diferentes entre si, foram elas a Alumina Verde, ou seja, não sinterizada, onde

podemos ver que os grãos estão ainda bem individualizados (Figura 27), Alumina que apresenta uma estrutura de transição (Figura 28), onde vemos sinais de sinterização junto com grãos ainda individualizados e, Alumina sinterizada (Figura 29), onde podemos notar planos de clivagem na estrutura interna do material mostrando que a peça foi sinterizada.

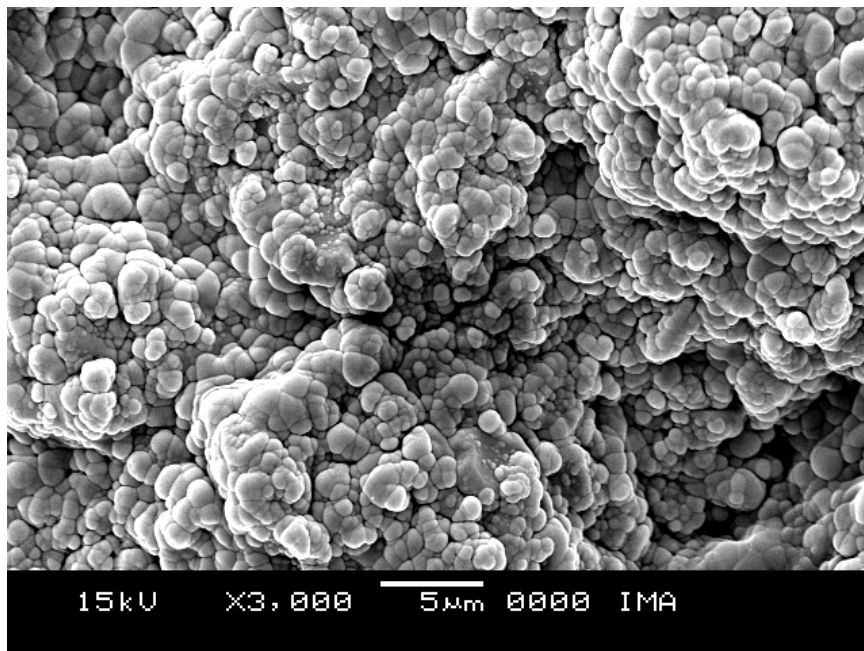


Figura 27: Pastilha 1150-100-4 analisada no MEV com ampliação de 3.000x onde é possível ver os grãos individualizados.

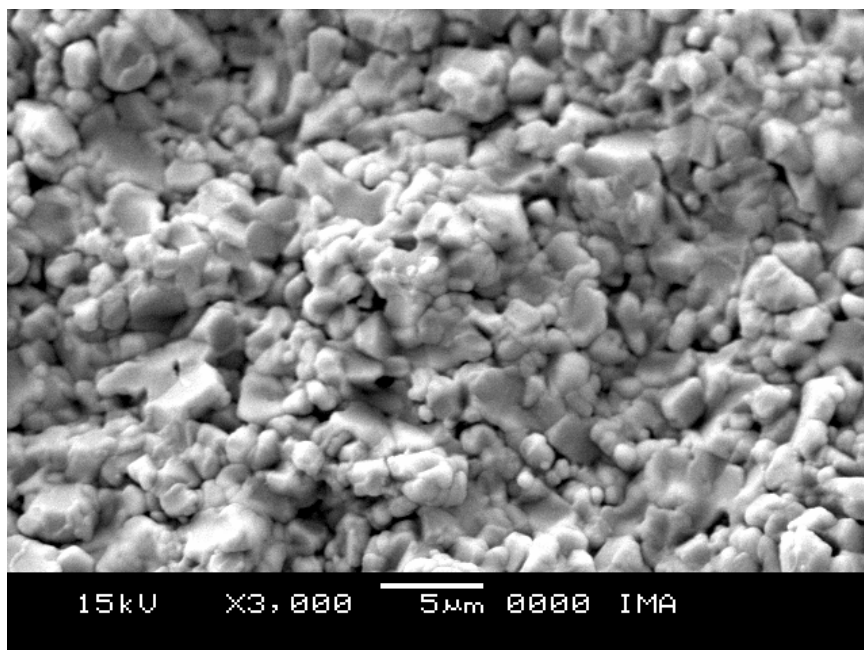
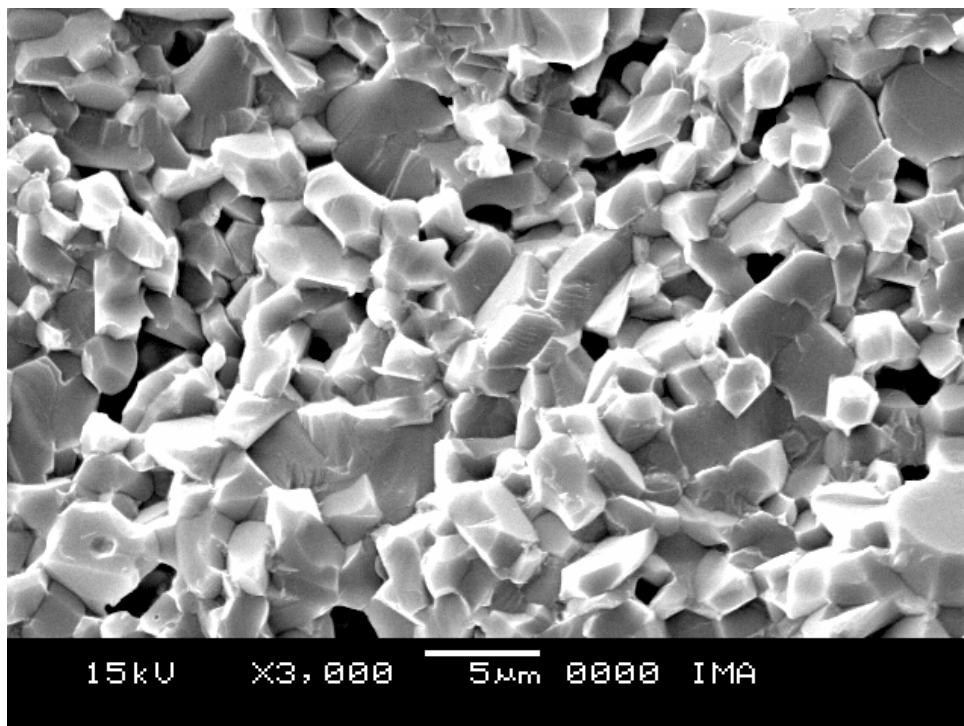


Figura 28: Pastilha 1480-100-3 analisada no MEV com ampliação de 3.000x onde é possível notar que ocorreu sinterização, mas ainda apresenta grãos individualizados.



**Figura 29:** Pastilha 1580-100-4 analisada no MEV com ampliação de 3.000x mostrando que a pastilha foi bem sinterizada com planos de clivagem bem definidos.

De acordo com a classificação apresentada, o tipo de estrutura pode ser associado a temperatura de sinterização das pastilhas como é mostrado abaixo na Tabela 5.

**Tabela 5:** Temperatura de sinterização das pastilhas associadas ao tipo de estrutura verificado na análise estrutural através do MEV.

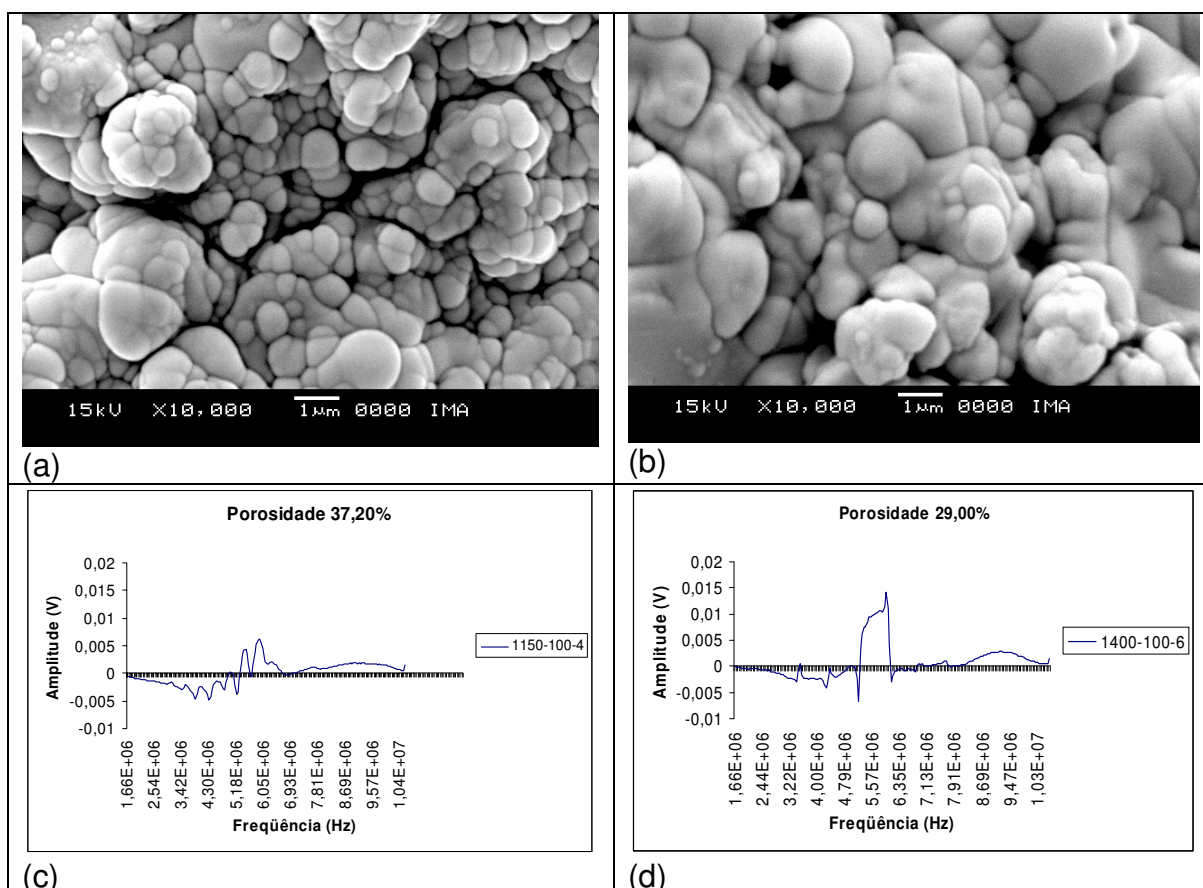
Temperatura de sinterização (°C)	Tipo de estrutura verificada
1150	Verde
1400	Verde
1480	Transição
1540	Sinterizada
1580	Sinterizada

Para facilitar a exposição dos resultados e discussões, esses serão apresentados separadamente em subseções, onde primeiro serão abordados os resultados e discussões das pastilhas classificadas como Alumina Verde, depois serão vistos os resultados e discussões das pastilhas classificadas

como Alumina com Estrutura de Transição e por fim serão vistos os resultados e discussões para as pastilhas classificadas como Alumina Sinterizadas.

## 5.1-ALUMINA VERDE

Como mostrado na metodologia, as pastilhas 1150-100-4 e 1400-100-6, definidas como Alumina verde, foram submetidas ao MEV e apresentaram as estruturas internas juntamente com seus respectivos espectros de frequência mostradas na Figura 30.



**Figura 30: Mostra as imagens geradas pelo MEV com resolução de 10.000x das pastilhas 1150-100-4 (30a) e 1400-100-6 (30b), juntamente com seus respectivos espectros de frequência, Figuras 30c e 30d, ambos com suas respectivas porosidades.**

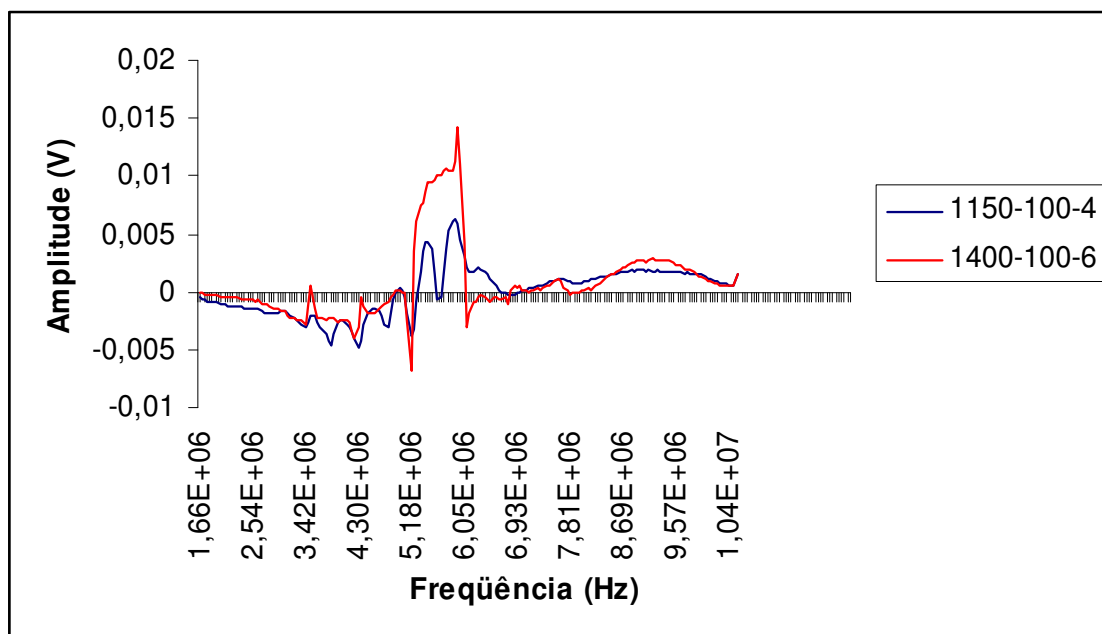
As Figuras 30a e 30b mostram imagens, geradas pelo MEV, do interior das pastilhas 1150-100-4 e 1400-100-6 com ampliação de 10.000x, onde é possível notar que os grãos se apresentam bem individualizados. Devido a esse fato, as pastilhas de Alumina verde não apresentaram poros definidos,

conseqüentemente não foi possível associar tamanhos de poros aos fenômenos de passagem de uma onda ultra-sônica. Entretanto, ao compararmos essas Figuras 30a e 30b, foi possível notar que ocorreu um crescimento dos grãos e a diminuição do número de interfaces entre os grãos quando a temperatura passou de 1150°C para 1400°C, este fato evidencia o que foi dito na seção 2.3 sobre sinterização, onde é explicado que com o aumento da temperatura de sinterização ocorre um crescimento dos grãos e a formação de um contato mais íntimo pela diminuição do número de interfaces [15]. Pode-se notar com isso que para a temperatura de 1150°C vemos a predominância de grãos totalmente individualizados, com o aumento da temperatura para 1400°C houve uma significativa diminuição dessa individualidade mostrando a eliminação de interfaces. Devido a não presença de poros definidos, foram medidos os tamanhos dos grãos e comparados os espectros de frequência das pastilhas (Figuras 30c e 30d) para verificar como esse aumento dos grãos e diminuição do número de interfaces entre os grãos alteraram os espectros de frequência. As faixas de tamanho dos grãos mensurados são mostrados na Tabela 6.

