UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO (UFPE)

CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS (CTG)

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA (DEMEC)

FELIPE MARIZ BARROS

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPONENTES CERÂMICOS DA CERÂMICA DO TIPO PEROVSKITA $Ca_2AlZrO_{5,5}$ PARA A APLICAÇÃO DE SENSORES DE TEMPERATURA NA INDÚSTRIA PETROLÍFERA

ORIENTADOR: YOGENDRA PRASAD YADAVA

RECIFE 2013

DEMEC
Departamento de Engenharia Mecânica
Centro de Tecnologia e Geociências-EEP

Felipe Mariz Barros

Produção e Caracterização de componentes cerâmicos da cerâmica do tipo perovskita $Ca_2AlZrO_{5,5}$ para a aplicação de sensores de temperatura na indústria petrolífera

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Universidade Federal de Pernambuco como exigência parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovado em 02 / 05 / 2013

BANCA EXAMINADORA

Prof. Yogendra Prasad Yadava, DSc
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira, DSc
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. José Carlos da Silva Oliveira, MSc
Universidade de Pernambuco

Recife, abril de 2013

Catalogação na fonte
Bibliotecária: Rosineide Mesquita Gonçalves Luz / CRB4-1361 (BCTG)

B277p Barros, Felipe Mariz.

Produção e caracterização de componentes cerâmicos da cerâmica do tipo Perovskita $Ca_2AlZrO_{5,5}$ para a aplicação de sensores de temperatura na indústria petrolífera / Felipe Mariz Barros – Recife: O Autor, 2013.

x, 29f. il., figs., gráfs., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Yogendra Prasad Yadava.

TCC (Graduação) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Curso de Engenharia Mecânica, 2013.
Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. $Ca_2AlZrO_{5,5}$. *3.* Sensor de Temperatura. 4. Industria petrolífera. I. Yadava, Yogendra Prasad (Orientador). II. Título.

621 CDD (22.ed) UFPE/BCTG-2013 / 103

FELIPE MARIZ BARROS

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPONENTES CERÂMICOS DA CERÂMICA DO TIPO PEROVSKITA $Ca_2AlZrO_{5,5}$ PARA A APLICAÇÃO DE SENSORES DE TEMPERATURA NA INDÚSTRIA PETROLÍFERA

Trabalho de conclusão do curso, apresentado, para obtenção do grau de engenheiro mecânico do curso de engenharia mecânica da Universidade Federal de Pernambuco - UFPE.

Orientador: prof. Dr. Yogendra Prasad Yadava.

RECIFE 2013

Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível.

Charles Chaplin

DEDICATÓRIA

Primeiramente, a Deus que sempre esteve presente em minha vida, me dando forças para seguir em frente, diante de todas as dificuldades encontradas no decorrer deste curso de graduação.

A memória dos meus avós, a minha mãe Clara Fabiola Freire Mariz, ao meu pai João Barros Neto, a minha irmã Camilla Mariz Alves, a minha tia Cláudia Germana Freire Mariz, a minha namorada Maysa Fernandes Sant'Anna e aos meus amigos por estarem sempre ao meu lado, independente das circunstâncias, por sempre me apoiarem e me aconselharem nos momentos mais ímprobos.

AGRADECIMENTOS

A UFPE, que me acolheu durante esses anos.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica, que é responsável pelo conhecimento que adquiri, durante o curso.

Ao meu Orientador, Pr. Dr. Yogendra Prasad Yadava, por sempre está disposto a me ajudar e me ensinar nas necessidades inerentes a um discente.

RESUMO

Os óxidos cerâmicos do tipo perovskita têm uma grande aplicação tecnológica, devido à enorme variação de suas propriedades com uma pequena mudança nas características estruturais. Neste trabalho a cerâmica perovskita cúbica complexa $Ca_2AlZrO_{5,5}$ é utilizada para o encapsulamento de sensores de temperatura. Através de reação por estado sólido as quantidades estequiométricas dos reagentes químicos constituintes sofreram a reação, estes com alto grau de pureza, foram moídos em um moinho de bolas, compactados por prensagem uniaxial e calcinados a 1200°C por 24 horas. Então a pastilha triturada com o auxílio de um conjunto pistilo e almofariz de Ágata para a obtenção do pó cerâmico para a realização da análise da difratometria de raios-x. O comportamento da sinterização do pó cerâmico, $Ca_2AlZrO_{5,5}$, está sendo estudado a microestrutura e a agregação estrutural através da Microscopia Eletrônica de Varredura. Os resultados serão apresentados em termos da potencialidade desta cerâmica para aplicações como componentes de sensores de temperatura.

Palavras-chave: $Ca_2AlZrO_{5,5}$, *sensor de temperatura, indústria petrolífera.*

ABSTRACT

The perovskite-type oxide ceramics have a great technological application, due to the huge variation of their properties with a small change in the structural characteristics. In this work the complex cubic perovskite ceramic $Ca_2AlZrO_{5,5}$ is used for the encapsulation of sensors temperatura. By solid state reaction stoichiometric quantities of chemical reagents constituents suffered the reaction, these high purity, were milled in a mill, compacted by uniaxial pressing and calcined at 1200 °C for 24 hours. Then the sample ground with the aid of a set agate mortar and pestle to obtain the ceramic powder to carry out the analysis of X-ray diffractometry. The sintering behavior of ceramic powder, $Ca_2AlZrO_{5,5}$, is being studied the microstructure and structural aggregation by SEM. The results will be presented in terms of the potential of this ceramic components for applications such as temperature sensors.

Keywords: $Ca_2AlZrO_{5,5}$, *temperature sensor, oil industry.*

SUMÁRIO

	Página
Lista de Ilustrações	ix
Lista de Tabelas	x
1. Introdução	1
1.1 Objetivos	1
1.2 Objetivos Específicos	1
2. Revisão da Literatura	2
2.1 Cerâmica	2
2.1.1 Definição de Cerâmica	2
2.1.2 Classificação das Cerâmicas	2
2.1.2.1 Cerâmicas Vermelhas	2
2.1.2.2 Materiais de Revestimento (placas cerâmicas)	3
2.1.2.3 Cerâmicas Brancas	4
2.1.2.4 Materiais Refratários	5
2.1.2.5 Isolantes Térmicos	6
2.1.2.6 Abrasivos	7
2.1.2.7 Fritas e Cortantes	8
2.1.2.8 Vidros e Cimento	8
2.1.2.9 Cerâmica de Alta Tecnologia	9
2.2 Tratamentos Térmicos	9
2.2.1 Calcinação	9
2.2.2 Sinterização	10
2.3 Estrutura Perovskita	10
3. Metodologia do trabalho	14
3.1 Preparação	14
3.2 DRX	14
3.3 Moinho de Bolas	17
3.3.1 Princípio de funcionamento	18
3.4 Prensagem	18
3.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	19
3.6.1 Microscopia Óptica (MO)	19
3.7 Dureza Vickers	20
4. Resultados e Discussões	22
4.1 DRX	22
4.2 MEV	22
4.3 Microdureza Vickers	23
4.4 Microscopia Óptica	24
5. Conclusão	27
6. Referências Bibliográficas	28

