



## **DESENVOLVIMENTO E ESTUDO ESTRUTURAIS E MICRO-ESTRUTURAIS DE CERÂMICAS $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ PARA FABRICAÇÃO DE SENSOR DE TEMPERATURA ENCAPSULADO EM CERÂMICA PARA INDÚSTRIA PETROLÍFERA.**

**Felipe Mariz Barros, felipe.mariz@hotmail.com<sup>1</sup>**  
**Ricardo Arthur Sanguinetti Ferreira, ras@ufpe.br<sup>2</sup>**  
**Yogendra Prasad Yadava, yadava@ufpe.br<sup>3</sup>**

Engenharia Mecânica Universidade Federal de Pernambuco, Av . Acadêmico Hélio Ramos, 50741-530, Recife-PE, Brasil, Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia e Geociências.

**Resumo:** Óxidos cerâmicos do tipo perovskita ou derivados desta estrutura são bastante usados para aplicações em alta tecnologia, devido à sua enorme variação das propriedades físico-químicas com pequena mudança nas características estruturais. Neste trabalho propõe-se a criação de um sensor de temperatura encapsulado em cerâmica a partir do estudo de um novo material cerâmico, a perovskita cúbica complexa ordenada  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ . Esta cerâmica foi preparada por reação em estado sólido. Quantidades estequiométricas dos produtos químicos constituintes, com alto grau de pureza, foram homogêneos em um moinho de bola utilizando jarra e bolas de alta pureza alumina, compactados por prensagem uniaxial e calcinados a 1200°C por 48 horas. A caracterização estrutural das amostras produzidas foi analisada através de difratometria de raios-X, onde se determinou o parâmetro de rede da estrutura. O comportamento de sinterização da cerâmica  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  está sendo estudado por sinterização do pó compactado em diferentes temperaturas, sendo estudadas a microestrutura, a morfologia e a distribuição de tamanho de partícula da cerâmica sinterizada por microscopia eletrônica de varredura. A propriedade mecânica da cerâmica está sendo estudado por ensaio de microdureza Vickers e os resultados serão apresentados no CONEM 2010. Os resultados serão apresentados e discutidos em termos da potencialidade desta cerâmica para aplicações como componentes de sensores de temperatura.

**Palavras-chave:**  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ ; sensor de temperatura; indústria petrolífera.

### **1. INTRODUÇÃO**

A cerâmica proporciona vários fins na tecnologia avançada devido as suas características (duras, frágeis e também isoladoras térmicas e elétricas), por isso tem aplicação em vastos ramos na área de materiais. Neste trabalho será apresentada a análise da cerâmica perovskita ( $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ ), tendo em mente que as cerâmicas perovskitas complexas são representadas pela forma  $\text{A}_2\text{B}\text{B}'\text{O}_6$  ou  $\text{A}_3\text{B}_2\text{B}'\text{O}_9$ , resultada da alternância dos cátions B e B' nas estruturas octaédricas da célula unitária da perovskita simples ( primitiva), de fórmula  $\text{ABO}_3$ .

### **2. MATERIAIS E MÉTODOS**

A cerâmica  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  foi preparada pelo processo de reação de estado sólido. Inicialmente foram realizados cálculos estequiométricos para se determinar a quantidade dos óxidos constituintes,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  a serem utilizados para a conformação de pastilhas. Para uma quantidade de 100g de  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  foram utilizados 39,166272g de  $\text{CaO}$ , 17,802216g de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 43,028424g de  $\text{ZrO}_2$ .

Os óxidos foram pesados em uma balança analítica, em proporções suficientes para obtenção de pastilhas, e misturados em um moinho de bolas de alta energia para homogeneizar. A mistura homogeneizada foi então depositada em uma matriz cilíndrica de 30mm de diâmetro para posterior compactação. A compactação foi realizada em uma prensa uniaxial (SCHIWING SIWA, modelo ART6500089), sob pressão de 4ton/cm<sup>2</sup> por um período de 5min, obtendo assim uma pastilha.

Após a preparação das amostras, as pastilhas foram então levadas a um forno de altas temperaturas, para que fosse calcinada. Esse processo foi realizado a uma temperatura de 1200°C durante 24h. As pastilhas calcinadas foram

moídas mais uma vez no moinho de bolas de alta energia, então o pó foi submetido a análise de raios-X para que pudesse ser identificadas as fases cerâmicas.