**Tabela 6: Relaciona a pastilha com suas respectivas porosidades e faixa dos tamanhos dos grãos.**

Pastilha	Porosidade (%)	Faixa dos tamanhos dos grãos ( $\mu\text{m}$ )
1150-100-4	37,20	0,66 a 1,95
1400-100-6	29,00	0,94 a 3,56

Para verificar como a frequência é alterada por essas faixas de tamanho dos grãos, os espectros de frequência dessas pastilhas foram sobrepostos como é mostrado na Figura 31.



**Figura 31: Espectros de frequência das pastilhas 1150-100-4 e 1400-100-6 sobrepostas.**

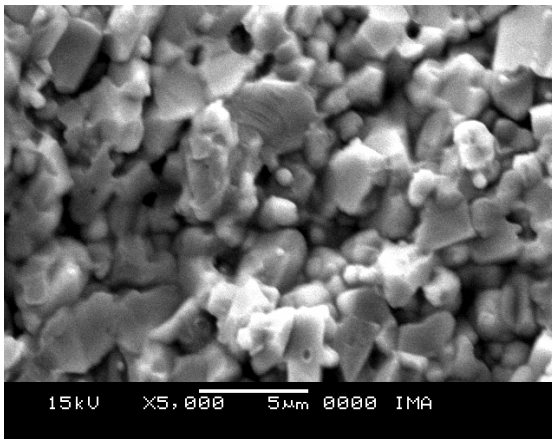
A Figura 31 mostra a superposição dos espectros de frequência das pastilhas 1150-100-4 e 1400-100-6 para verificar como a frequência é alterada pelas faixas de tamanho dos grãos, apresentados na Tabela 6. Observando essa figura é possível notar que a pastilha 1150-100-4 apresentou uma amplitude muito menor que a 1400-100-6. Esse fato pode ter ocorrido devido ao número de interfaces e descontinuidades do material que interagem com o pulso ultra-sônico, pois a medida em que o pulso encontra barreiras, tais como as interfaces dos grãos ou descontinuidades (por exemplo poros), pode ocorrer a perda de energia por reflexão, espalhamento e absorção (de acordo com a explicação da seção 2.5.2 dessa dissertação), com isso a amplitude do sinal é diminuída. Por isso quanto maior for o número de interfaces ou descontinuidades que o pulso ultra-sônico tem que atravessar, menor será a amplitude de seu sinal. Para essas pastilhas, a porosidade medida pelo método de Arquimedes concorda com a diminuição da amplitude do sinal ultra-sônico, pois o sinal da pastilha 1150-100-4 que apresentou uma amplitude muito menor que o da pastilha 1400-100-6, apresenta também uma porosidade maior, pois como pode ser observado na Tabela 6, a porosidade da pastilha 1150-100-4 é de 37,20%, enquanto a pastilha 1400-100-6 possui a porosidade de 29,00%. Essa concordância entre os dois métodos, o método de Arquimedes e de ultra-

som, pode ter ocorrido pelo fato de que para essas pastilhas sinterizadas as temperaturas de 1150°C e 1400°C há uma predominância de poros abertos e, como mencionado anteriormente na seção 2.3 sobre sinterização, esses poros abertos são ligados por canais que vão conduzir a água, utilizada no método de Arquimedes, para o preenchimento total desses poros, o que dará um valor muito preciso para a porosidade dessas pastilhas. Mas, na próxima seção será mostrado que nem sempre a medida de porosidade pelo método de Arquimedes concorda com o método de ultra-som, pois como foi visto na seção 2.3, que aborda a explicação sobre sinterização, a medida em que aumenta a temperatura de sinterização diminuimos a ocorrência de poros abertos que vão sendo substituídos por poros fechados, o que gera uma imprecisão do método de Arquimedes que não avalia esses poros fechados, pois nessas a água, que é usada nesse método para a determinação de porosidade, não consegue penetrar [17,18], como será visto mais a frente.

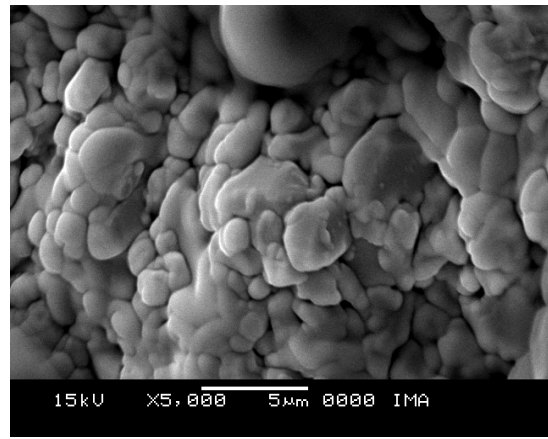
## **5.2-ALUMINA COM ESTRUTURA DE TRANSIÇÃO**

Para a análise das pastilhas de Alumina dos grupos 3, 4 e 5, cuja temperatura de sinterização foi de 1480°C também não foram mensuradas as áreas dos poros, isso porque apenas uma pastilha apresentou alguns poros definidos em meio a uma estrutura com a existência de grãos ainda individualizados, o que também altera o sinal do pulso ultra-sônico.

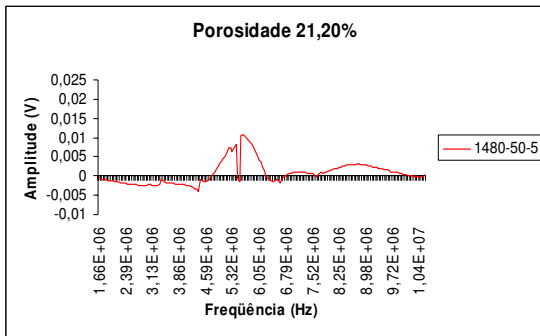
Então a análise foi feita pela comparação das microestruturas das pastilhas que foram fotografadas através do MEV, como mostra a Figura 32.



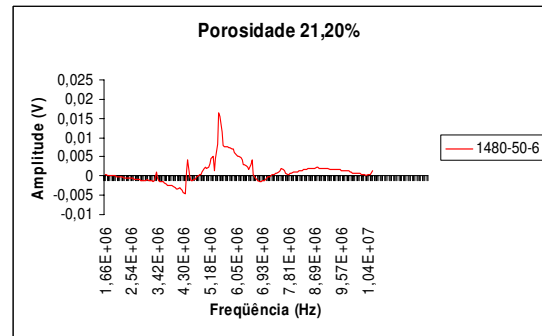
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 32: Imagens das pastilhas 1480-50-5 (32a) e 1480-50-6 (32b) geradas pelo MEV com a ampliação de 5.000x, juntamente com seus respectivos espectros de frequência (32c) e (32d).**

As Figuras 32a e 32b mostram a diferença nas estruturas internas das pastilhas 1480-50-5 e 1480-50-6 que gerou espectros de frequência muito diferentes, como mostrados nas Figuras 32c e 32d. Comparando as Figuras 32a e 32b com as Figuras 30a e 30b, nota-se que à temperatura de 1480°C ocorreu uma significativa diminuição de poros abertos, que são predominantes nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1150°C e 1400°C, que foram sendo substituídos por poros fechados a medida em que a temperatura de sinterização aumentou. Esse fato ocorreu pela diminuição dos canais, que interconectavam esses poros, durante a formação de um contato mais íntimo entre os grãos pela eliminação do número de interfaces, como foi explicado na seção 2.3 que descreve a sinterização. Ainda observando as Figuras 32a e 32b é possível notar que a pastilha 1480-50-5 tem o aspecto de um material parcialmente sinterizado, onde podemos ver alguns poros bem definidos e



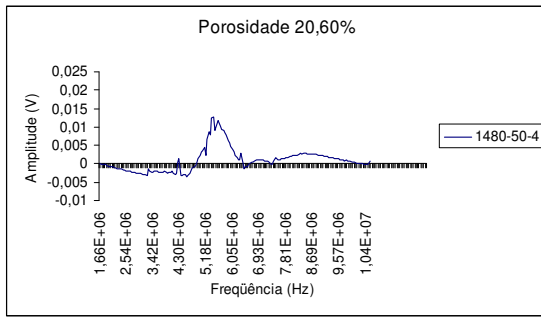
superfícies características de um material sinterizado (superfícies de clivagem), mas com alguns grãos ainda individualizados, enquanto a pastilha 1480-50-6 apresenta uma estrutura com grãos visivelmente individualizados e sem as superfícies características de um material sinterizado (superfícies de clivagem). Essas duas pastilhas, como já foi mostrado anteriormente, na Tabela 1 da metodologia, foram submetidos às mesmas pressão e temperatura de sinterização, e apresentaram mesma porosidade quando mensuradas pelo método de Arquimedes, mas seus espectros de frequência foram bem diferentes. Esse fato pode ter ocorrido devido ao método de Arquimedes ser incapaz de avaliar esse tipo de estrutura interna, pois é um método muito preciso quando avalia porosidade aberta, mas a medida em que ocorrem poros fechados e micro-poros no material ela se torna pouco precisa [17,18], pois nesses a água não consegue penetrar.

As pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C que foram submetidas ao MEV são apresentadas na Tabela 7 juntamente com suas respectivas porosidades e seus grupos.

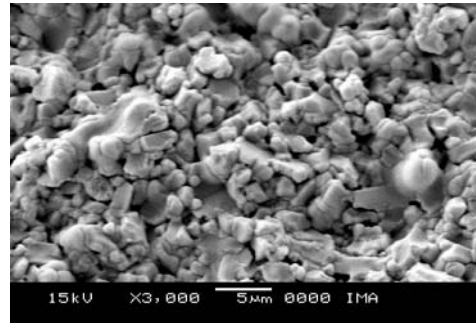
**Tabela 7: Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C analisadas no MEV e suas respectivas porosidades e grupos.**

Pastilha	Porosidade (%)	Grupo
1480-50-4	20,60	3
1480-50-5	21,20	3
1480-50-6	21,20	4
1480-100-1	19,70	4
1480-100-3	19,30	5

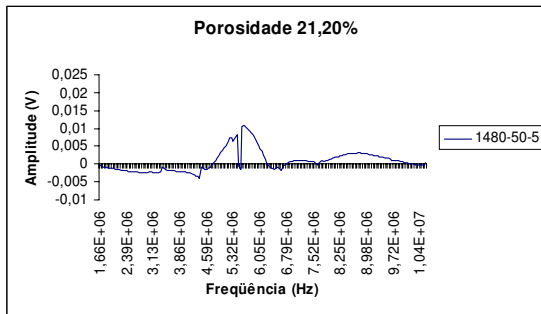
As imagens geradas pelo MEV do interior dessas pastilhas observadas na Tabela 7, juntamente com seus respectivos espectros de frequência são apresentadas nas Figura 33.