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

	Página
Figura 1- Variedade de telhas	2
Figura 2 - Tijolos de oito furos	2
Figura 3 - Azulejo para melhoramento da estética	3
Figura 4 - Azulejo para melhoramento da estética	3
Figura 5 - Vaso decorativo	4
Figura 6 - Pia para lavagem de roupas	4
Figura 7 - Tijolo refratário	5
Figura 8 - Forno para a produção de massas	5
Figura 9 - Revestimento térmico do tipo A-60	6
Figura 10 - Manta térmica para fornos	6
Figura 11 - Rebolos abrasivos	7
Figura 12 - Vidro fritado	8
Figura 13 - Pigmentos de diversas cores	8
Figura 14 - Recipientes feitos de vidro	8
Figura 15 - Cimento em pó	8
Figura 16 - Aplicações em constituintes de celulares, em pranchas modeladoras, e em pás de elementos rotativos	9
Figura 17 - Estrutura Cristalina da cerâmica tipo Perovskita	10
Figura 18 - Representação da incidência dos raios-x nos planos cristalográficos	11
Figura 19 - Estrutura CTTO	13
Figura 20 - Estrutura cristalina do tipo CCC	16
Figura 21 - Representação da incidência dos raios- x nos planos cristalográficos	17
Figura 22a) - Reflexão dos raios- x para um cristalino sem girar / 22b) - Cone de difração formado pelo cristalino girando	17
Figura 23 - Esquema de DRX pelo método de Debye Scherrer	18
Figura 24 – Difratograma do composto NaCl	18
Figura 25 – Indentador Piramidal	19
Figura 26 – Microdurometro Vickers	19
Figura 27 – Moinho de bolas	20
Figura 28 – Difratograma de raios- x da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$	22
Figura 29 – Micrografias eletrônicas da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ com aumento de 2000x ,enfatizando os empescoçamentos	23
Figura 30 – Superfície da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ antes da imersão no petróleo	25
Figura 31 – Superfície da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,}$ depois da imersão no petróleo de terra	25
Figura 32 – Superfície da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,}$ depois da imersão no petróleo de Mar	25

LISTA DE TABELAS

Página

Tabela 1 – Valores de microdureza Vickers da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ 37

1. INTRODUÇÃO

A importância dos derivados de petróleo na sociedade moderna é uma realidade. Assim a necessidade de desenvolvimento de tecnologias que viabilizem a otimização da exploração de poços petrolíferos é essencial. Existe hoje uma exigência por materiais e sistemas confiáveis para operação em ambientes hostis, como por exemplo, altas temperaturas ou ambientes quimicamente agressivos. Sabe-se que sensores térmicos são necessários no monitoramento dos poços de prospecção de petróleo. Como normalmente, os elementos dos termitores são metais sujeitos à abrasão e corrosão em ambientes hostis, eles necessitam de uma proteção inerte. As cerâmicas possuem determinadas características, as quais as tornam materiais interessantes para diversas finalidades. Devido ao seu caráter iônico e covalente, das ligações presentes, as cerâmicas são caracterizadas por serem duras, frágeis e com uma elevada natureza inerte, por isso elas podem ter aplicações em vastos ramos desta área. Neste trabalho será apresentada a proposta de encapsulamento de sensores para a indústria petrolífera, consequentemente serão apresentados os testes feitos, os quais tem o intuito de analisar o comportamento da cerâmica na imersão petrolífera.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Produzir e caracterizar componentes cerâmicos $Ca_2AlZrO_{5,5}$ para a aplicação em sensores de temperatura.

1.1.2 Objetivos Específicos

Produção de material cerâmico de estrutura perovskita cúbica complexa do tipo A_2MNO_6 , onde A = Ca, M = Al, e N = Zr por reação em estado sólido.

Caracterizar a estrutura e transformação de fase da cerâmica A_2MNO_6 por meio de técnicas de difração de raios-x.

Estudar o comportamento de sinterização, microestrutura e propriedades mecânicas dos produtos cerâmicos A_2MNO_6.

A sinterização dos compostos cerâmicos A_2MNO_6 na faixa de temperatura de 1200 a 1400^oC durante 24h .

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 CERÂMICA

2.1.1 Definição de Cerâmica

Segundo o Callister (2008), cerâmica compreende os materiais inorgânicos, que são formados por elementos metálicos e não-metálicos, na maioria das vezes, elas consistem em óxidos, nitretos e carbetos. São obtidas geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

2.1.2 Classificação das Cerâmicas

O setor cerâmico é amplo e heterogêneo o que induz a dividi-lo em sub-setores ou segmentos em função de diversos fatores como matérias-primas, propriedades e áreas de utilização. Segundo a associação Brasileira de cerâmica, a seguinte classificação, em geral, é adotada.

2.1.2.1 Cerâmicas Vermelhas

Compreende aqueles materiais com coloração avermelhada empregados na construção civil (tijolos, blocos, telhas, elementos vazados, lajes, tubos cerâmicos e argilas expandidas) e também utensílios de uso doméstico e de adorno. Veja exemplos na Figura 1 e Figura 2.

Figura 1 - Variedade de telhas

Figura 2 - Tijolos de oito furos

2.1.2.2 Materiais de Revestimento (Placas Cerâmicas)

São aqueles materiais, na forma de placas, usados na construção civil para revestimento de paredes, pisos, bancadas e piscinas de ambientes internos e externos. Recebem designações tais como: azulejo, pastilha, porcelanato, grês, lajota, piso, etc. Veja exemplos na Figura 3 e Figura 4.

Figura 3 - azulejo para melhoramento da estática

Figura 4 - Piso para melhoramento da estética

2.1.2.3 Cerâmica Branca

Este grupo é bastante diversificado, compreendendo materiais constituídos por um corpo branco e em geral recobertos por uma camada vítrea transparente e incolor e que são assim agrupados pela cor branca da massa, necessária por razões estéticas e/ou técnicas. Com o advento dos vidrados opacificados, muitos dos produtos enquadrados neste grupo passaram a ser fabricados, sem prejuízo das características para uma dada aplicação, com matérias-primas com certo grau de impurezas, responsáveis pela coloração.

Dessa forma é mais adequado subdividir este grupo em:

• Louça sanitária

• louça de mesa

• isoladores elétricos para alta e baixa tensão

• cerâmica artística (decorativa e utilitária).

• cerâmica técnica para fins diversos, tais como: químico, elétrico, térmico e mecânico.

Veja exemplos na Figura 5 e Figura 6.

Figura 5 - Vaso Decorativo

Figura 6 - Pia para lavagem de roupas

2.1.2.4 Materiais Refratários

Este grupo compreende uma diversidade de produtos, que têm como finalidade suportar temperaturas elevadas nas condições específicas de processo e de operação dos equipamentos industriais, que em geral envolvem esforços mecânicos, ataques químicos, variações bruscas de temperatura e outras solicitações. Para suportar estas solicitações em função da natureza das mesmas, foram desenvolvidos inúmeros tipos de produtos, a partir de diferentes matérias-primas ou mistura destas. Dessa forma, podemos classificar os produtos refratários quanto a matéria-prima ou componentes químico principais em: sílica, sílico-aluminoso, aluminoso, mulita, magnesianocromítico, cromítico-magnesiano, carbeto de silício, grafita, carbono, zircônia, zirconita, espinélio e outros. Veja exemplos na Figura 7 e Figura 8.

Figura 7 – Tijolo Refratário

Figura 8 – Forno para a produção de massas

2.1.2.5 Isolantes Térmicos

Os produtos deste segmento podem ser classificados em:

a) refratários isolantes que se enquadram no segmento de refratários,

b) Compreendendo produtos como vermiculita expandida, sílica diatomácea, diatomito, silicato de cálcio, lã de vidro e lã de rocha, que podem ser utilizados, dependendo do tipo de produto até 1100 ºC.

c) fibras ou lãs cerâmicas que apresentam composições tais como sílica, silica-alumina, alumina e zircônia, que dependendo do tipo, podem chegar a temperaturas de utilização de 2000º C ou mais. Veja exemplos nas Figuras 9 e 10.

Figura 9 – Revestimento Térmico do tipo A-60

Figura 10 - Manta Térmica

2.1.2.6 Abrasivos

Parte da indústria de abrasivos, por utilizarem matérias-primas e processos semelhantes aos da cerâmica, constituem-se num segmento cerâmico. Entre os produtos mais conhecidos podemos citar o óxido de alumínio eletrofundido e o carbeto de silício. Veja exemplos na Figura 11.

Figura 11 – Rebolos Abrasivos

2.1.2.7 Fritas e Corantes

Estes dois produtos são importantes matérias-primas para diversos segmentos cerâmicos que requerem determinados acabamentos. Frita (ou vidrado fritado) é um vidro moído, veja Figura 12, fabricado por indústrias especializadas a partir da fusão da mistura de diferentes matérias-primas. É aplicado na superfície do corpo cerâmico que, após a queima, adquire aspecto vítreo. Este acabamento tem por finalidade aprimorar a estética, tornar a peça impermeável, aumentar a resistência mecânica e melhorar ou proporcionar outras características.