O pó foi novamente compactado através de prensagem uniaxial, mas agora sob uma pressão de 10ton/cm<sup>2</sup> e pelo mesmo tempo de 5min. Essas pastilhas foram levadas novamente para o forno de altas temperaturas por 24h e a uma temperatura de 1300°C para que pudesse ocorrer a sinterização em fase sólida.

Uma das pastilhas sinterizadas foi lixada com lixas de sucessivas malhas, #220, #400, #1000, #1200, #1500 e apenas com o lixamento foi possível adquirir as condições necessárias para serem observadas na microscopia para um melhor acabamento da superfície no intuito de poder observá-la em um microscópio óptico.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A difração de raios-X é o resultado do espalhamento da radiação por um arranjo regular de centros de espalhamento cujo espaçamento é da mesma ordem de grandeza do seu comprimento de onda. Esta grade de difração causa um espalhamento da luz com grande intensidade em algumas poucas direções específicas. A direção precisa do espalhamento observado é uma função do espaçamento exato entre as ranhuras na grade de difração, relativo ao comprimento de onda da radiação incidente. A técnica de difração de raios-X é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos, é obtido precisamente os parâmetros de rede da cela unitária e conseqüentemente, determina a estrutura cristalina, mede o tamanho das partículas, determina a existência de defeitos ou desordem na estrutura, bem como encontra a ordem de pequeno alcance em sólidos não cristalinos. Através da análise de difração de raios – X pode-se identificar pela relação pico X posição angular (figura 1), que o composto apresenta uma característica monofásica de uma estrutura perovskita cúbica complexa.

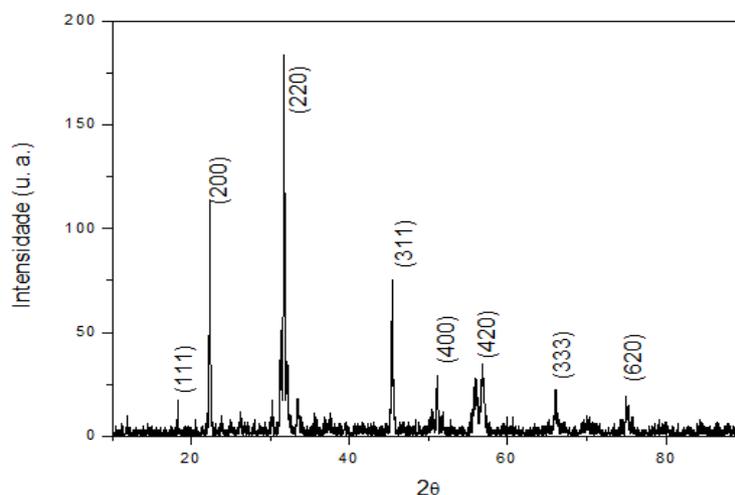


Figura1. Difratograma de raios – X para Ca<sub>2</sub>AlZrO<sub>5,5</sub>

Tabela 1. Dados de DRX de  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ 

2 $\theta$	d(Å)	Intensidade (u.a)	(hkl)
18,32	4,8388	17	111
22,36	3,9728	113	200
31,72	2,8186	184	220
45,42	1,9952	75	311
51,14	1,7847	29	400
56,88	1,6175	35	420
66,08	1,4128	22	333
75	1,2654	19	620

Para o cálculo de  $d(\hat{\text{A}})$  utilizou-se a equação (1)

$$d(\hat{\text{A}}) = 1,5406 / 2 \sin(\theta) \quad (1)$$

Utilizando-se os valores de (hkl) e o  $d(\hat{\text{A}})$  da Tab. (1), pode-se obter através Eq.(2) o parâmetro de rede experimental  $a_{\text{experimental}} = 7,9722 \text{ \AA}$ , enquanto para a obtenção do parâmetro de rede teórico que é  $a_{\text{teórico}} = 7,4444 \text{ \AA}$ , que é calculado usando as Equações (3),(4)e(5), onde  $R_A$ ,  $R_B$ ,  $R_{B'}$  e  $R_O$  são os raios iônicos de cada cátion  $A = \text{Ca}^{+2}$ ,  $B = \text{Al}^{+3}$ ,  $B' = \text{Zr}^{+4}$  e Oxigênio. Tendo então  $a_A$  e  $a_B$  os parâmetros de rede calculados com base nos cátions A e B e  $a_{\text{teórico}} = (a_A + a_B) / 2$  é o parâmetro de rede médio calculado (teórico), então observando os resultados dos parâmetros de rede teórico e experimental observa-se que há uma aproximação considerável entre os mesmos.

$$a = d(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (2)$$

$$a_A = 2(R_A + R_O) / 2^{1/2} \quad (3)$$

$$a_B = R_B + R_{B'} + 2R_O \quad (4)$$

$$a_{\text{teórico}} = (a_A + a_B) / 2 \quad (5)$$

Com o auxílio apenas do lixamento foi possível ter uma visualização da superfície da pastilha (figura 2) no microscópio óptico, assim mostrando um caráter homogêneo considerável da pastilha. Então considerando este fator da homogeneidade é assegurado que o uso do moinho de bolas de alta energia tem grande importância no preparo desta pastilha.