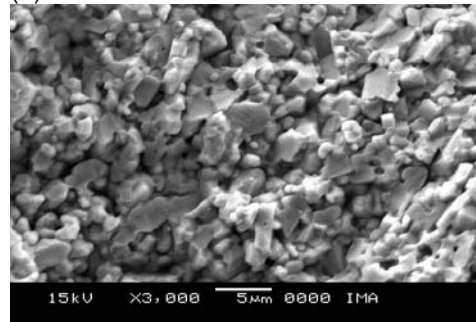
(a) 1480-50-4



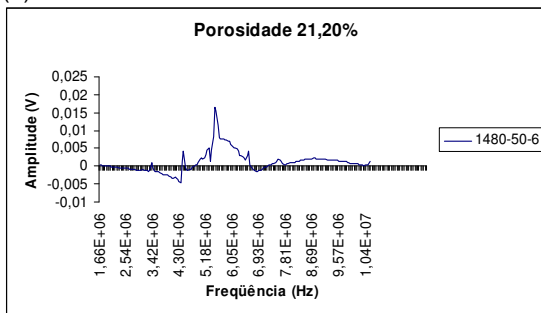
(b) 1480-50-4



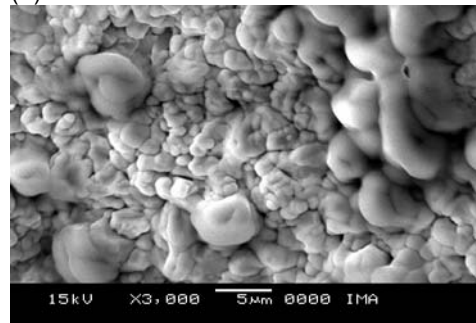
(c) 1480-50-5



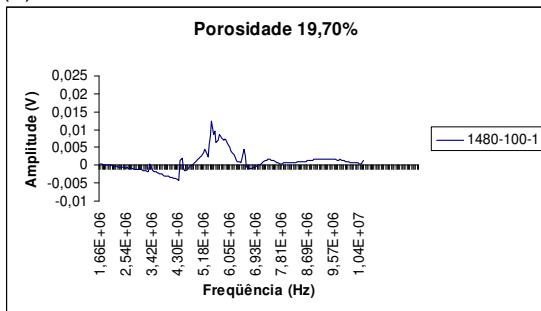
(d) 1480-50-5



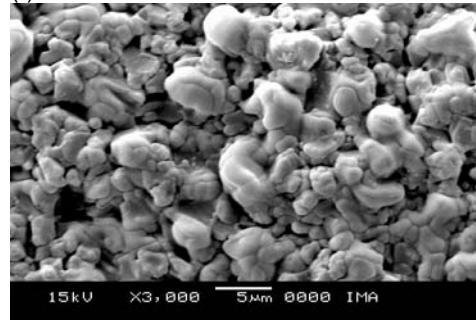
(e) 1480-50-6



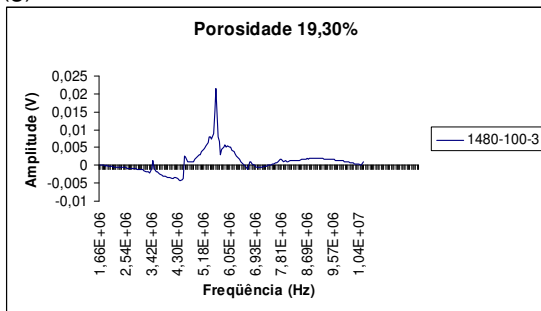
(f) 1480-50-6



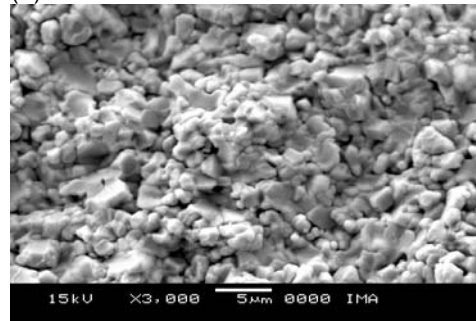
(g) 1480-100-1



(h) 1480-100-1



(i) 1480-100-3

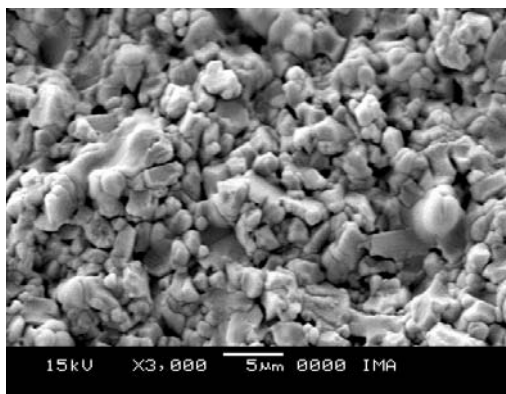


(j) 1480-100-3

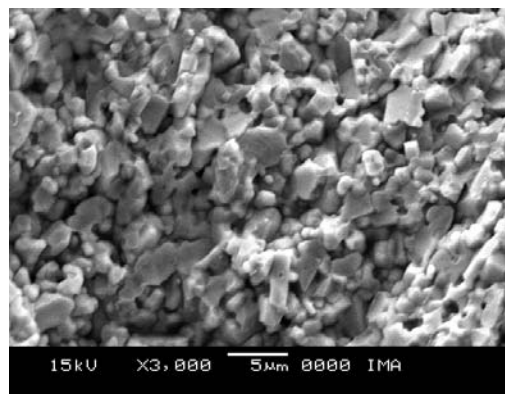
**Figura 33: Imagens geradas pelo MEV das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C com ampliação de 3.000x e seus respectivos espectros de frequência.**

A Figura 33 apresenta as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C e seus respectivos espectros de frequência, para que seja possível notar as diferenças e as semelhanças entre as estruturas das pastilhas e seus respectivos espectros de frequência, afim de encontrar uma explicação para o fato de algumas dessas pastilhas serem alocadas em grupos diferentes e outras no mesmo grupo.

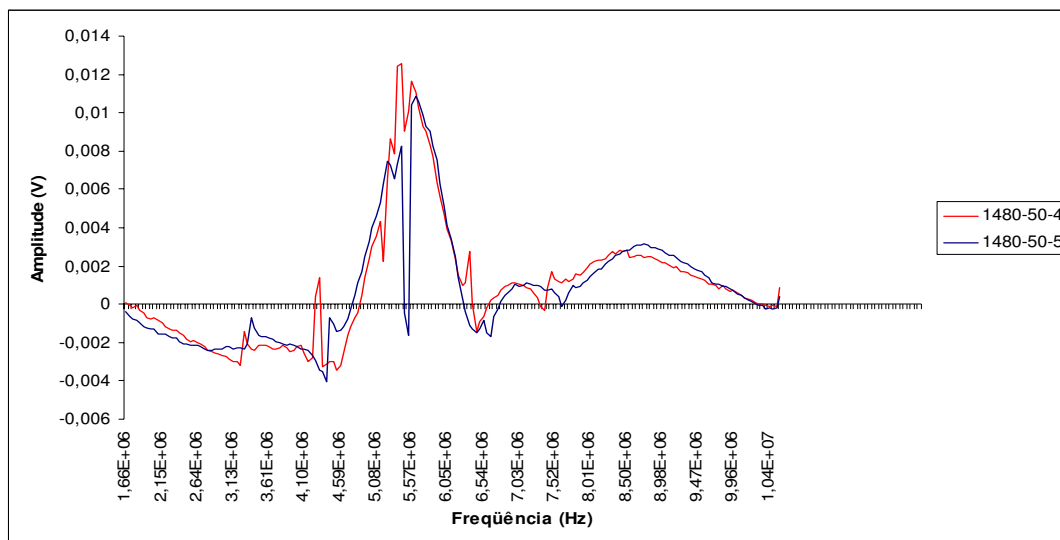
De acordo com as estruturas apresentadas na Figura 8 podemos notar, juntamente com a Tabela 7, que os grupos concordam com as semelhanças das estruturas e dos espectros como será apresentado nas Figuras 34 e 35.



(a)1480-50-4



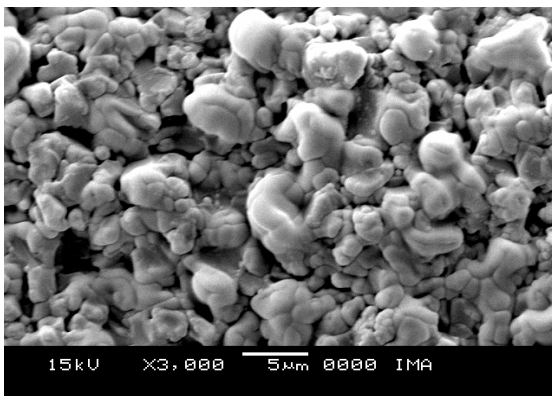
(b) 1480-50-5



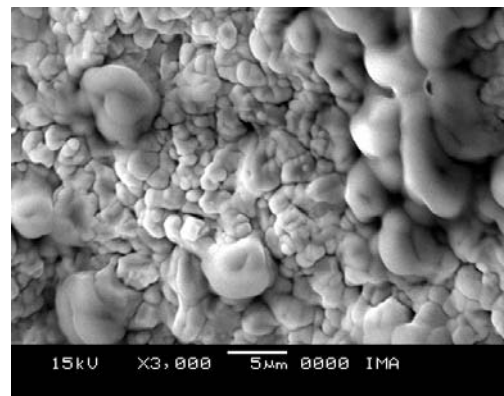
(c)

Figura 34: Mostra a estrutura interna da pastilha 1480-50-4 (a) que se assemelha muito a estrutura da pastilha 1480-50-5 (b). A Figura (c) mostra a superposição dos espectros de frequência dessas duas pastilhas.

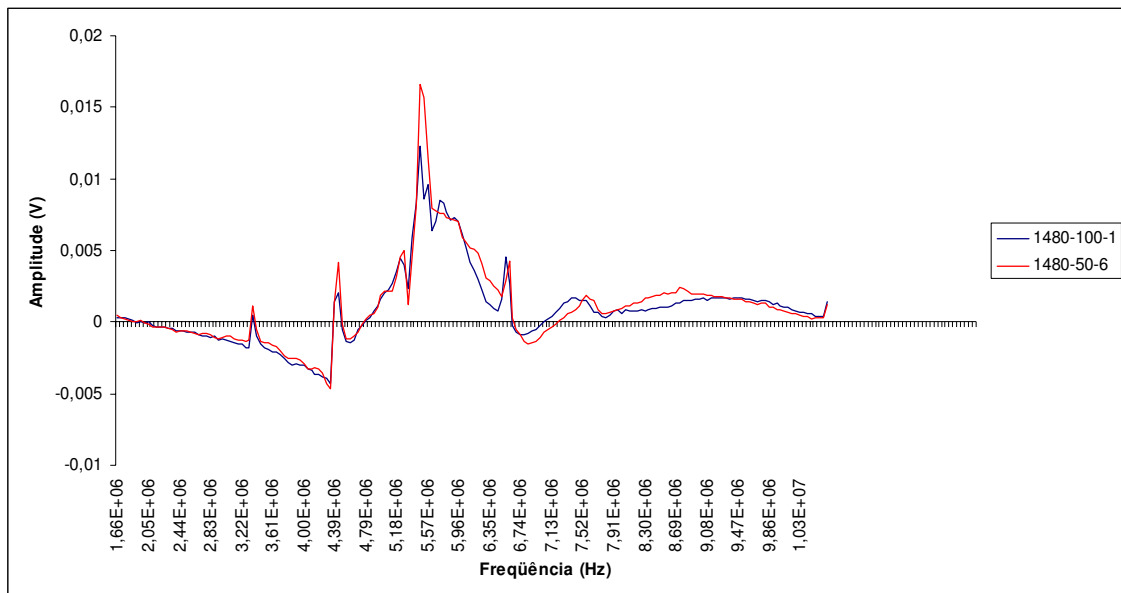
As Figuras 34a e 34b apresentam as estruturas das pastilhas 1480-50-4 e 1480-50-5. Essas pastilhas foram organizadas no grupo 3 sem o conhecimento prévio das suas estruturas, pois como foi dito na metodologia, o procedimento foi de agrupar espectros com formas semelhantes. Nessa figura é possível notar a semelhança entre as estruturas e com isso confirmar que estruturas semelhantes geram espectros de frequência com variações de amplitude nas mesmas faixas de frequência, como é apresentado na Figura 34c. Outra comprovação desse fato pode ser notada observando as Figuras 35.



(a)1480-100-1



(b)1480-50-6

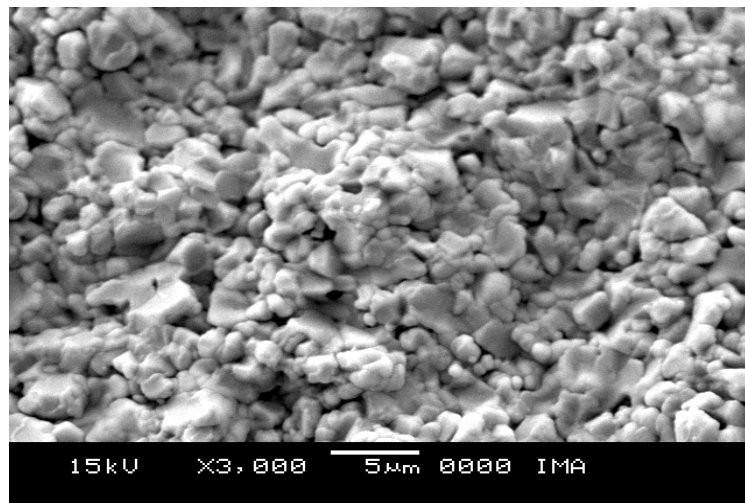


(c)

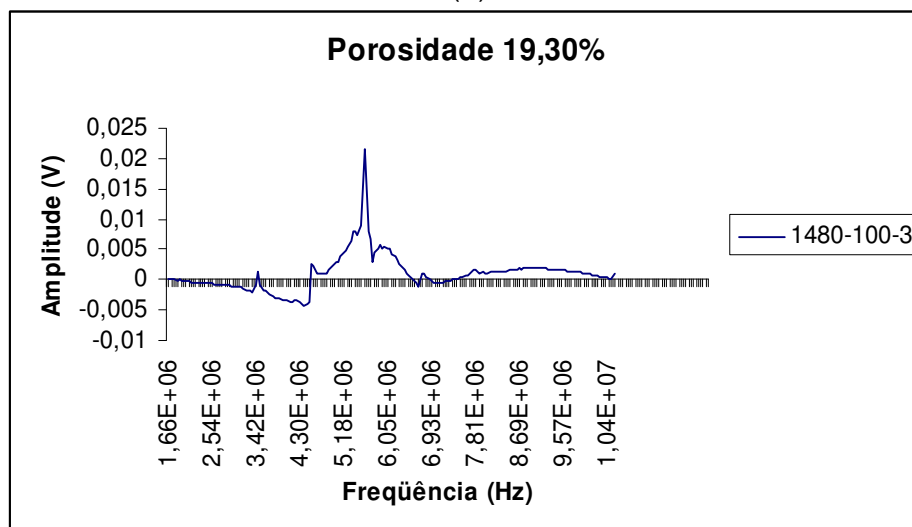
**Figura 35: Mostra a estrutura interna da pastilha 1480-100-1 (a) que se assemelha muito a estrutura da pastilha 1480-50-6 (b). A Figura (c) mostra a superposição dos espectros de frequência dessas duas pastilhas.**

As Figuras 35a e 35b mostram as semelhanças nas estruturas das pastilhas 1480-100-1 e 1480-50-6, e sobrepondo seus espectros de frequência (Figura 35c) é possível notar que esse tipo de estrutura gerou variação de amplitude nas mesmas faixas de frequência confirmando o que foi observado nas Figuras 34a e 34b, ou seja, a seleção dos grupos pela semelhança dos espectros de frequência das pastilhas coincidiu com a semelhança entre as estruturas das pastilhas, o que evidencia que o pulso ultra-sônico é extremamente sensível a estrutura do material, podendo essa estrutura ser identificada de acordo com seu espectro de frequência.

Para a pastilha 1480-100-3, que faz parte do grupo 5, a imagem gerada pelo MEV é apresentada na Figura 36.



(a)



(b)

Figura 36: Mostra a estrutura da pastilha 1480-100-3 fotografada pelo MEV com ampliação de 3.000x (a) e seu respectivo espectro de frequência (b).

A Figura 36a apresenta a imagem gerada pelo MEV do interior da pastilha 1480-100-3 que apresentou uma estrutura diferente das outras pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C. Essa estrutura diferente gerou também um espectro de frequência diferente, o que justifica sua presença em outro grupo que não os grupos 3 e 4.

### 5.3-ALUMINA SINTERIZADA

As pastilhas que foram sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C apresentaram poros bem definidos, assim foi possível determinar a quantidade de poros presentes nessas pastilhas e medir as áreas desses poros.

Por motivos didáticos, primeiro serão apresentados os resultados obtidos para as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C, depois os resultados obtidos para as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C e após será feita uma comparação e uma abordagem geral das pastilhas classificadas como Alumina Sinterizada.