Corantes constituem-se de óxidos puros ou pigmentos inorgânicos sintéticos obtidos a partir da mistura de óxidos ou de seus compostos. Os pigmentos são fabricados por empresas especializadas, veja Figura 13, inclusive por muitas das que produzem fritas, cuja obtenção envolve a mistura das matérias-primas, calcinação e moagem. Os corantes são adicionados aos esmaltes (vidrados) ou aos corpos cerâmicos para conferir-lhes colorações das mais diversas tonalidades e efeitos especiais.

Figura 12 – Vidro Fritado

Figura 13 – Pigmentos de diversas cores

2.1.2.8 Vidro e Cimento

São dois importantes segmentos cerâmicos e que, por suas particularidades, são muitas vezes considerados à parte da cerâmica.

Os vidros são silicatos não cristalinos que também contém outros óxidos, os quais influenciam as suas propriedades, veja Figura 14. O cimento são materiais cerâmicos que contém uma característica especial que é a que quando são misturados com a água formam uma pasta que endurece, com isso tendo várias aplicabilidades na engenharia, veja Figura 15.

Figura 14 - Recipientes feitos de vidro

Figura 15 – Cimento em pó

2.1.2.9 Cerâmica de Alta Tecnologia/Cerâmica Avançada

O aprofundamento dos conhecimentos da ciência dos materiais proporcionou ao homem o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas mais diferentes áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a exigir materiais com qualidade excepcionalmente elevada. Tais materiais passaram a ser desenvolvidos a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza e por meio de processos rigorosamente controlados. Estes produtos, que podem apresentar os mais diferentes formatos, são fabricados pelo chamado, segmento cerâmico de alta tecnologia ou cerâmica avançada. Eles são classificados, de acordo com suas funções, em: eletroeletrônicos, magnéticos, ópticos, químicos, térmicos, mecânicos, biológicos e nucleares. Os produtos deste segmento são de uso intenso e a cada dia tende a se ampliar. Como alguns exemplos, podemos citar: naves espaciais, satélites, usinas nucleares, materiais para implantes em seres humanos, aparelhos de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos, acendedor de fogão, etc.

Veja exemplos nas Figuras 16.

Figura 16 – Aplicações em constituintes de celulares, em pranchas modeladoras para cabelos e nas pás de elementos rotativos.

2.2 Tratamentos Térmicos

2.2.1 Calcinação

A calcinação é o processo em que se oxidam as substâncias presentes em uma dada amostra à forma de óxidos usando calor. Na indústria se faz em fornos, como na produção de cimento e na indústria extrativa de metais.

A calcinação é precisamente um processo pirometalúrgico de eliminação de água combinada quimicamente com o minério ao ser calcinado, esta eliminação ocorre a partir de 560ºC, uma vez que quanto maior for sua temperatura, maior será sua pré-redução e maior será a formação de anel de colagem dentro do forno calcinador, Esse sistema é usado em análises químicas de substâncias complexas ou na quantificação de metais, pois a maior parte dos óxidos metálicos se mantém estável nessa temperatura. Na forma de óxidos, a amostra pode ser analisada com o uso de outras técnicas, principalmente volumétricas e instrumentais.

2.2.2 Sinterização

O processo de sinterização consiste na utilização da energia térmica e diversos mecanismos de transporte, os quais convertem as pastilhas cerâmicas em sólidos policristalinos densificados. Através da redução da energia total de superfície, obtém-se a força motriz do processo de sinterização, o que aumenta o contato e o crescimento entre os grãos. Há uma transformação dos grãos menores em grãos maiores e consequentemente, ocorre uma substituição dos poros por matéria sólida.

2.3 Estrututra Perovskita

A maioria dos compostos cerâmicos com estrutura do tipo ABO_3 (Figura 17) é classificada como perovskita. A mesma pode ser considerada do tipo cúbica de face centrada (CFC). Esta estrutura é descrita considerando que os átomos A formam uma cela unitária cúbica simples, já os cátions B (menores) localizam-se no centro desta cela e os íons O no centro das faces do cubo. O cátion A está coordenado a 12 íons de oxigênio e o B para 6. Os íons O são, na grande maioria dos casos, íons oxigênio (O^{-2}), em alguns casos são encontrados com flúor, cloro, carbono, enxofre, hidrogênio ou nitrogênio.

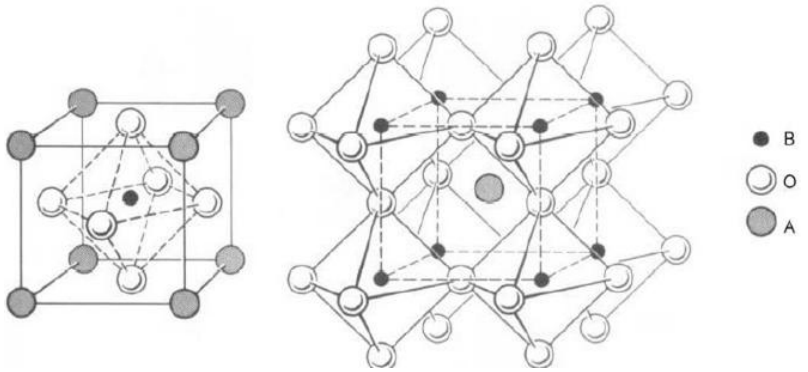

Figura 17 – Estrutura Cristalina da Cerâmica do tipo Perovskita

O fator de tolerância que caracteriza se uma estrutura é Perovskita, é mostrado na equação 1:

$$t = \frac{R_A + R_o}{\sqrt{2}(R_B + R_o)} \qquad \text{eq. 1}$$

Onde:

R_A, R_B e R_o, são os raios iônicos de A, B e O, respectivamente.

Quase todas as perovskitas possuem valor de t num intervalo de 0,75 a 1,0. As estruturas que apresentarem valores diferentes estarão distorcidas. O fator tolerância é

importante, embora não seja condição suficiente para a formação da estrutura. Outro parâmetro que determina a estabilidade da perovskita é o fator octaédrico R_B/Ro, obtido do octaedro BO_6(unidade básica da estrutura). Li (2004) e colaboradores concluíram que o valor limite dessa relação não deve ser inferior a 0,425. De acordo com Lufaso(2001), uma perovskita cúbica ideal pode transformar-se em outras estruturas cristalinas através da inclinação do octaedro BO_6, essas estruturas resultantes possuem relação com a perovskita ideal. Em geral, esses compostos podem possuir 15 espécies diferentes de estruturas.

Logo as perovskitas existem em polimorfismo, com diferentes simetrias cristalinas, caracterizadas pelo simples deslocamento de íons. O mais importante deles é o de cúbico para tetragonal.

No BTO o Ti pode ser facilmente deslocado da posição de corpo centrado, causando uma mudança na simetria do cristal. Na temperatura ambiente o BTO possui estrutura tetragonal, com o centro de Ti^{+4} ocupando uma posição de energia mínima que está deslocada por aproximadamente 0,12 Å do centro em direção a face da célula unitária, resultando numa estrutura com centros não simétricos. Como resultado dessa transformação surge um dipolo elétrico permanente. Um alinhamento cooperativo de dipolos adjacentes então ocorre, conduzindo para uma rede de polarização que se estende para muitas células unitárias. A temperatura de transição de fase cúbica para tetragonal é conhecida como ponto de Curie (PC) e ocorre em 130°C para o BTO, Figura 18. Existe também, a menores temperaturas, a transição para as fases ortorrômbica (0°C) e romboédrica (-90°C). A temperatura de transição de fase varia muito com os tipos de perovskitas. No $PbTiO_3$, que possui o íon Pb^{+2} no lugar do Ba^{+2}, o PC é aproximadamente 485 °C. Para o$SrTiO_3$ o PC ocorre à temperatura de -237 °C.