Figura 2, Microscopia óptica da cerâmica  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  (magnificação 200X)

Através de um durômetro as pastilhas foram submetidas ao teste de microdureza Vickers. Para realizar o ensaio a pastilha foi lixada para obter uma superfície suficientemente reflexiva, então foi usado o durômetro aplicando uma carga de 500 gramas por um indentador em forma de pirâmide de diamante durante 10 segundos. Foram feitas duas indentações na superfície lixada e como é observado figura 3 foi obtida uma indentação em forma de trapézio assegurando então a precisão do teste de microdureza. A tabela 2 apresenta os valores do teste de microdureza feita na cerâmica.



Figura 3. Indentação Vicker's (magnificação 200X)

Tabela 2: Dados da Microdureza Vickers

Força=500g	Força=500g
D1=52,42 micrometro	D1=47,48 micrometro
D2=53,41 micrometro	D2=51,22 micrometro
HV=331,14	HV= 380,71

#### 4. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi produzida e caracterizada a cerâmica  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  caracterizando suas propriedades cristalinas através da difratometria de raios-X, onde foi encontrado uma característica monofásica de uma estrutura perovskita cúbica complexa e também observado uma paridade entre os parâmetros de rede teórico e experimental. Microestrutura de cerâmicas  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  sinterizadas realizado por microscopia óptica mostrou uma boa homogeneidade microestrutural de cerâmicas. Com os ensaios de microdureza Vicker's de  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  sinterizadas foi possível determinar um HV razoável em relação a outras cerâmicas de propriedades semelhantes já pesquisadas.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro as pesquisas.

#### 6. REFERÊNCIAS

Lapa ,C.M.produção e desenvolvimento de cerâmicas tungstato perovskitas complexas para componentes cerâmicos de sensores de temperatura de poços de prtróleo,2004.72p Dissertação de Mestrado .UFPE,Departamento de Engenharia Mecânica.

Callister Jr,W D . Materials Science and Engineering an Introduction 5ª edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1999. 871 p.

#### 7.DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

## DEVELOPMENT AND STUDY OF STRUCTURAL AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERISTICS OF $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ , FOR MANUFACTURE OF SENSOR TEMPERATURE CERAMICS ENCAPSULATED FOR THE OIL INDUSTRY.

Felipe Mariz Barros, [felipe.mariz@hotmail.com](mailto:felipe.mariz@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Ricardo Arthur Sanguinetti Ferreira, [ras@ufpe.br](mailto:ras@ufpe.br)<sup>2</sup>  
Yogendra Prasad Yadava, [yadava@ufpe.br](mailto:yadava@ufpe.br)<sup>3</sup>

Engenharia Mecânica Universidade Federal de Pernambuco, Av . Acadêmico Hélio Ramos, 50741-530, Recife-PE, Brasil, Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia e Geociências

**Abstract:** Ceramic oxides of perovskite type of structure or derivatives are widely used for applications in high technology because of its enormous range of physicochemical properties with little change in structural characteristics. This paper proposes the creation of a temperature sensor is encapsulated in ceramics from the study of a new ceramic material, the ordered complex cubic perovskite  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ . This ceramic was prepared by solid state reaction. Stoichiometric amounts of chemical constituents with a high degree of purity, were homogenized in a ball mill jar and balls using high purity alumina, compacted by uniaxial pressing and annealed at 1200 ° C for 48 hours. The structural characterization of the samples produced was analyzed by diffraction of X-rays, which determined the lattice parameter of the structure. The sintering behavior of ceramics  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$  being studied by sintering of compacted powder at different temperatures and studied the microstructure, morphology and distribution of particle size of ceramics sintered by scanning electron microscopy. The mechanical properties of ceramics are being studied by Vickers microhardness test and the results will be presented in CONEM 2010. The results will be presented and discussed in terms of capability of ceramic components for applications such as temperature sensors.

**Keywords:**  $\text{Ca}_2\text{AlZrO}_{5,5}$ , temperature sensor, the oil industry.