#### 5.3.1-Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C

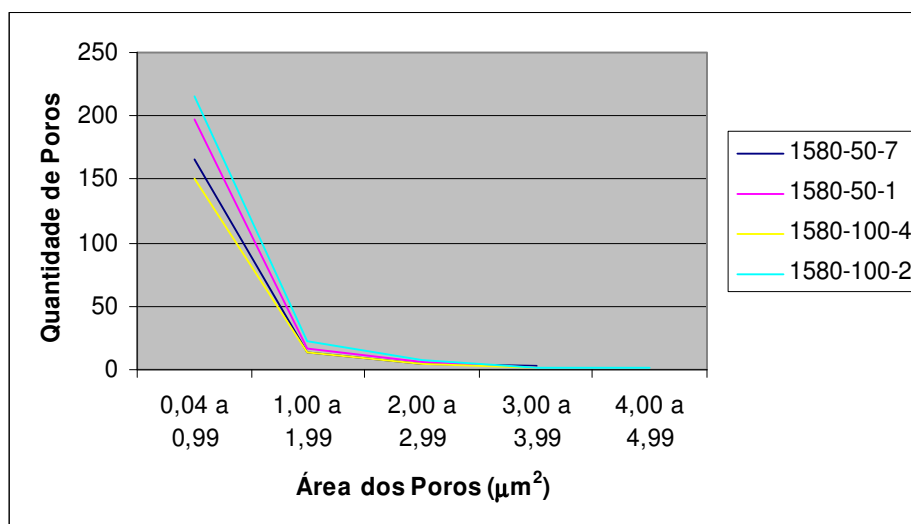
Os resultados obtidos com relação a determinação da quantidade de poros e a medida das áreas dos poros presentes nas pastilhas que foram sinterizadas a temperatura de 1580°C são apresentados na Tabela 8.

**Tabela 8: Quantidade de poros dentro de faixas de área definidas.**

Pastilha	1580-50-7	1580-50-1	1580-100-4	1580-100-2
Áreas ( $\mu\text{m}^2$ )				
0,04 a 0,99	166	198	150	215
1,00 a 1,99	13	16	13	23
2,00 a 2,99	4	6	5	8
3,00 a 3,99	3	1	1	2
4,00 a 4,99	0	0	0	1
5,00 a 5,99	0	0	0	0
6,00 a 6,99	0	0	0	0
7,00 a 7,99	0	0	0	0
8,00 a 8,99	0	0	0	0

Com relação as informações apresentadas na Tabela 8, é possível notar que a maior quantidade de poros assim como o poro de maior área são encontrados na pastilha 1580-100-2, enquanto o esperado seria encontrar esse tipo de informação nas pastilhas fabricadas a 50Kgf/cm<sup>2</sup> e não a 100Kgf/cm<sup>2</sup>, pois quanto maior é a pressão de compactação nas pastilhas maior é o contato entre os grãos. Também pode ser observado com relação a essa tabela que as distribuições de quantidade e tamanho das áreas dos poros são semelhantes para as pastilhas 1580-50-7 e 1580-100-4, diferentes das pastilhas 1580-50-1 e 1580-100-2 que são semelhantes entre si.

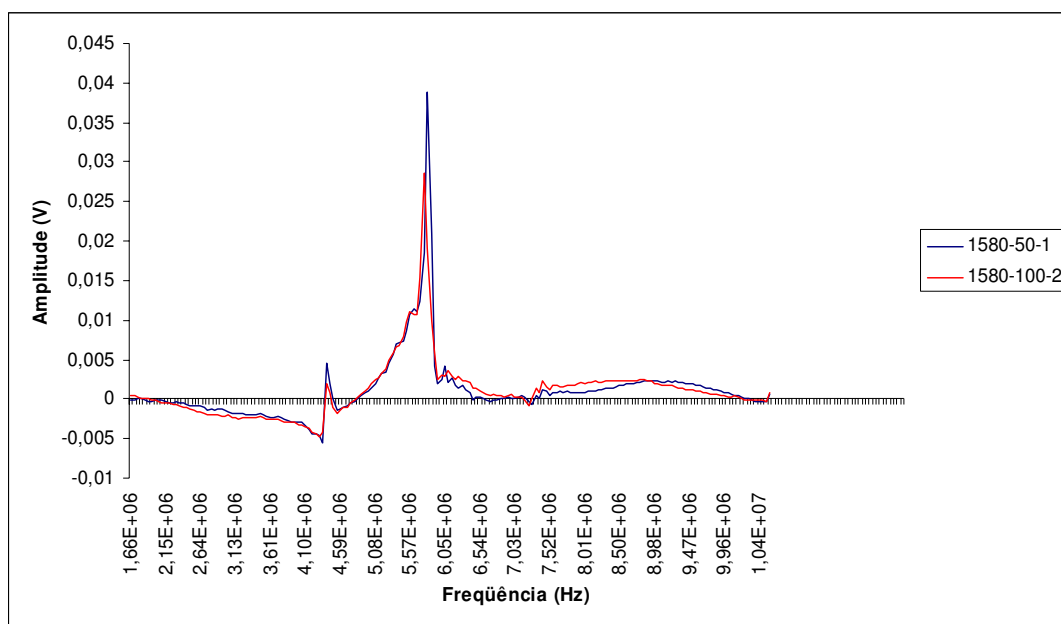
Para melhor análise desses resultados, foi gerado um gráfico, utilizando as informações da Tabela 8, da distribuição das áreas dos poros versus a quantidade de poros encontrados nas pastilhas, e apresentado na Figura 37.



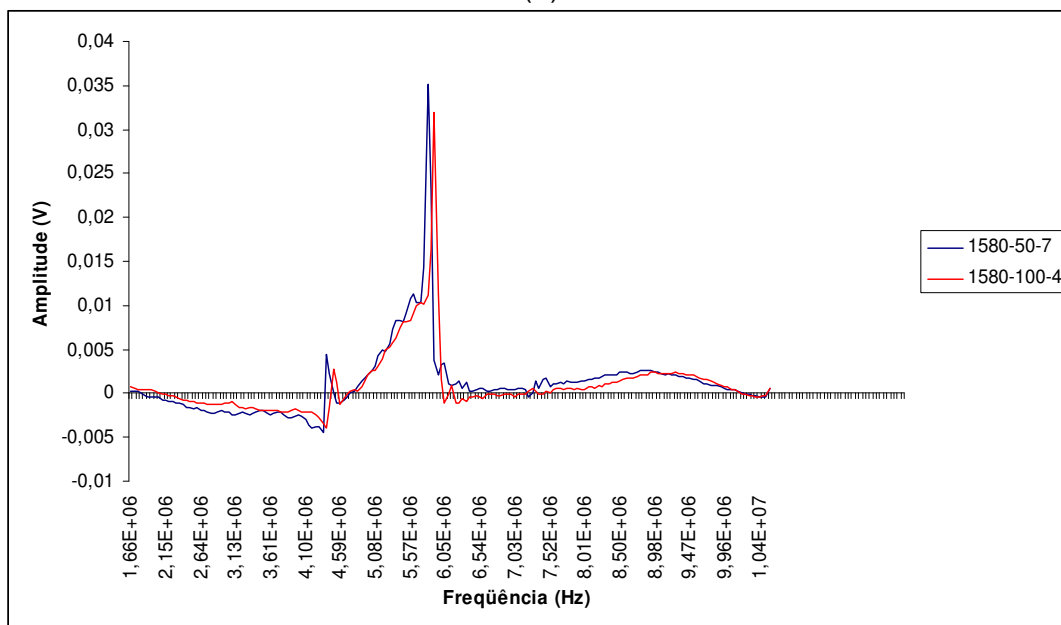
**Figura 37: Distribuição das áreas dos poros no interior das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C.**

A Figura 37 mostra um gráfico com as distribuições das áreas dos poros em relação a quantidade de poros nas pastilhas. Nesse gráfico foi possível notar que a distribuição da pastilha 1580-100-2 é semelhante a da pastilha 1580-50-1 enquanto a distribuição da pastilha 1580-50-7 é semelhante a da pastilha 1580-100-4. De acordo com esse fato, os espectros das pastilhas com distribuições semelhantes foram sobrepostos para a melhor análise das alterações nas frequências com relação as distribuições de poros, mostrados nas Figuras 38a e 38b.





(a)



(b)

**Figura 38:** A Figura 38a apresenta a superposição dos espectros de frequência das pastilhas 1580-50-1 e 1580-100-2 enquanto a Figura 38b apresenta a superposição dos espectros das pastilhas 1580-50-7 e 1580-100-4.

Na Figura 38a pode ser observado que os espectros são semelhantes, com diferença apenas no pico de amplitude máxima do sinal de 1580-100-2, que foi bem menor do que o de 1580-50-1, isso pode ser explicado devido a essa pastilha possuir maior quantidade de poros e ao fato dela possuir o poro



de maior área, pois quanto maior é a área do poro e a quantidade de poros, maior também é a atenuação do pulso ultra-sônico.

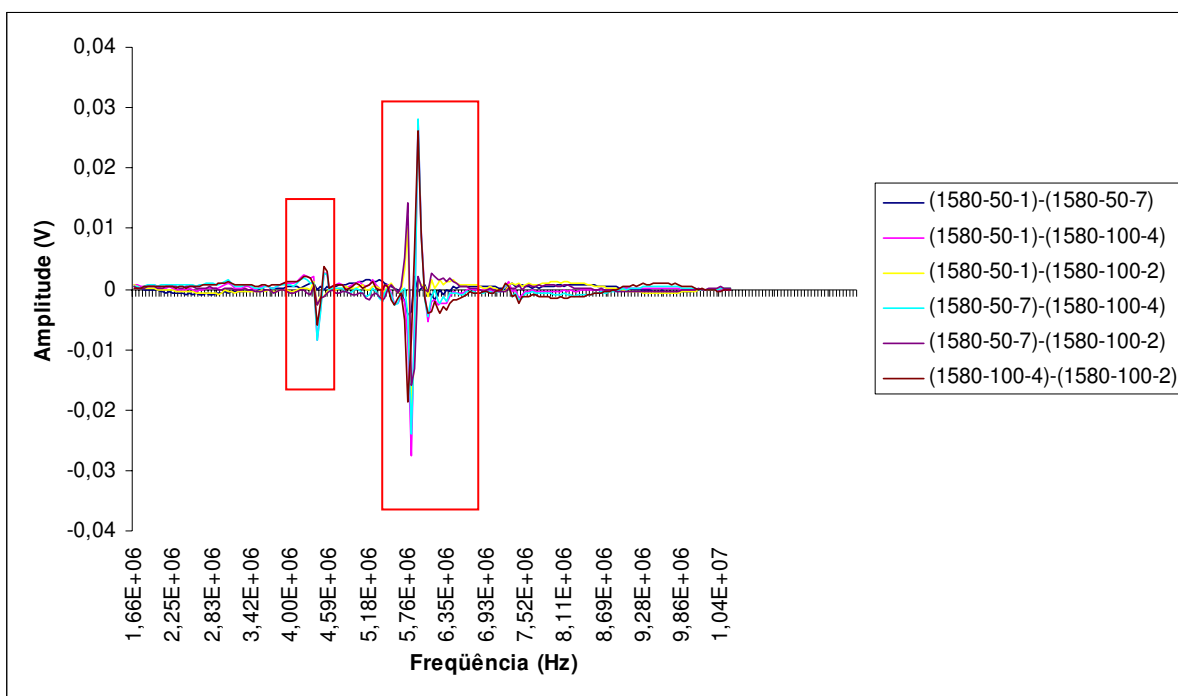
Na Figura 38b podemos notar que o sinal da pastilha 1580-50-7 tem forma semelhante ao sinal da pastilha 1580-100-4, mas na superposição desses sinais parece que o espectro de uma pastilha sofreu um pequeno deslocamento em relação ao espectro da outra.

Para melhor análise das faixas de alteração das freqüências com relação às distribuições de poros, foram feitas as subtrações de todos os espectros de freqüência das pastilhas analisadas de dois em dois espectros, como é mostrado na Tabela 9.

**Tabela 9: Subtrações entre os espectros de freqüência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C.**

Subtrações
(1580-50-1)-(1580-50-7)
(1580-50-1)-(1580-100-4)
(1580-50-1)-(1580-100-2)
(1580-50-7)-(1580-100-4)
(1580-50-7)-(1580-100-2)
(1580-100-4)-(1580-100-2)

De posse das diferenças geradas pelo procedimento mostrado na Tabela 9, foi feito um gráfico com todas essas diferenças dos espectros que é apresentado na Figura 39.



**Figura 39: Diferenças dos espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C analisadas pelo MEV sobrepostos, mostrando as principais frequências alteradas, entre os retângulos vermelhos, pelas distribuições de poros no interior dessas pastilhas.**

A Figura 39 mostra todas as diferenças geradas pelo procedimento da Tabela 9 para facilitar a visualização das frequências alteradas devido as configurações de distribuição de poros apresentadas na Tabela 8. Observando essa Figura, é possível notar, com a ajuda dos retângulos vermelhos, que as alterações significativas ocorreram em duas faixas no eixo das frequências, a primeira entre as faixas de frequência 3,96MHz e 4,74MHz e a segunda entre 5,47MHz e 6,84MHz.

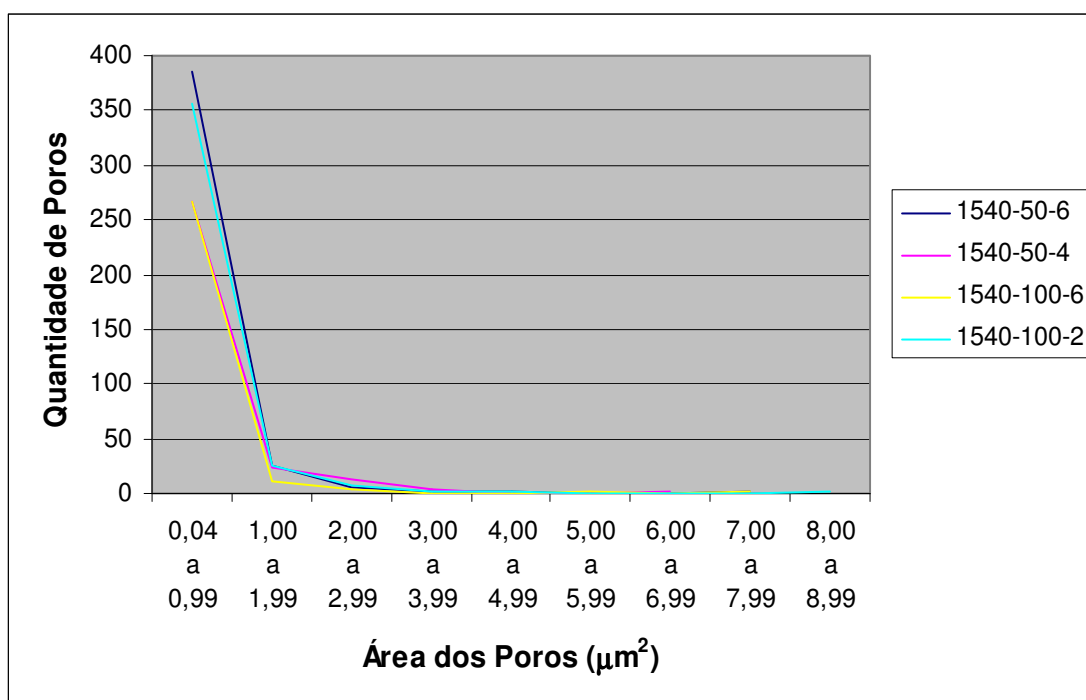
### **5.3.2-Pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C**

Para as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C os resultados obtidos com relação a determinação da quantidade de poros e a medida das áreas dos poros presentes nas pastilhas são apresentados na Tabela 10.