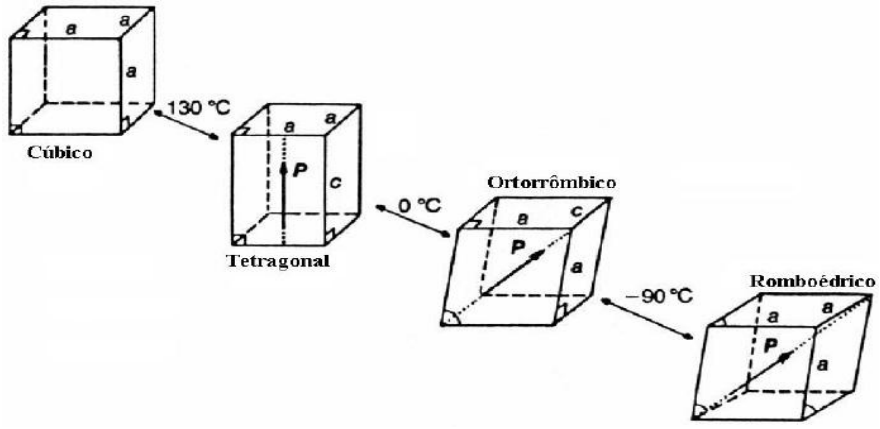

Figura 18 – Representação da transição da fase cúbica para a romboédrico

Quase todas as propriedades (eletrônicas e eletromecânicas) utilizadas para aplicação das perovskitas dependem das propriedades derivadas da polarização elétrica espontânea que existem nas formas não cúbicas. A existência de dipolo elétrico permanente permite um acoplamento entre o campo elétrico aplicado e as propriedades ópticas, mecânicas e dielétricas do cristal.

Durante a transição da fase cúbica para tetragonal, o íon central de titânio (instável) é facilmente deslocado de uma das seis direções (001) por um campo elétrico externo. A mudança nas dimensões do cristal também acompanha a transição. O acoplamento entre dimensões do cristal e campo elétrico aplicado é oriundo do efeito piezoelétrico. Além disso, o BTO está na subclasse das cerâmicas ferroelétricas. Existe ainda uma discordância sobre o significado da influência do tamanho médio do cristalito com a temperatura de transição da fase ferroelétrica para a paraelétrica do BTO. Alguns autores têm demonstrado que essas propriedades não são sensíveis ao tamanho médio do cristalito. Outros têm verificado que diminuindo o tamanho médio do cristalito, a transição da temperatura (ponto de Curie) também diminui. A relação entre o tamanho médio do cristalito e a constante dielétrica do BTO também não está bem estabelecida. Contudo, (Marinkovic, 1999) e colaboradores observaram que a temperatura de transição da fase ferroelétrica para a paraelétrica é sensível com a mudança do tamanho médio do cristalito do BTO e que as quantidades microestruturais têm profundo efeito sobre a energia livre do BTO, que se traduz diretamente nas propriedades dielétricas. Entretanto, algumas das propriedades físicas mudam devido à redução de tamanho do cristalito: abaixamento do ponto de fusão, diminuição da temperatura de sinterização, deslocamento do pico de luminescência em direção a menores comprimentos de onda, melhoramento da condutividade iônica e eletrônica. Atualmente, materiais com tamanho na ordem de nanômetros (nm) têm grande demanda em indústrias para aplicações sem alta tecnologia, como no campo de micro e optoeletrônica, combustível nuclear de alta densidade, magnetos, dispositivos de memória, ferramentas duras, cobertura cerâmica etc. A estrutura do CCTO, pertencente ao grupo espacial do sistema cúbico (Th) (Figura 19), foi determinada por difração de nêutrons no pó. Essa estrutura é mais compelida em comparação a uma perovskita usual e seu octaedro (TiO_6) possui uma leve inclinação para formar um arranjo quadrado planar em torno do íon Cu. O CCTO não possui nenhuma transição de fase em temperaturas até hoje estudadas (de 100 até 600 K) e é normalmente obtido por reação no estado sólido. Recentemente, o mesmo foi obtido por moagem de alta energia e por síntese com precursor polimérico.

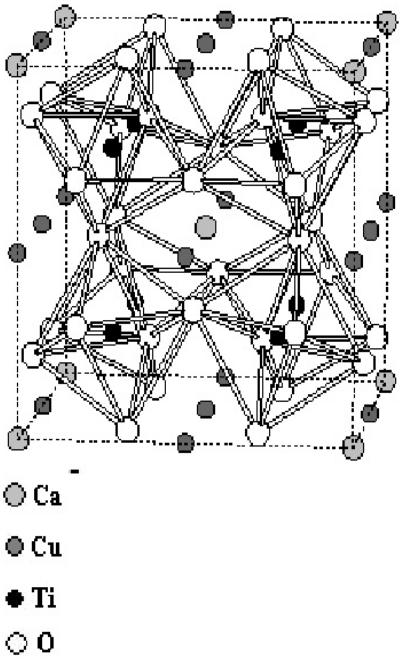

Figura 19 – Estrutura CCTO

O sítio de simetria para o íon Ti^{+4} na estrutura do CCTO é bem menor ao existente no BTO com fase cúbica. Essa diferença estrutural reduz a possibilidade de haver transição de fase ferroelétrica baseada no deslocamento do íon Ti^{+4} do centro de seu octaedro. A falta do elemento de simetria C_4 (operação no eixo de rotação) no grupo espacial Im3 (Th), para o CCTO, elimina a possibilidade de uma transição para a estrutura tetragonal ferroelétrica. O cátion Ti^{+4} pode desloca-se para fora do centro octaedro ao longo do elemento de simetria C_3. Entretanto, isso não pode ser uma transição ferroelétrica pura, pois os deslocamentos na realidade deveriam ocorrer ao longo das quatro diferentes direções. Portanto a estrutura do CCTO é um tipo de perovskita onde a polarização e a K' são melhoradas pela tensão das ligações Ti-O, mas onde a transição para a fase ferroelétrica é impedida por inclinações na estrutura do octaedro TiO6, a qual acomoda um quadrado planar na coordenação do Cu^{+2}. Subramanian (2000) e colaboradores contribuíram para o estudo estrutural do CCTO, especulando que o alto valor de K' é baseado em suas propriedades estruturais atômicas, porém, estes também suspeitaram de fatores oriundos da microestrutura do CCTO. Recentes medidas realizadas por espectroscopia de impedância na cerâmica, demonstraram que o CCTO apresenta um comportamento elétrico heterogêneo, consistindo de grãos semicondutores com contornos isolantes. Desse modo o fenômeno do elevado valor de K' pode ser atribuído à capacitância da camada de barreira do contorno do grão ao invés de propriedades intrínsecas associadas à estrutura do cristal. Contudo a verdadeira origem do elevado valor de K' ainda não é bem esclarecida na literatura.

3. METODOLOGIA DO TRABALHO

3.1 Preparação

A cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ foi preparada pelo processo de reação de estado sólido. Inicialmente foram realizados cálculos estequiométricos para se determinar a quantidade dos óxidos constituíntes, CaO, Al_2O_3 e ZrO_2 a serem utilizados para a conformação de pastilhas. Para uma quantidade de 100g de $Ca_2AlZrO_{5,5}$ foram utilizados 39,166272g de CaO, 17,802216 de Al_2O_3 e 43,028424g de 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/cm² 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 fossem calcinadas. 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/cm² 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 e posteriormente a execução do teste de microdureza Vickers.Esta preparação também deixa a amostra apta para o teste de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3.2 Difratometria de raios – X (DRX)

A difratometria de raios X corresponde a uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos, encontrando aplicações em diversos campos do conhecimento, mais particularmente na engenharia e ciência dos

materiais, engenharias metalúrgicas, química e de minas, além de geociências, dentre outros. Os raios X ao atingirem o material podem ser espalhados elasticamente, sem perda de energia pelos elétrons de um átomo (dispersão ou espalhamento coerente). O fóton de raios X após a colisão com o elétron muda sua trajetória, mantendo, porém a mesma fase e energia do fóton incidente, diz Homes (2001). Sob o ponto de vista da física ondulatória, pode-se dizer que a onda eletromagnética é instantaneamente absorvida pelo elétron e reemitida, cada elétron atua, portanto, como centro de raios X. Se os átomos que geram este espalhamento estiverem arranjados de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, de acordo com a Figura 20, apresentando entre eles a distâncias próximas ao do comprimento de onda da radiação incidente, pode-se verificar que as relações das fases entre os espalhamentos tornam-se periódicas e que os efeitos de difração dos raios X podem ser observados em vários ângulos. Considerando dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difração de raios X vão depender da diferença de caminho percorrida pelos raios X e o comprimento de onda da radiação incidente. Esta condição é expressa pela lei de Bragg, ou seja $n\lambda = 2\,d\,\mathrm{sen}\theta$, onde λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente,"n" a um número inteiro (ordem de difração),"d" à distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina e θ ao ângulo de incidência dos raios X (medido entre o feixe incidente e os planos cristalinos), ver Figura 21. A intensidade difratada, dentre outros fatores, é dependente do número de elétrons no átomo, adicionalmente,os átomos são distribuídos no espaço, de tal forma que os vários planos de uma estrutura cristalina possuem diferentes densidades de átomos ou elétrons, fazendo com que as intensidades difratadas sejam, por consequência, distintas para os diversos planos cristalinos, West (2004).

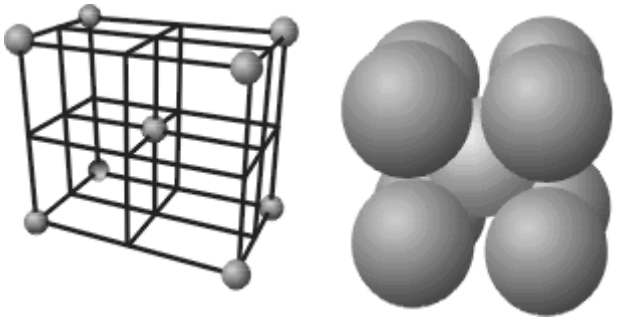

Figura 20 – Estrutura Cristalina do tipo CCC

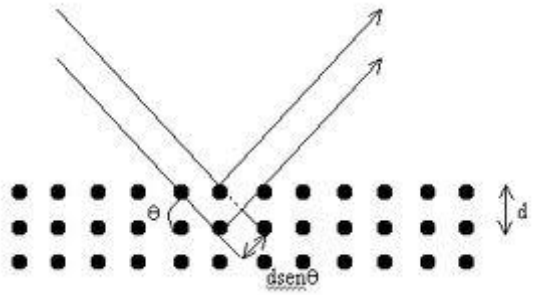

Figura 21 – Representação da incidência dos raios- x nos planos cristalográficos

A técnica mais utilizada no teste de difração de raios X é o método do pó (método de Debye-Scherrer) que consiste em analisar informações estruturais, tais como parâmetro de rede, através de uma amostra pulverizada do material cristalino. Basicamente esse método envolve a difração de um feixe de raios-X monocromático por pequenos cristais ou por um pó fino. Neste método o cristal a ser examinado está na forma de um pó muito fino, o qual é colocado no feixe de raios-X monocromático. Cada partícula é um pequeno cristal, orientado aleatoriamente em relação ao feixe incidente. Por causalidade alguns cristais estarão orientados de tal maneira que seus planos irão reemitir o feixe incidente na forma semelhante a uma reflexão. Como resultado, teremos que, cada conjunto de planos também será capaz de reemitir o feixe. Para que isso ocorra devemos ter a condição de Bragg satisfeita. Consideremos uma reflexão particular *hkl* que dá uma certa reflexão de Bragg. A Figura 22a mostra este plano e o feixe difratado. Imaginando agora que, esse plano gira de tal maneira que o ângulo θ fique constante, o feixe refletido irá caminhar sobre a superfície do cone, vide Figura 22b, cujo eixo coincide com o feixe incidente. A reflexão *hkl* de um pó imóvel tem a forma de uma folha cônica de radiação difratada. Um cone diferente é formado para cada conjunto de planos que pertence a diferentes separações dos planos da rede.

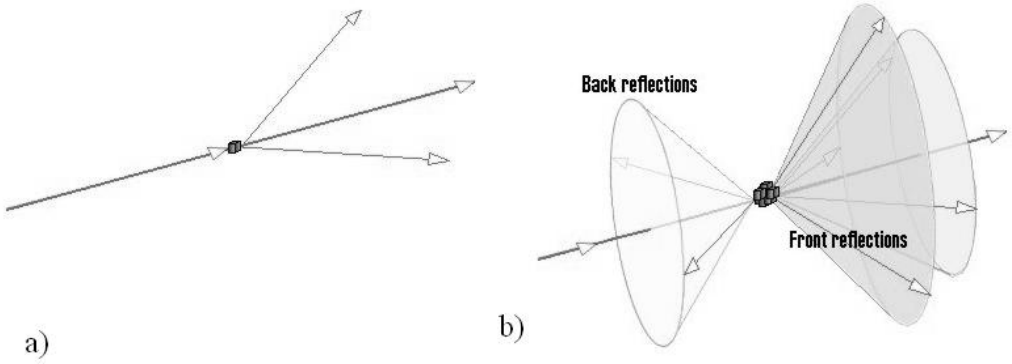

Figura 22 a) Reflexão dos raios-X para um cristalito sem girar. b) Cone de difração formado pelo cristalito girando.

Nesse método uma estreita faixa de filme é enrolada dentro do cilindro com a amostra colocada no centro sobre o eixo dele. Os cones de difração interceptam o cilindro com o filme e, quando o mesmo é retirado observa-se a configuração das linhas como mostra a figura. Atualmente a base desse método ainda é usada, porém no lugar do filme utiliza-se um detector especial que capta o sinal e, o envia a um sistema computadorizado que registra e processa esse sinal (vide figura 23), além disso, não está limitado ao uso de pó somente. A partir da posição de uma linha, θ pode ser determinado e, sendo conhecido λ, fica fácil o cálculo da separação d dos planos da rede cristalina. Se conhecermos previamente a célula unitária do cristal, poderemos predizer a posição de todas as linhas de difração que aparecem sobre o filme. A linha que corresponde ao menor ângulo 2θ é produzida pelos planos que têm a maior separação. No caso do cristal cúbico, cumpre-se a equação 2:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{\left(h^2 + k^2 + l^2\right)}{a^2} = \frac{s^2}{a^2} \qquad \text{eq. 2}$$

Isto significa que d é máximo quando $s^2 = \left(h^2 + k^2 + l^2\right)$ for mínimo. Assim quando hkl corresponde a (100) (menor valor de 2θ) a próxima reflexão corresponde a $h^2 + k^2 + l^2 = 2$, isto é: $(hkl) = (110)$ etc. Lembrando também que nem todos os valores vão dar uma linha de difração.

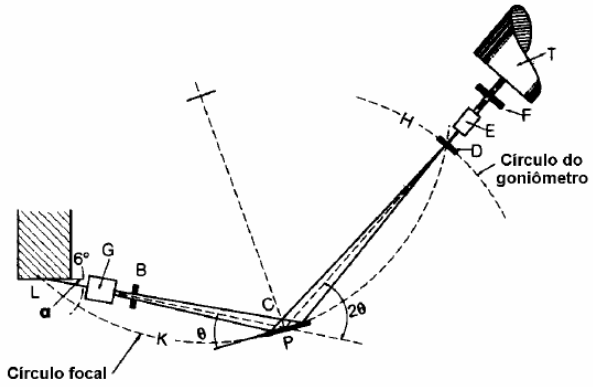

Figura 23 – Esquema do DRX pelo método de Debye-Scherrer

Veja abaixo na Figura 24, o exemplo de um espectro de um DRX pelo método de Debye-Scherrer.