**Tabela 10: Quantidade de poros dentro de faixas de área definidas.**

Pastilha	1540-50-6	1540-50-4	1540-100-6	1540-100-2
Áreas ( $\mu\text{m}^2$ )				
0,04 a 0,99	385	266	267	356
1,00 a 1,99	25	24	11	25
2,00 a 2,99	5	12	4	7
3,00 a 3,99	2	3	0	2
4,00 a 4,99	2	0	0	1
5,00 a 5,99	0	0	1	0
6,00 a 6,99	0	2	0	0
7,00 a 7,99	1	0	1	0
8,00 a 8,99	0	0	0	1

Conforme os resultados mostrados na Tabela 10 pode-se observar que para as pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C a pressão de compactação também não influenciou na área dos poros e em sua distribuição, assim como foi verificado para as pastilhas sinterizadas a 1580°C, pois a pastilha que apresentou o poro de maior área foi a mostra 1540-100-2, que foi fabricada a pressão de 100 Kgf/cm<sup>2</sup> e, como já foi mencionado quando foi feita análise dos resultados das pastilhas sinterizadas a 1580°C, o esperado era que o poro de maior área fosse encontrado nas pastilhas sinterizadas a 50 Kgf/cm<sup>2</sup>. Quanto a distribuição dos poros, é possível notar, observando a Tabela 10, que as pastilhas que apresentaram distribuições semelhantes foram as 1540-50-6 e 1540-100-2, que foram pastilhas sinterizadas a pressões diferentes. De posse dos dados mostrados nessa tabela, foi gerado um gráfico dessas distribuições e mostrado na Figura 40.



**Figura 40: Distribuição das áreas dos poros no interior das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C.**

A Figura 40 mostra um gráfico das distribuições das áreas dos poros em relação a quantidade de poros nas pastilhas. Nesse gráfico é possível notar que a distribuição da pastilha 1540-50-6 é semelhante a da pastilha 1540-100-2 enquanto a da pastilha 1540-50-4 é semelhante a da pastilha 1540-100-6.

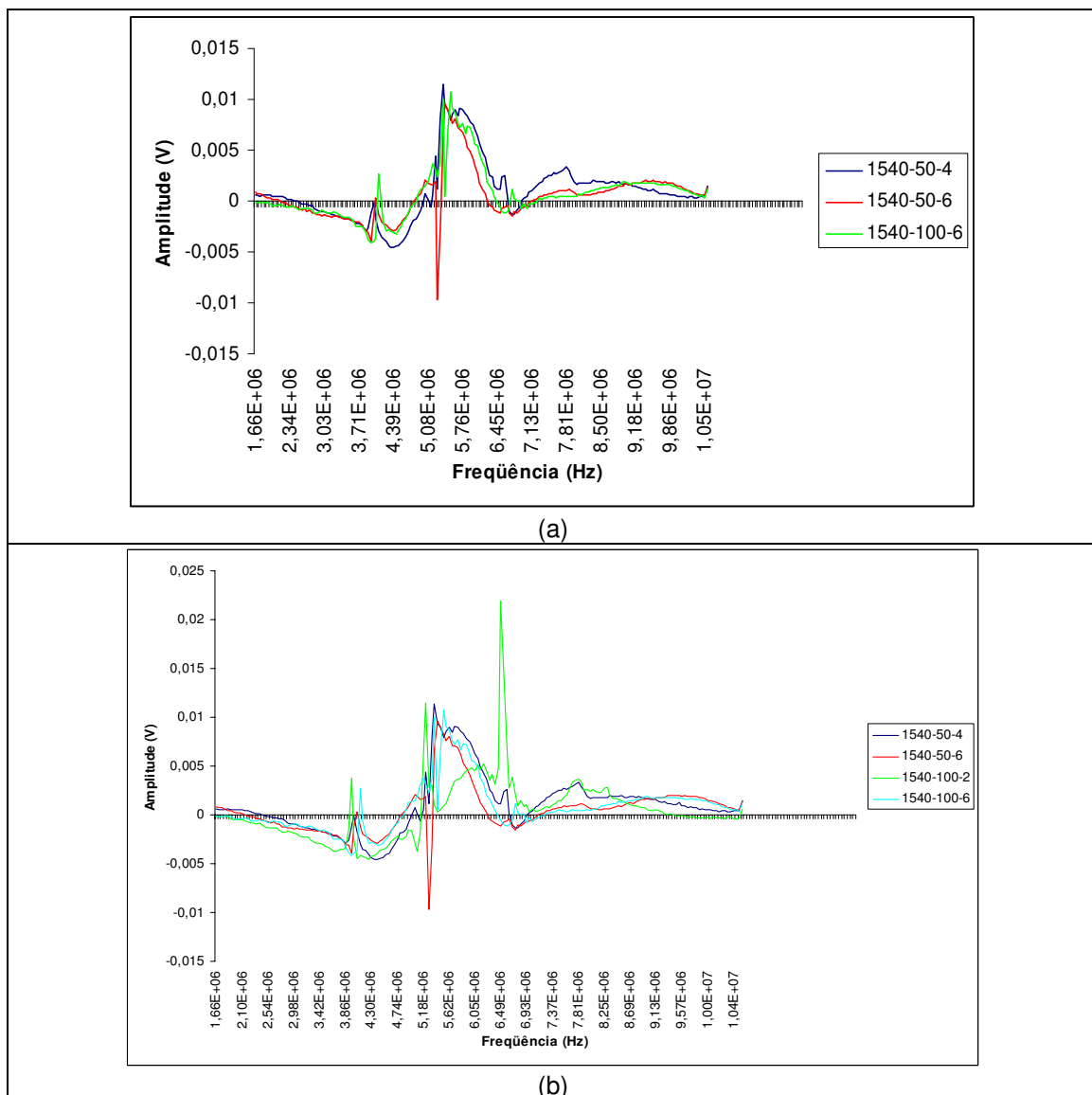
Os espectros de frequência das pastilhas analisada estão agrupadas de acordo com a Tabela 11.

**Tabela 11: Pastilhas sinterizadas a temperatura 1540°C e as pressões de 50Kgf/cm<sup>2</sup> e 100Kgf/cm<sup>2</sup> com seus respectivos grupos e percentuais de porosidade.**

Pastilha	Porosidade (%)	Grupo
1540-50-4	11,10	6
1540-50-6	12,30	6
1540-100-6	10,80	6
1540-100-2	10,90	7

A Tabela 11 apresenta em que grupos as pastilhas analisadas se encontram e suas respectivas porosidades. Com isso pode ser observado que de acordo com a porosidade, medida pelo método de Arquimedes, a pastilha 1540-100-2 (10,90%) deveria se enquadrar no grupo 6, pois pertence a faixa de porosidade que esse grupo abrange (10,80% a 12,30%). Mas como já foi

mencionado nas discussões das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C, o método de Arquimedes não avalia com a precisão do ultra-som a estrutura do material que possui predominantemente poros fechados, cuja água não pode penetrar. Com a microscopia realizada foi possível notar que as diferenças nas distribuições podem ter causado essas diferenças nos espectros de frequência das pastilhas. De acordo com este fato, os espectros das pastilhas analisadas foram sobrepostos, para a melhor análise das alterações nas frequências em relação às distribuições de poros, e mostrados nas Figuras 41a e 41b.



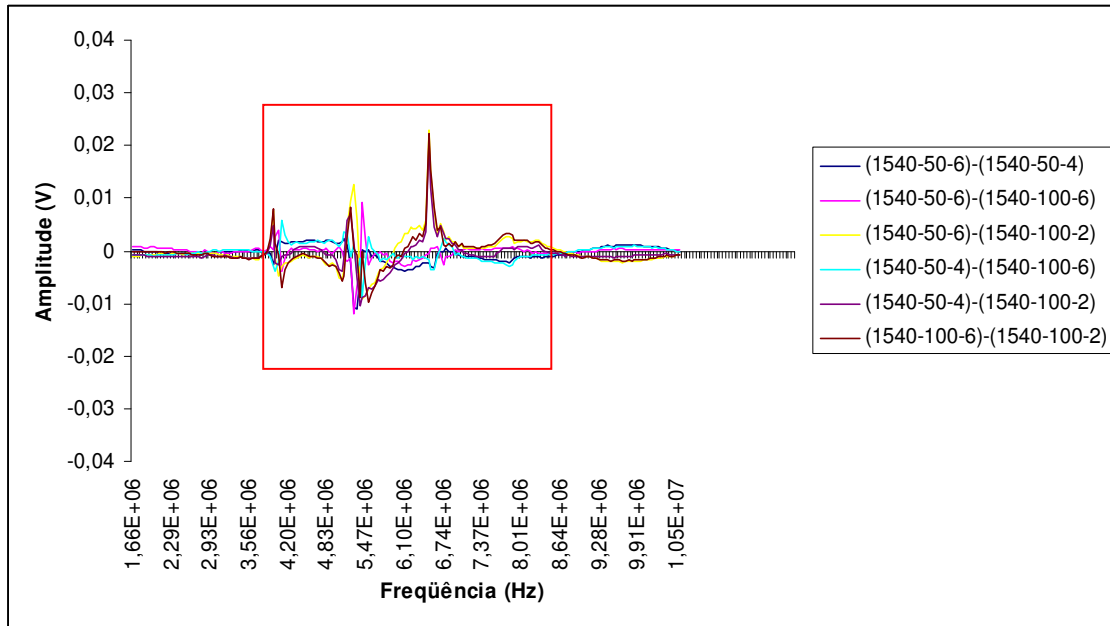
**Figura 41: Espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C. A Figura 41a mostra a superposição dos espectros do grupo 6, enquanto a Figura 41b mostra a superposição dos espectros do grupo 6 juntamente com o espectro de frequência da pastilha 1540-100-2, que pertence ao grupo 7.**

As Figuras 41a e 41b mostram as superposições dos espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C e analisadas no MEV. Na Figura 41a são sobrepostos os espectros das pastilhas pertencentes ao mesmo grupo. Para analisar as diferenças nos espectros de frequência de acordo com as distribuições dos poros, foram sobrepostos os espectros das pastilhas do grupo 6 juntamente com o espectro da pastilha do grupo 7, como foi mostrado na Figura 41b. Observando essa figura, nota-se que as variações da amplitude com relação a frequência no espectro de frequência da pastilha 1540-100-2 se diferem muito das variações dos demais espectros das outras três pastilhas. Por esse motivo, para verificar em que frequências o espectro foi alterado com a distribuição de poros, foi realizado o mesmo procedimento de análise das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C, onde foram realizadas subtrações dos espectros de frequência das pastilhas de dois em dois espectros, como é mostrado na Tabela 12.

**Tabela 12: Subtrações entre os espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C.**

Subtrações
(1540-50-6)-(1540-50-4)
(1540-50-6)-(1540-100-6)
(1540-50-6)-(1540-100-2)
(1540-50-4)-(1540-100-6)
(1540-50-4)-(1540-100-2)
(1540-100-6)-(1540-100-2)

A Tabela 12 mostra que todos os espectros das pastilhas foram subtraídos entre si, de dois em dois, para verificar em que frequências ocorreram alterações nas amplitudes, para assim verificar como a distribuição de poros influenciou o pulso ultra-sônico. Para esse fim, as diferenças desses espectros de frequência foram sobrepostos dando origem ao gráfico que é apresentado na Figura 42.



**Figura 42: Diferenças dos espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C analisadas pelo MEV sobrepostos, mostrando as principais frequências alteradas, entre o retângulo vermelho, pelas distribuições de poros no interior dessas pastilhas.**

A Figura 42 mostra as diferenças, realizadas de acordo com o procedimento exposto na Tabela 12, entre os espectros de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C, sobrepostas para que seja observado em que frequências ocorreram alterações nos espectros de frequência dessas pastilhas devido a diferenças nas distribuições dos poros. Com esse procedimento foi possível verificar que a faixa de frequência alterada pelas distribuições dos poros nos espectros foi entre 3,86MHz a 8,64MHz.

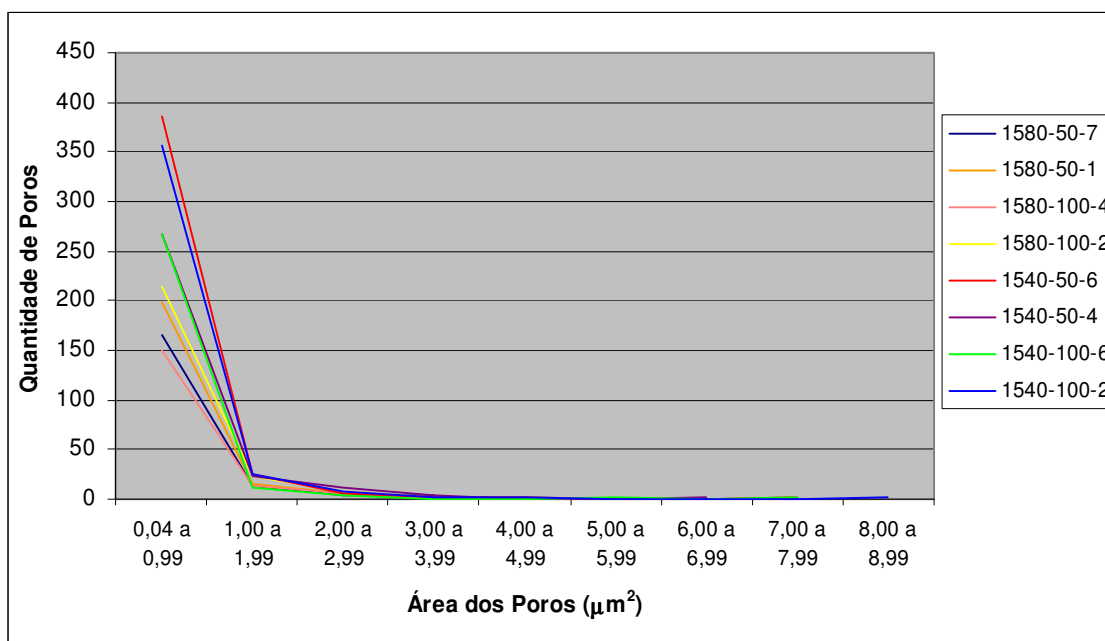
### 5.3.3-Análise Geral das Pastilhas Sinterizadas

Por motivos didáticos são apresentados na Tabela 13 as distribuições das áreas dos poros nas pastilhas sinterizadas, ou seja, nas pastilhas sinterizadas as temperaturas de 1540°C e 1580°C, para melhor compreensão dos resultados gerais.