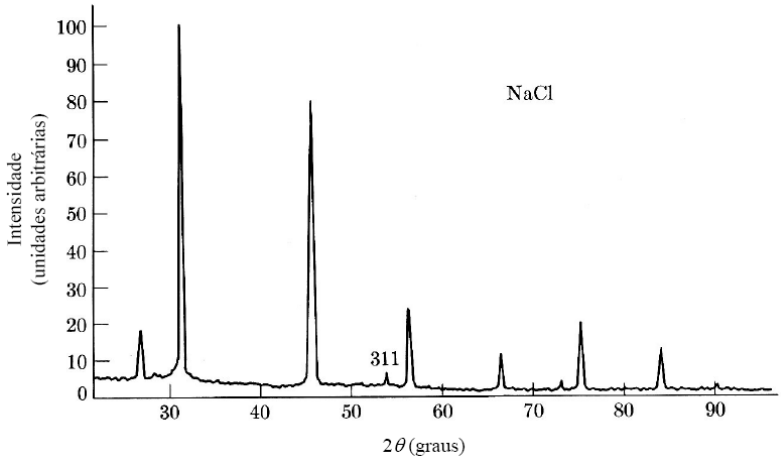

Figura 24 – Difratograma do composto NaCl

3.3 Moinho de Bolas

O moinho de bolas é um equipamento chave para a moagem de materiais triturados e é largamente usado na produção de pó incluindo o cimento, silicatos, novos tipos de materiais de construção, material refratário, fertilizantes, minérios ferrosos e não- ferrosos, cerâmicas vítreas, etc. O moinho de bolas pode moer vários minérios e outros materiais, secos e molhados. Há dois tipos de moinhos de bolas. O tipo ralador e o tipo de gravitacional devido às diferentes maneiras de descarregar o material.

3.3.1 Princípio de Funcionamento

O moinho de bolas é um equipamento com rotação horizontal propulsionado por uma engrenagem externa. Os materiais são transferidos uniformemente para a câmara de moagem através de uma haste tubular. Há um protetor da escada e um protetor ondulado e diferentes especificações de bolas de aço na câmara. A força centrífuga causada pela rotação do tambor eleva as bolas de aço até certa altura e então o impacto da queda mói os materiais. A Figura 27 mostra um moinho de bolas.

Figura 25 – Moinho de bolas

3.4 Prensagem

A prensagem é a operação de conformação baseada na compactação de um pó granulado (massa) contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A operação compreende três etapas ou fases: (1) preenchimento da cavidade do molde, (2) compactação da massa e (3) extração da peça. Este é o procedimento de conformação mais utilizado pela indústria cerâmica devido à sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de tamanhos e formas variadas, sem contração de secagem e com baixa tolerância dimensional. Distinguem-se duas grandes modalidades de prensagem: a prensagem uniaxial e a prensagem isostática. Na primeira, a compactação do pó se realiza em uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidos. É utilizada para conformar peças que não apresentam relevo superficial na direção de prensagem. Se a espessura da peça que se deseja obter é pequena e sua geometria é simples, a carga pode ser aplicada em apenas um sentido (ação simples). Por outro lado, para conseguir peças de grande espessura e geometria complexa, com uniformidade de compactação, é indispensável que a prensagem seja feita nos dois sentidos (dupla ação), ou então que se empregue um molde complexo com múltiplos punções. A fricção entre as partículas do pó e também a fricção entre elas e a superfície do molde impedem que a pressão, aplicada a uma ou mais das superfícies da peça, seja integralmente transmitida e de forma uniforme a todas as regiões da peça, o que provoca a existência de gradientes

de densidade nos corpos conformados. Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. É empregado na fabricação de peças de formas complexas, que apresentem relevos em duas ou mais direções, ou em peças em que uma das dimensões é muito maior que as demais, como no caso de tubos e barras.

3.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Segundo o departamento de semicondutores, instrumentos e fotônica da Unicamp, o Microscópio Eletrônico de Varredura é um instrumento muito versátil e usado rotineiramente para a análise microestrutural de materiais sólidos. Apesar da complexidade dos mecanismos para a obtenção da imagem, o resultado é uma imagem de muito fácil interpretação. O aumento máximo conseguido pelo MEV fica entre o microscópio óptico (MO) e o Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). A grande vantagem do MEV em relação ao microscópio óptico é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm (20 - 50 Å) - atualmente existem instrumentos com até 1 nm (10 Å) - enquanto que no óptico é de 0,5 µm. Comparado com o MET a grande vantagem do MEV está na facilidade de preparação das amostras. Entretanto, não são apenas estas características que fazem do MEV uma ferramenta tão importante e tão usada na análise dos materiais. A elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química são fatores que em muito contribuem para o amplo uso desta técnica. A observação e análise de fratura teve um grande avanço com o uso do microscópio eletrônico de varredura. O princípio de funcionamento do MEV consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (eletrodo negativo), mediante a aplicação de uma diferença de potencial que pode variar de 0,5 a 30 KV. Essa variação de voltagem permite a variação da aceleração dos elétrons, e também provoca o aquecimento do filamento. A parte positiva em relação ao filamento do microscópio (eletrodo positivo) atrai fortemente os elétrons gerados, resultando numa aceleração em direção ao eletrodo positivo. A correção do percurso dos feixes é realizada pelas lentes condensadoras que alinham os feixes em direção à abertura da objetiva. A objetiva ajusta o foco dos feixes de elétrons antes dos elétrons atingirem a amostra analisada.

3.6 Microscopia Óptica (MO)

O departamento de semicondutores, instrumentos e fotônica também diz que o microscópio óptico é um instrumento usado para ampliar e regular, com uma série de lentes multicoloridas e ultravioleta, capazes de enxergar através da luz, estruturas pequenas e grandes, impossíveis de visualizar a olho nu. A técnica é mais usada para partículas maiores de 1 micrômetro e as análises dependem da

combinação entre o desconhecimentos dos dados e o que se sabe sobre as partículas. O microscópio apresenta dois sistemas de lentes convergentes; a objetiva e a ocular. A objetiva é um conjunto de lentes que apresenta pequena distância focal e que fornece uma imagem real e aumentada do objeto que é observado. A ocular, também formada por lentes convergentes, funciona como uma lupa, que nos dá uma imagem virtual e aumentada da imagem real que se formou em pela objetiva. A objetiva e a ocular são dispostas nas extremidades de um cilindro oco, constituindo a coluna do microscópio e que possui a capacidade de se aproximar ou afastar da amostra para que se tenha a focalização perfeita. Isto é realizado por intermédio de uma cremalheira, que se encontra, associada a uma roda dentada. A potência do microscópio é resultado do produto da ampliação linear da objetiva pela potência da ocular; seu valor será elevado quando as distâncias focais da objetiva e ocular forem pequenas.

3.7 Dureza Vickers

A propriedade mecânica dureza é largamente utilizada na especificação dos materiais, nos estudos e pesquisas mecânicas e metalúrgicas e na comparação de diversos materiais. Particularmente, a dureza Vickers é medida pela penetração de um penetrador de forma piramidal de diamante de base quadrada, vide Figura 25, com angulo de 136º entre as faces opostas. Como o penetrador é um diamante, é praticamente indeformável e como todas as impressões são semelhantes entre si, não importando o seu tamanho, a dureza Vickers (HV) é independente da carga, isto é, o número de dureza obtido é o mesmo qualquer que seja a carga usada para materiais homogêneos. Para este tipo de dureza,a carga varia de 1 até 100 ou 120kgf, segundo Souza (2009). A mudança de carga é necessária para se obter uma impressão regular,sem deformações e de tamanho compatível para a medida de suas dimensões no visor das máquinas. A dureza é medida pela razão da carga pela área superficial piramidal. A microdureza Vickers produz uma impressão microscópica no material, empregando uma carga menor que 1kgf. A carga pode chegar a até 10gf somente e a superfície do corpo de prova também deve ser plana. Na Figura 26, temos o exemplo de um microdurômetro Vickers.