**Tabela 13: Distribuição total dos poros mensurados nas pastilhas sinterizadas as temperaturas de 1540°C e 1580°C.**

Pastilha \ Áreas ( $\mu\text{m}^2$ )	1580 50 7	1580 50 1	1580 100 4	1580 100 2	1540 50 6	1540 50 4	1540 100 6	1540 100 2
0,04 a 0,99	166	198	150	215	385	266	267	356
1,00 a 1,99	13	16	13	23	25	24	11	25
2,00 a 2,99	4	6	5	8	5	12	4	7
3,00 a 3,99	3	1	1	2	2	3	0	2
4,00 a 4,99	0	0	0	1	2	0	0	1
5,00 a 5,99	0	0	0	0	0	0	1	0
6,00 a 6,99	0	0	0	0	0	2	0	0
7,00 a 7,99	0	0	0	0	1	0	1	0
8,00 a 8,99	0	0	0	0	0	0	0	1

De posse dessas informações, apresentadas na Tabela 13, foi gerado o gráfico da Figura 43.



**Figura 43: Distribuição das áreas dos poros nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C.**



A Figura 43 mostra a distribuição das áreas dos poros versus a quantidade de poros encontrados nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C. Observando essa figura nota-se que a maior quantidade de poros foi encontrada nas pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C. Essas pastilhas também possuem os poros com áreas maiores que os das pastilhas sinterizadas a 1580°C, o que já era esperado tendo em vista a explicação da seção 2.3 sobre sinterização, onde é mencionado que quanto maior for a temperatura de sinterização maior é a formação de um contato mais íntimo entre os grãos pela eliminação do número de interfaces e diminuição do tamanho e número de poros na pastilha [15]. O poro de maior área foi encontrado na pastilha 1540-100-2, o que expõem um fato curioso, pois o esperado seria que o maior poro fosse encontrado na pastilha sinterizada a pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup> e não na pastilha sinterizada a 100Kgf/cm<sup>2</sup>, pois quanto maior é a pressão de compactação exercida em um material, maior é o contato entre os grãos desse material. O mesmo ocorreu para a temperatura de 1580°C, cujo maior poro desse grupo foi encontrado na pastilha 1580-100-2 que foi sinterizada a pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>. Isso indica que para essas duas temperaturas de sinterização as pressões exercidas não influenciaram nem nas áreas dos poros, na grandeza de μm<sup>2</sup>, e nem na sua distribuição. Estes fatos podem ser notados observando o gráfico da Figura 18 juntamente com a tabela 13, que mostra que a pastilha 1540-100-2 possui o poro de maior área e que as pastilhas 1580-50-7 e 1580-100-4 possuem distribuições parecidas.

Observando a Tabela 13 é possível comparar as distribuições de áreas de poros nas pastilhas sinterizadas as temperaturas 1540°C e 1580°C. Utilizando esta tabela juntamente com os resultados obtidos nas análises de faixas de frequência alteradas pelas diferenças entre os espectros de frequência das pastilhas, podemos expressar as alterações nas frequências geradas pelas distribuições de poros na Tabela 14.

**Tabela 14: Mostra as faixas de frequência alteradas pela faixa de áreas dos poros juntamente com a sua respectiva faixa de quantidade de poros.**

Área do Poro ( $\mu\text{m}^2$ )	Quantidade de poros	Faixas de Frequência Alterada (MHz)
0,04 a 4,99	169 a 249	3,96 a 4,74 e de 5,47 a 6,84
0,04 a 8,99	284 a 420	3,86 a 8,64

Esta tabela mostra que um aumento na quantidade de poros e na área dos poros alarga a faixa de alteração na frequência. Então, quanto maior for a quantidade de poros dentro de uma pastilha e quanto maior for a área desses poros, maior será a quantidade de frequências alteradas na passagem de um pulso ultra-sônico através dessa pastilha.

## 6-CONCLUSÕES

Esse trabalho teve como objetivo somar contribuições para o desenvolvimento de um método acurado, rápido e não-destrutivo de caracterização de materiais que usa a técnica ultra-sônica com o método inovador de pulso-eco no domínio da freqüência. Esse método tem sido desenvolvido com o intuito de associar as características do material inspecionado ao seu espectro de freqüência. A caracterização foi feita em pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1150, 1400, 1480, 1540 e 1580°C com porosidades, medidas pelo método de Arquimedes, variando de 5,09% a 37,3%. Com a utilização do método de pulso-eco no domínio da freqüência e a análise micro-estrutural das pastilhas, através do microscópio eletrônico de varredura, foi possível notar que:

- O espectro de freqüência apresentado por cada pastilha foi único, se mostrando como um identificador da peça, mas seu formato pode ser comparado a outros espectros, o que possibilitou a organização desses espectros de freqüência em grupos de temperatura de sinterização.
- A mudança do domínio do tempo para o domínio da freqüência, característica desse método utilizado, facilitou a caracterização das pastilhas cerâmicas, podendo ser observado em que freqüências o sinal é alterado pela estrutura do material.
- Para as pastilhas classificadas como alumina verde, foi possível concluir que quanto maior for a quantidade de grãos individualizados, menor é a amplitude do sinal ultra-sônico.
- Analisando o sinal ultra-sônico no domínio da freqüência juntamente com as estruturas internas observadas pelo MEV foi possível notar que estruturas semelhantes geraram espectros de freqüência semelhantes. Esse tipo de análise possibilita a identificação da estrutura de pastilhas porosas pelo espectro de freqüência apresentado, podendo assim informar o grau de sinterização do cerâmico.
- Nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C foi possível analisar as distribuições das áreas dos poros dentro das

pastilhas e pode-se notar que a pressão de sinterização não influenciou significativamente nem nas áreas dos poros e nem na sua distribuição.

- Com relação às alterações no espectro de frequência devido às distribuições de área dos poros nas pastilhas sinterizadas às temperaturas de 1540°C e 1580°C, foi possível notar que quanto maiores forem as quantidades e as áreas dos poros no material maior será a faixa de frequência alterada em seu espectro de frequência.

## 7-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

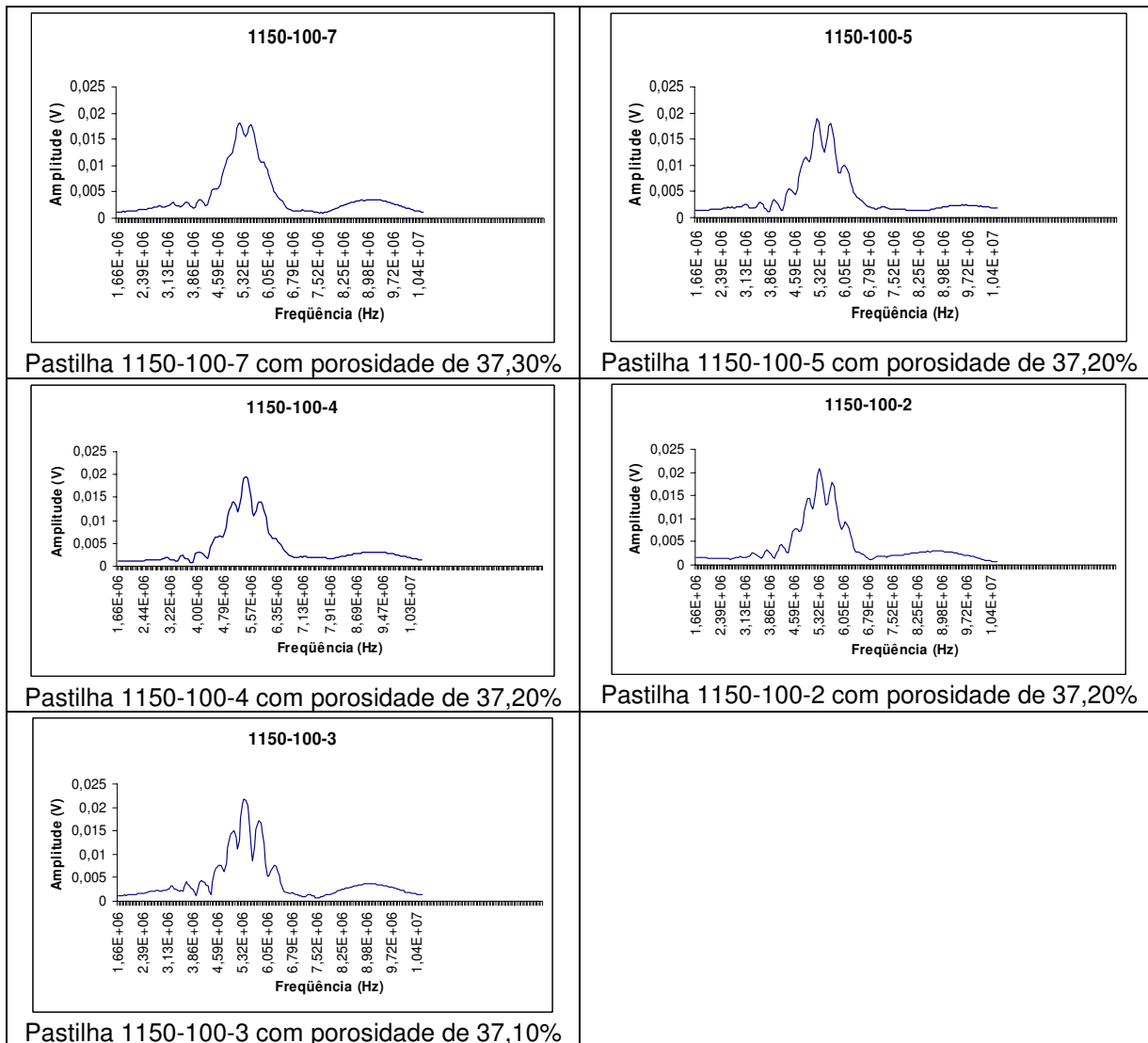
- [1] ROSA, D. S., SALVINI, V. R., PANDOLFELLI, V. C. **Processamento e avaliação das propriedades de tubos cerâmicos porosos para microfiltração de emulsões**. Cerâmica, São Paulo, v. **52**. pp167-171. 2006.
- [2] LAUX, D., CROS, B., DESPAUX, G., BARON, D. **Ultrasonic Study of UO<sub>2</sub>: Effects of Porosity and Grain Size on Ultrasonic Attenuation and Velocities**. Journal of Nuclear Materials, v.**300**. pp 192-197. 2002.
- [3] FAN, Qiulin., TAKATSUBO, Junji., YAMAMOTO Shigeyuki. **Quantitative Characterization of Advanced Porous Ceramics Based on a Probabilistic Theory of Ultrasonic Wave Propagation**. Journal of Applied Physics, v. **86**, nº 7. Outubro de 1999.
- [4] JEONG, Hyunjo., HSU, David K. **Quantitative Estimation of Material Properties of Porous Ceramics by Means of Composite Micromechanics and Ultrasonic Velocity**. NDT&E International, v. **29**, nº 2, pp. 95-101, 1996.
- [5] YOSHIMURA, H. N., MOLISANI, A. L., SIQUEIRA, G. R., DE CAMARGO, A. C., NARITA, N. E., CESAR, P. F., GOLDENSTEIN, H. **Efeito da Porosidade nas Propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza**. Cerâmica. São Paulo, v. **51**, n 319, pp. 239-251. 2005.
- [6] SANTOS, J. G., OLIVEIRA, E. E. M., BITTENCOURT, M.S.Q., LAMY, C. A. **Estudo Preliminar de Caracterização de Alumina Através de Ondas Ultra-sônicas**. 42ºCongresso de Cerâmica, Poços de Caldas, MG, v.2, pp 792-795. 1998.
- [7] SANTOS, J. J. M., CELA, B., FLOREOTO, N. T., PASKOCIMAS, C. A. **A Influência da porosidade nas Propriedades Mecânicas em Barras de Alumina**. 17º CBECImat-Congresso Brasileiro de Engenharia dos Materiais, 15 a 19 de novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- [8] BEIRUTTI, F.A., VIEIRA, R.P., ALVES, A.K., BERGMANN, C.P. **Relação Entre a Velocidade das Ondas Ultra-sônicas e o Grau de Sinterização de corpos cerâmicos à Base de Alumina**. 17º CBECImat - Congresso Brasileiro de Engenharia dos Materiais, 15 a 19 de novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

- [9] NAGARAJAN, A. **Ultrasonic Study of Elasticity-Porosity Relationship in Polycrystalline Alumina**. Journal of Applied Physics, v. **42**, pp. 3693-3696. September 1971.
- [10] ALDER, L., ROSE, H. J. MOBLEY, C. **Ultrasonic Method to Determine Gas Porosity in Aluminum Alloy Casting: Theory and Experiment**. Journal of Applied Physics, v. **59**, pp. 336-347. January 1986.
- [11] PANAKKAL, J. P., GHOSH, J. K., ROY, P. R. **Use of Ultrasonic Velocity for Measurement of Density of Sintered Fuel Pellets**. J. Phys. D: Appl. Phys., v. **17** pp. 1791-1795. 1984.
- [12] FAN, Q., TAKATSUBO, J., YAMAMOTO, S. **Quantitative Characterization of Advanced Porous Ceramics Based on a Probabilistic Theory of Ultrasonic Wave Propagation**. Journal of Applied Physics, v. **86**, pp. 4023-4028. 1999.
- [13] JEONG, H., HSU, D. K. **Quantitative Estimation of Material Properties of Porous Ceramics by Means of Composite Micromechanics and Ultrasonic Velocity**. NDT&E International, v. **29**, nº 2, pp. 95-101. 1996.
- [14] SMITH, William F. **Princípio de Ciências e Engenharia de Materiais**. 3ª Edição. Editora Mc Graw-Hill de Portugal. Lisboa, 1998.
- [15] VAN VLACK, Lawrence H. **Propriedades dos Materiais Cerâmicos**. Ed. Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 1973.
- [16] KINGERY, W.D., BOWMEN, H.K., UHLMANN, D.R. **Introduction to Ceramics**. 2ª Edition. John Wiley & Sons. Cambridge, Massachusetts, 1976.
- [17] MORAES, Antonio M. C., MOREIRA, Anderson C., APPOLONI, Carlos R. **Determinação da Porosidade da Cortiça Através da Metodologia de Transmissão de Raios Gama e Análise de Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura**. Internacional Nuclear Atlântic Conference – INAC 2007. Santos, SP, Brasil.
- [18] POTTKER, Walmir Eno, APPOLONI, Carlos Roberto. **Medida da Porosidade de Materiais Amorfos por Transmissão de Raios Gama**. [www.fisica.uel.br/gfna/308.pdf](http://www.fisica.uel.br/gfna/308.pdf).
- [19] KRAUTKRÄMER, Josef, KRAUTKRÄMER, Herbert. **Ultrasonic Testing of Materials**. 4th Fully Revised Edition. Springer-Verlag Berlin, 1990.
- [20] HUERTAS, Vicente Almagro. **Los Ultrasonidos: Teoría y aplicaciones**. Editora Paraninfo. Madrid, 1967.