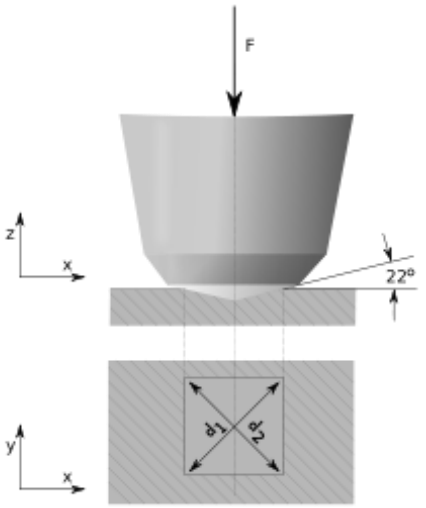

Figura 26 – Indentador piramidal Figura 27 – Microdurômetro Vickers

A técnica do teste de Dureza ou microdureza consiste em que a carga plena é aplicada normalmente durante um tempo de 10 a 30 segundos. As duas diagonais da indentação deixadas na superfície do material depois da remoção da carga são medidas, usando-se um microscópio. Com os valores lidos calcula-se a média aritmética das diagonais. Em seguida, a dureza Vickers, é medida através do quociente obtido dividindo a carga (em kgf) pela área da indentação.

Veja a equação 3, abaixo:

$$\mathrm{HV} = \frac{2\mathrm{Fsen}(69{,}1°)}{\mathrm{d}^2} \qquad \text{eq. 3}$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 DRX

Pela análise do DRX pode-se concluir, pela relação das intensidades dos picos, posições angulares deles e pelo fato dos DRX não apresentar segundas fases de impureza que a cerâmica apresentou uma fase única de uma perovskita cúbica complexa. A cerâmica apresentou parâmetro de rede experimental a_{exp}= 7,9722 Å muito próximo do parâmetro de rede teórico a_{teor}= 7,4444 Å. Vide Figura 28.

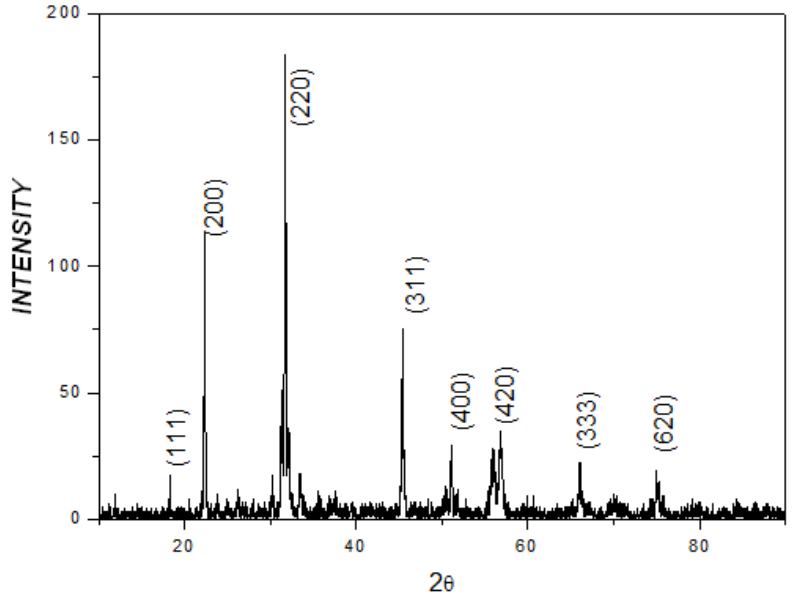

Figura 28 – Difratograma de Raios-X da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$

4.2 MEV

Após a sinterização, um pedaço da pastilha foi fracionado para a determinação das micrografias eletrônicas, foi utilizada um aumento de 2000x, como visto nas figuras, o necessário para uma análise da estrutura cerâmica. Foi estudado pela microscopia eletrônica de varredura o aspecto microestrutural da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ sinterizada a 1300°C por 24 horas, como mostrado na Figura 29, concluindo-se que a mesma apresentou uma microestrutura típica com morfologia uniforme, tamanho e distribuição dos grãos homogênea.

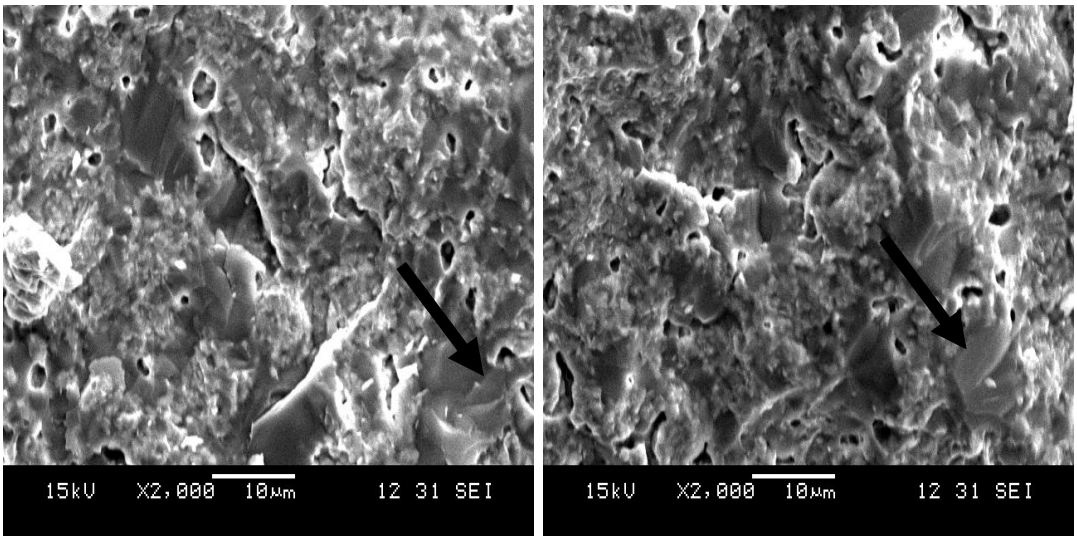

Figura 29 - Micrografias Eletrônicas com aumento de 2000x, setas apontam os empescoçamentos

Também, podemos observar através do MEV que a cerâmica teve uma boa sinterização,pois nas figuras estão sendo mostradas que as partículas tiveram uma boa agregação, os empescoçamentos são bem visíveis (estes são responsáveis por uma melhor resistência mecânica do material) .

A necessidade de se obter uniformidade na microestrutura é em razão de prevenir o surgimento de tensões que provoquem o surgimento ou crescimento de espaços vazios que, por sua vez, são concentradores de tensão, os quais são responsáveis pela propagação de trincas e microtrincas no corpo sinterizado. Como foi comentado anteriormente, o objetivo desse trabalho é a produção da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ com boas características mecânicas com o objetivo de garantir a qualidade requerida que produto cerâmico final deve ter para a aplicação estrutural. A produção e a capacidade funcional de uma cerâmica policristalina são altamente dependentes de suas características microestruturais, que por sua vez são extremamente influenciadas pela cinética da sinterização. As características microestruturais definem a qualidade final do produto cerâmico e suas propriedades mecânicas.

4.3 Microdureza Vickers

Atrávés 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 dez indentações na superfície lixada. A Tabela 1 apresenta os valores do teste de microdureza feita na cerâmica.

Tabela 1 – Valores de Microdureza Vickers da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$

Indentação	Diagonal 1 (micrometro)	Diagonal 2 (micrometro)	HV
1	80,16	86,28	267,76
2	80,59	76,63	300,09
3	84,27	84,03	261,88
4	84,75	81,72	267,66
5	79,09	83,45	280,76
6	76,38	79,05	307,04
7	80,50	76,91	299,36
8	73,59	81,78	307,28
9	80,22	75,48	305,98
10	84,77	82,34	265,62

A microdureza Vickers teve uma média de 286.343, com pouca dispersão da média.