- [21] ALONSO, Marcelo, FINN, Edward J. ***Física um Curso Universitário***. Volume II. Ed. Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 2001.
- [22] NEPOMUCENO, Lauro Xavier. ***Tecnologia ultra-sônica***. Editora Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 1980.
- [23] PERDIJON, J. ***Le Contrôle non Destructif par Ultrasons***. Éditions Hermès. Paris, 1993.
- [24] BRAY D. E.; STANLEY R. K. ***Nondestructive evaluation – A tool in design, manufacturing, and service***. CRC Press, Inc. Florida, 1997.
- [25] GOEBBELS, K. ***Materials Characterization for Process Control and Product Conformity***. CRC Press, Inc. Florida, 1994.
- [26] CAETANO, S. F. ***Determinação das Constantes Acustoelásticas para Aço API 5L-X70 para Gasodutos***. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Campinas, Universidade Estadual de Campinas, 2003.
- [27] OLIVEIRA, E. E. M. ***Estudo de Sinterização e Análise Microestrutural de Alumina-Carbeto de Boro (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C)***. Dissertação (Área de Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 1995.
- [28] CALLISTER, W.D. ***Materials Science and Engineering: An Introduction***. Ed. John Wiley & Sons Inc. 4 ed. New York, 1997.
- [29] EISBERG, Robert, RESNICK, Robert. ***Física Quântica: Átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas***. Editora Campus. 9ª Reimpressão. Rio de Janeiro, 1994.
- [30] VAN VLACK, Lawrence H. ***Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais***. Ed. Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 1973.

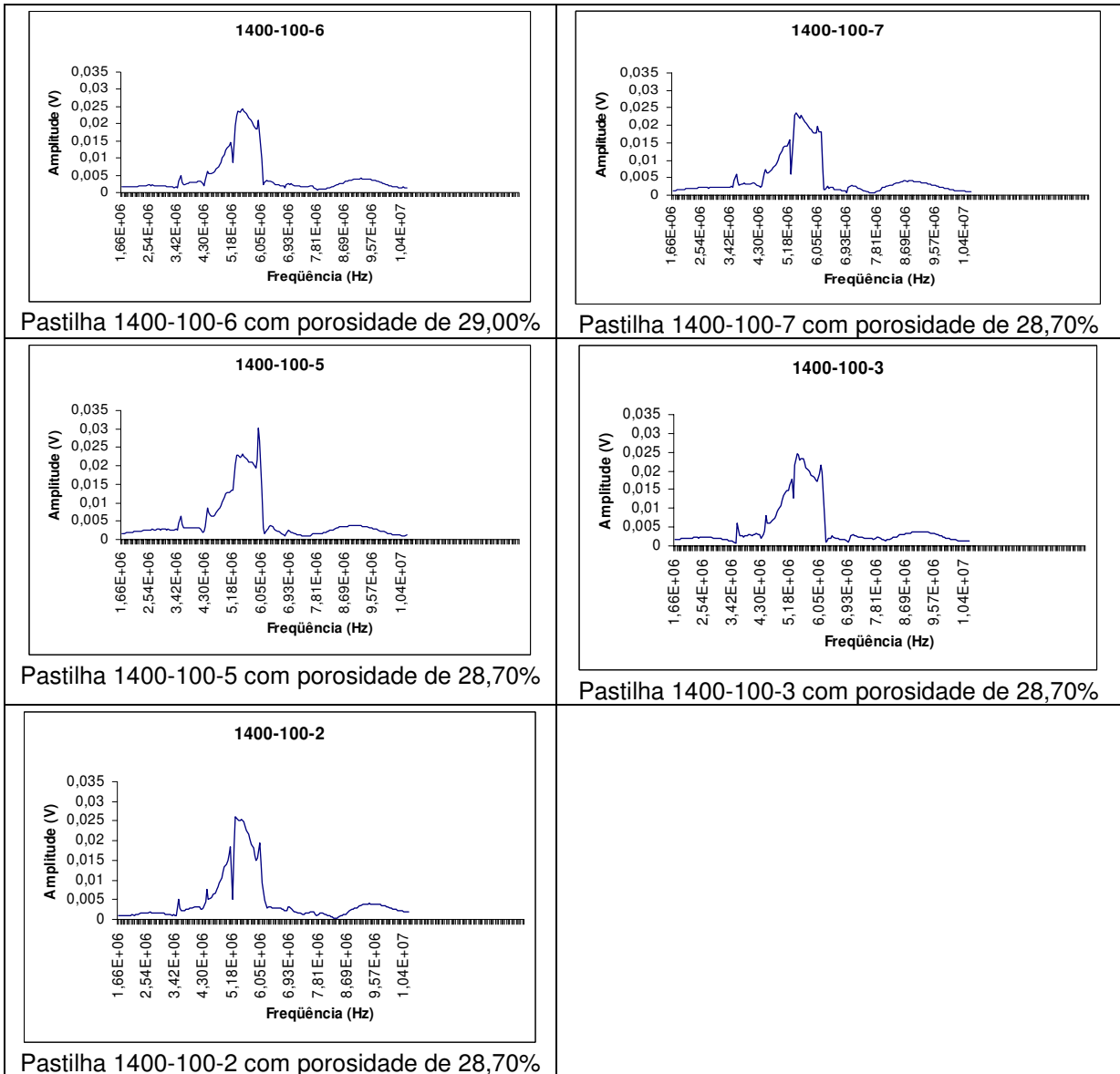
## ANEXO A

Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1150°C e pressão de 100Kg/cm<sup>2</sup>.

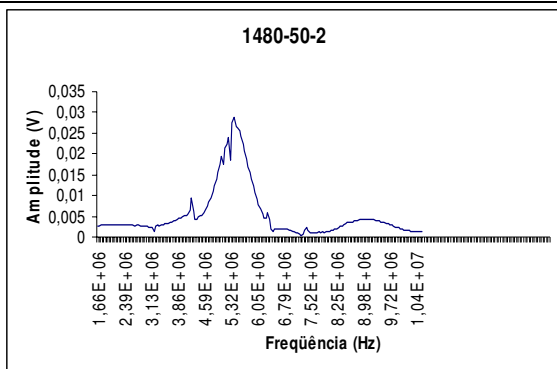




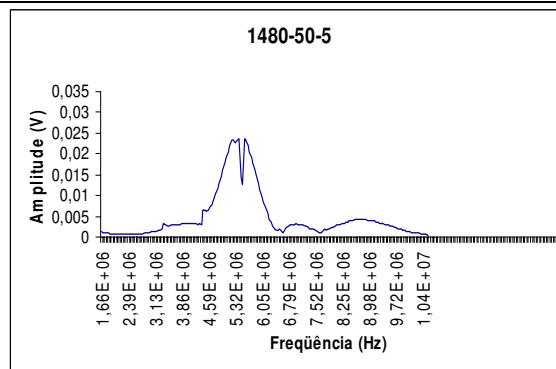
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1400°C e pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>.**



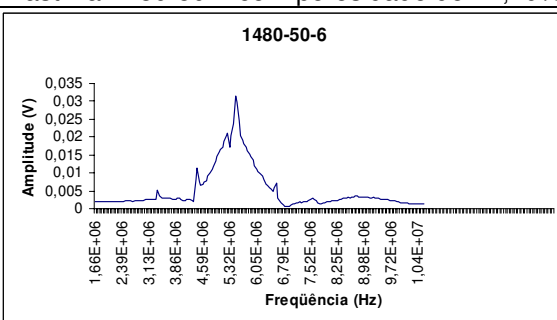
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C e pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup>.**



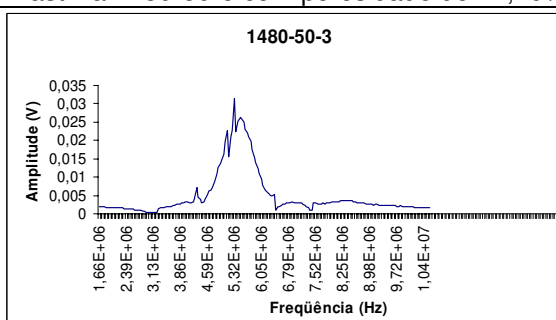
Pastilha 1480-50-2 com porosidade de 21,40%



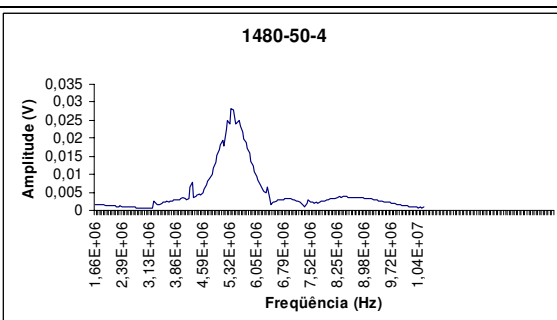
Pastilha 1480-50-5 com porosidade de 21,20%



Pastilha 1480-50-6 com porosidade de 21,20%

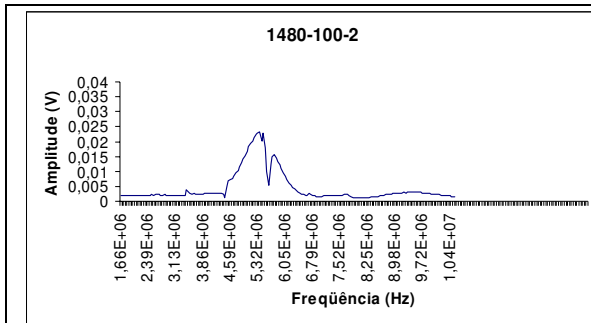


Pastilha 1480-50-3 com porosidade de 20,60%

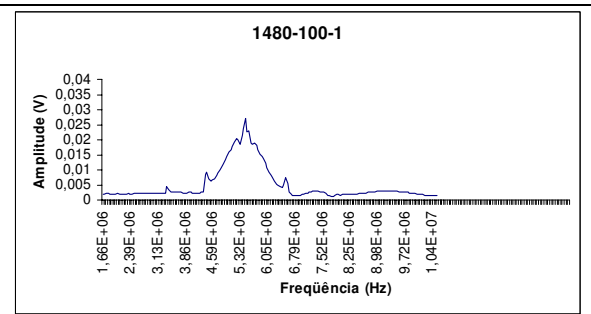


Pastilha 1480-50-4 com porosidade de 20,60%

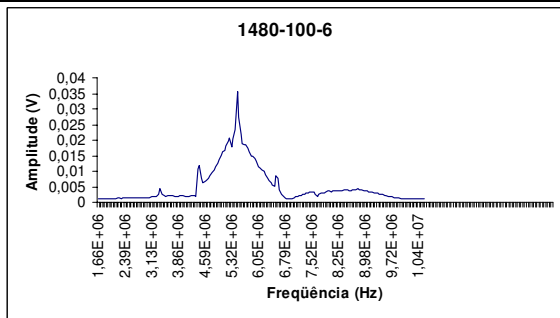
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1480°C e pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>.**



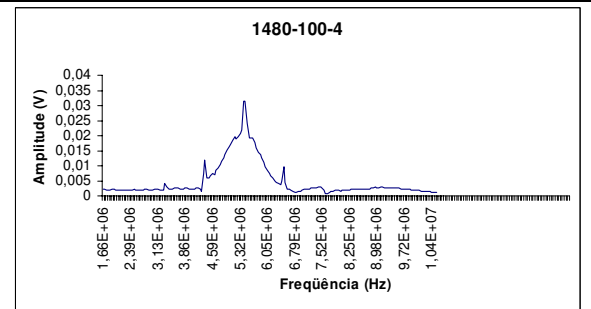
Pastilha 1480-100-2 com porosidade de 19,90%



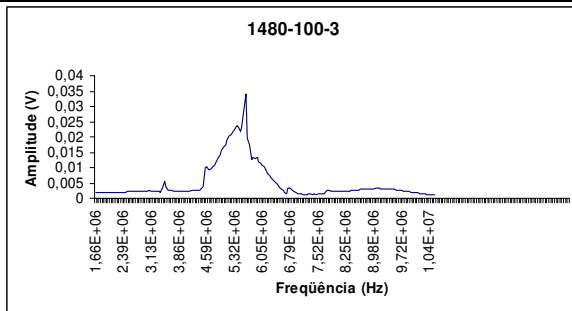
Pastilha 1480-100-1 com porosidade de 19,70%



Pastilha 1480-100-6 com porosidade de 19,60%

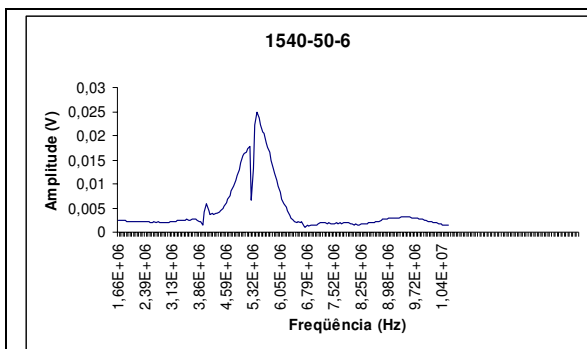


Pastilha 1480-100-4 com porosidade de 19,40%

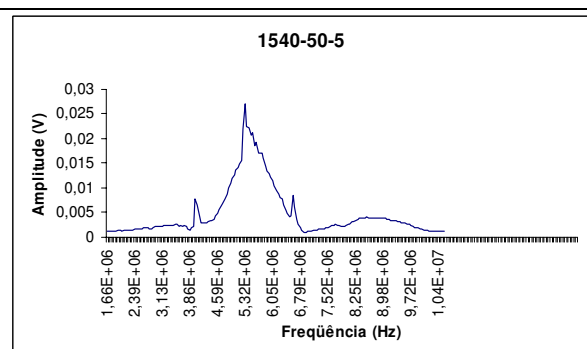


Pastilha 1480-100-3 com porosidade de 19,30%

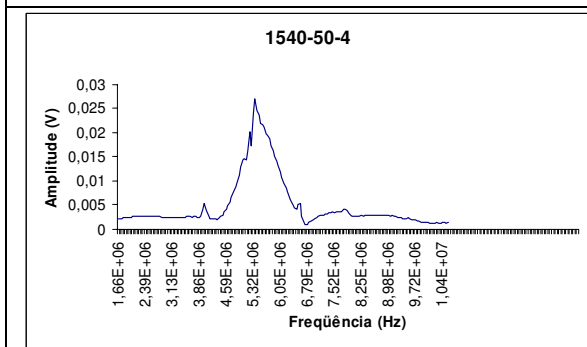
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C e pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup>.**



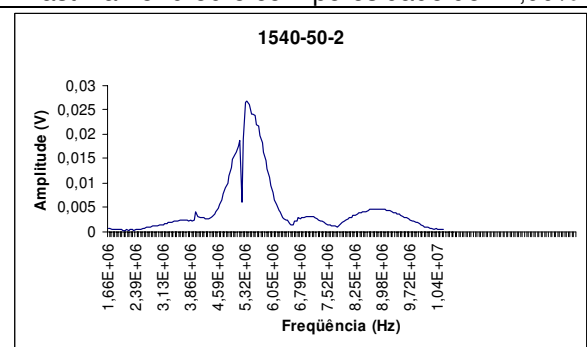
Pastilha 1540-50-6 com porosidade de 12,30%



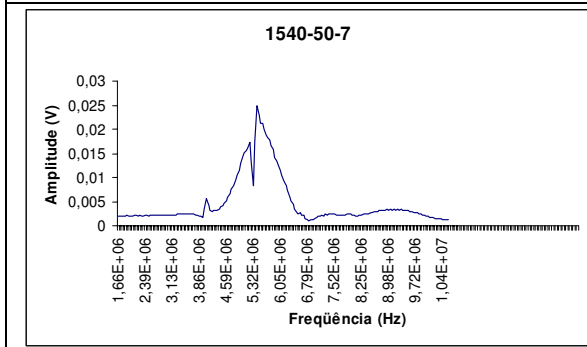
Pastilha 1540-50-5 com porosidade de 11,90%



Pastilha 1540-50-4 com porosidade de 11,10%

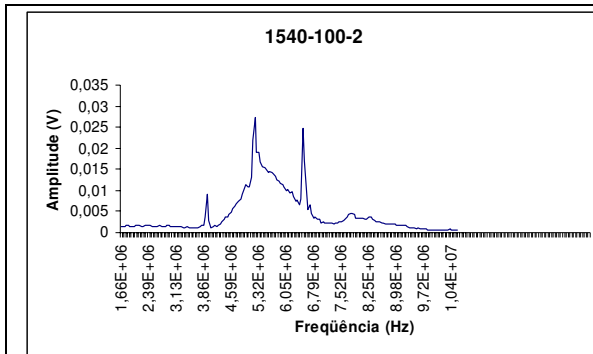


Pastilha 1540-50-2 com porosidade de 11,10%

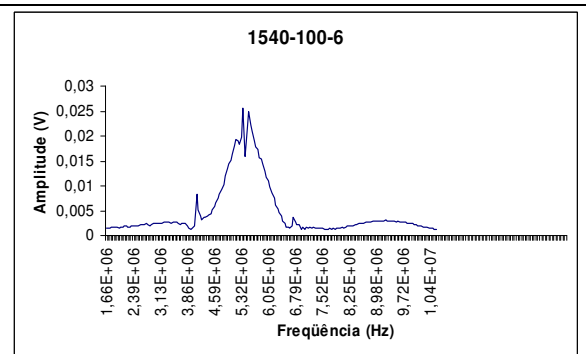


Pastilha 1540-50-7 com porosidade de 10,70%

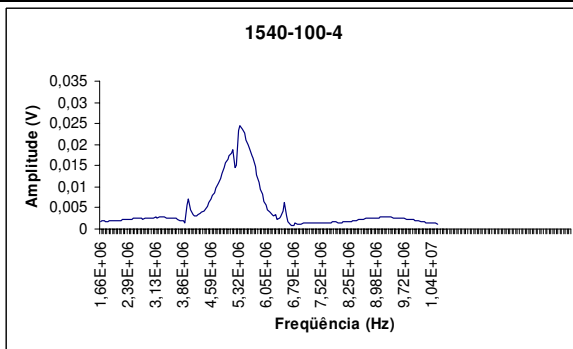
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1540°C e pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>.**



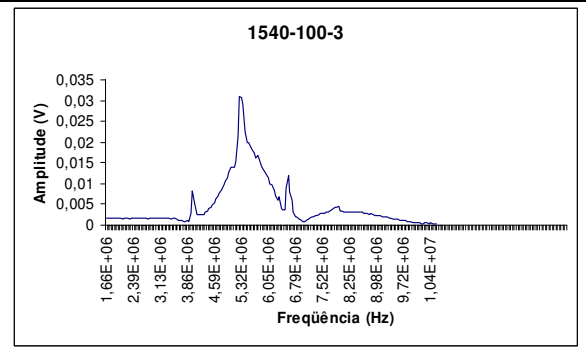
Pastilha 1540-100-2 com porosidade de 10,90%



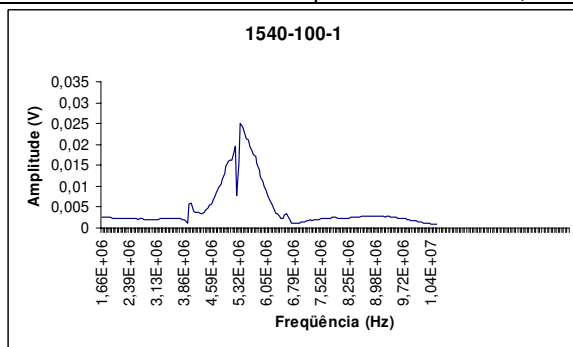
Pastilha 1540-100-6 com porosidade de 10,80%



Pastilha 1540-100-4 com porosidade de 10,60%

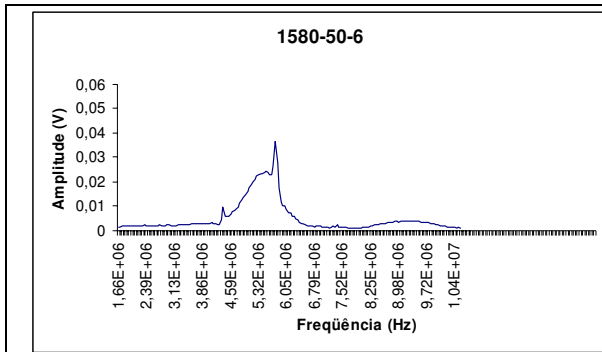


Pastilha 1540-100-3 com porosidade de 10,60%

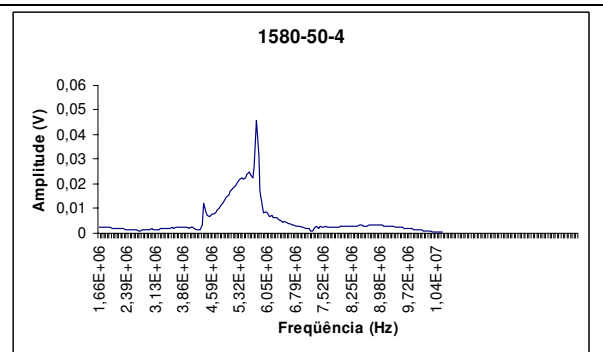


Pastilha 1540-100-1 com porosidade de 10,50%

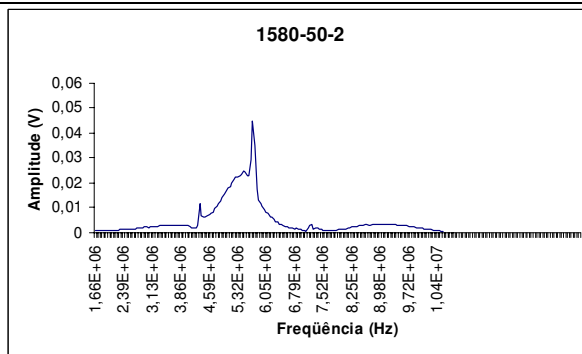
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C e pressão de 50Kgf/cm<sup>2</sup>.**



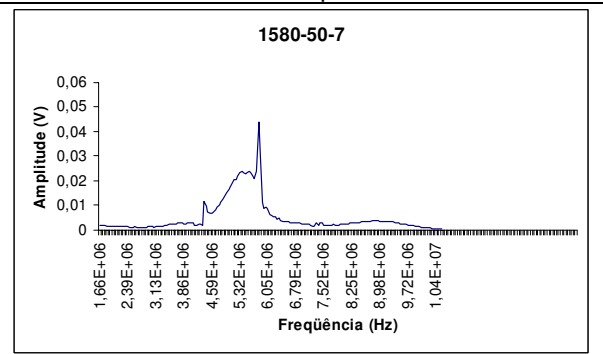
Pastilha 1580-50-6 com porosidade de 6,90%



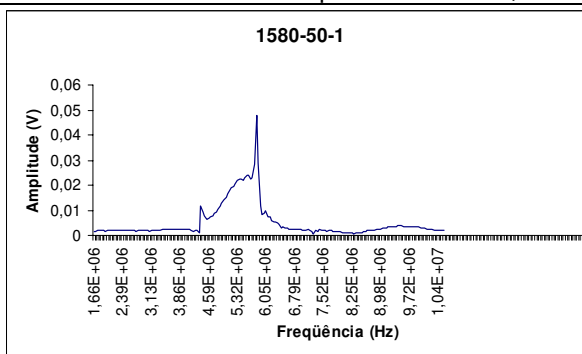
Pastilha 1580-50-4 com porosidade de 6,54%



Pastilha 1580-50-2 com porosidade de 6,50%

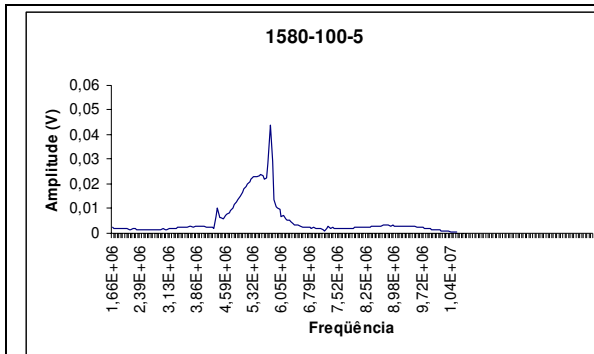


Pastilha 1580-50-7 com porosidade de 5,93%

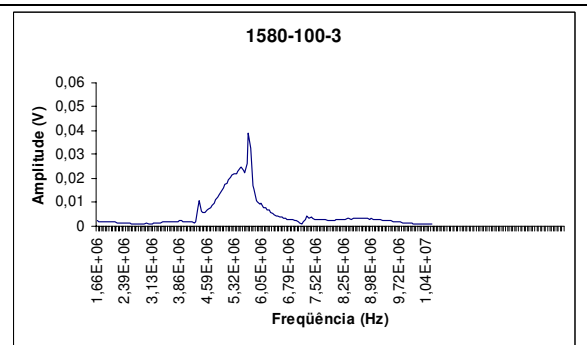


Pastilha 1580-50-1 com porosidade de 5,67%

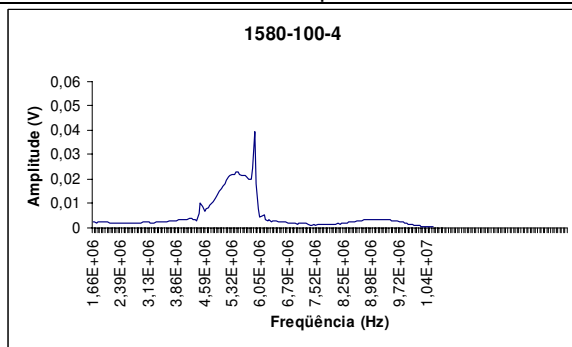
**Espectro de frequência das pastilhas sinterizadas a temperatura de 1580°C e pressão de 100Kgf/cm<sup>2</sup>.**



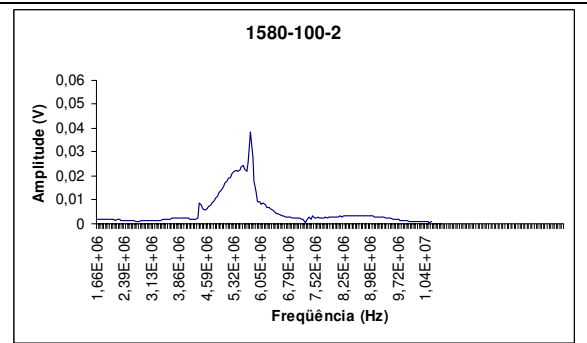
Pastilha 1580-100-5 com porosidade de 5,81%



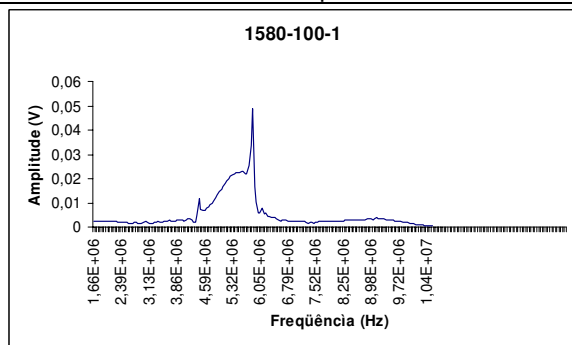
Pastilha 1580-100-3 com porosidade de 5,54%



Pastilha 1580-100-4 com porosidade de 5,43%



Pastilha 1580-100-2 com porosidade de 5,20%



Pastilha 1580-100-1 com porosidade de 5,09%