4.4 Microscopia Óptica

Para o estudo de estabilidade da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ em ambiente de petróleo cru as amostras foram inicialmente sujeitas a análise por microscopia óptica e em seguida foram submersas em petróleo cru oriundo de poços de petróleo de mar e de terra da região Sergipana (uma amostra em cada tipo de petróleo).

As cerâmicas ficaram imersas por um total de 60 dias. Foi utilizado petróleo cru com o objetivo de assegurar as mesmas condições do ambiente de extração. Em intervalos de 15 dias as amostras eram retiradas dos reservatórios de petróleo e testadas para observar se haviam corrido alguma mudança em sua estrutura, microestrutura e propriedades mecânicas devido ao ambiente de petróleo cru. As figuras 30, 31 e 32 mostram respectivamente, as micrografia óptica da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ antes e após imersão em petróleo de mar e de terra. A análise microestrutural foi feita por microscopia óptica porque após a imersão em petróleo foi extremamente difícil utilizar o MEV devido à necessidade de criação de vácuo.

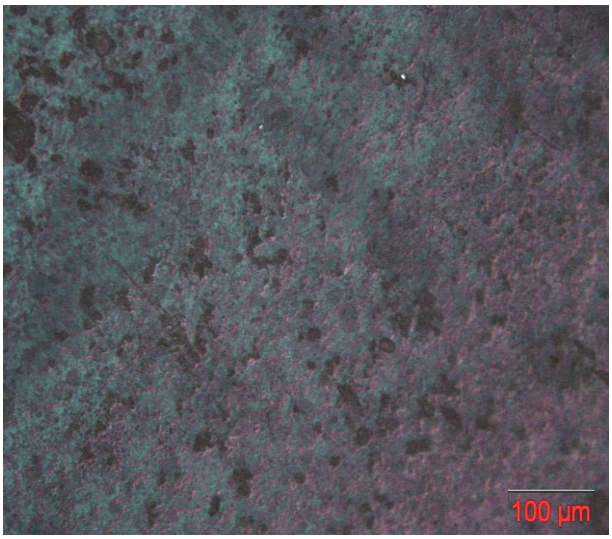

Figura 30 - Superfície antes da imersão no Petróleo

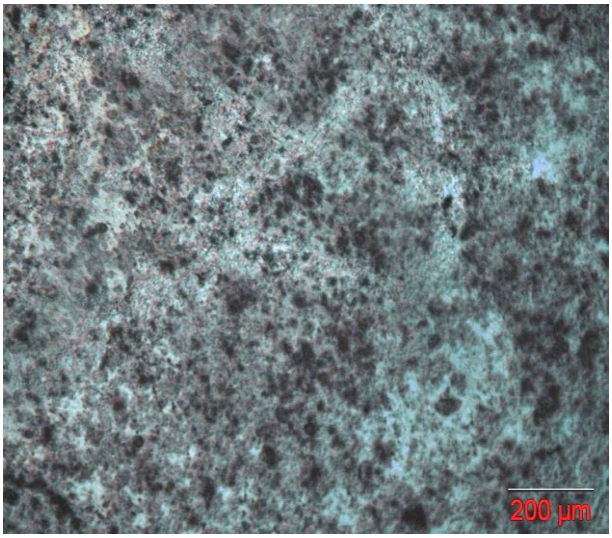

Figura 31 - Superfície após a imersão do petróleo de terra

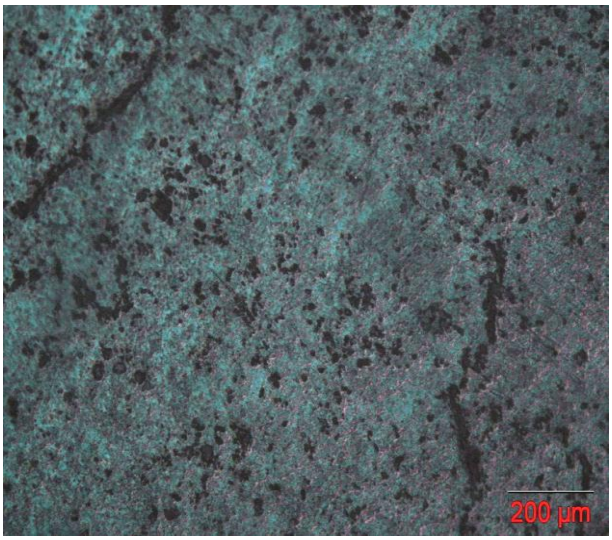

Figura 32 - Superfície após a imersão do petróleo de mar

Como pode se observar nas Figuras 30, 31 e 32, a microestrutura da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ permanece idêntica e não há sinais de degradação devido a imersão em petróleo cru. Podemos observar alguns pontos pretos na cerâmica após a imersão e que após análise, verificamos serem resíduos superficiais de petróleo cru. Outro ponto a se analisar é que apenas com o auxílio do lixamento foi possível ter uma visualização da superfície da pastilha (figura 31 e 32, aumento100x; figura 30, aumento 200x) no microscópio óptico, assim mostrando uma caráter homogêneo considerável da pastilha.

5. CONCLUSÃO

Neste trabalho, foi feito um levantamento bibliográfico considerável, com a finalidade do entendimento dos parâmetros envolvidos na caracterização da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$, tipo perovskita. A metodologia adotada, foi muito importante na preparação da cerâmica estudada.

Na produção e caracterização da cerâmica, $Ca_2AlZrO_{5,5}$, suas propriedades cristalinas foram analisadas, através da difratometria de raios-X, onde foi encontrado uma característica monofásica de uma estrutura perovskita cúbica complexa, isso possível, pela quantidade, quase nula, de impurezas presentes. A análise da microestrutura da cerâmica $Ca_2AlZrO_{5,5}$ sinterizada, realizada por microscopia óptica, mostrou uma boa homogeneidade microestrutural da mesma, e o ensaio do MEV também nos demonstrou um ótimo empescoçamento dos grãos, que significa que um melhoramento das propriedades mecânicas da cerâmica foram alcançados. Com os ensaios de microdureza Vickers foi possível determinar um HV razoável em relação a outras cerâmicas de propriedades semelhantes já pesquisadas.

A análise pós-petróleo, não foi completamente realizada, devido a alguns problemas técnicos dos equipamentos inerentes ao trabalho, a única análise realizada foi através da microscopia óptica que mostrou que a integridade superficial, da cerâmica em questão, não foi atingida. Seria necessário ser feita, a análise comparativa pré-petróleo, da difratometria de raios-x, para o estudo da estrutura cristalina e uma análise comparativa pré-petróleo da microdureza para determinação da característica microsestrutural.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Almeida, A. F. L., de Oliveira, R. S., Góes, J.C., Sasaki, J.M., Mendes Filho,J., Sombra, A. S. B., Mat. Sci. and Eng. B, 96, 275, **2002.**

Begg, B. D., Vance, E. R., Nowotny, J., J. Am. Ceram. Soc., 77, 3186, **1994**

Callister Jr ,W D . Materials Science and Engineering an Introduction, 7ª edition, John Wiley & Sons, LTC **2008**

Chiang, Y. M., Birnie, D. P., Kingery, W. D. Physical Ceramics. New York:John Wiley & Sons, **1997**

Ferrer, V., Operational Properties of Piezoelectric Shear-Mode Actuator,Master Thesis, Royal Institute of Stockholm. **2002**

Homes, C. C., Vogt, T., Shapiro, S. M., Wakimoto, S., Ramirez, A. P., Science,293, 673, **2001**

Jaffe, B., Cook Jr., W. R., Jaffe, H., Piezoelectric Ceramics, Academic Press,London, **1971**

Jha, P., Arora, P., Ganguli, A. K., Materials Letters, 57, 2443, **2003**

Kingon, A. I., Davis, R. F., Thackeray, M. M. Engineering Properties of Multicomponent and Multiphase Oxides. In: ASM International–TheMaterials Information Society. V. 4. Engineered Materials Handbook - Ceramics and Glasses. p. 758-773, **1991**

Koitzsch, A., Blumberg, G., Gozar, A., Dennis, B., Ramirez, A. P., Trebst, S.,Wakimoto, S., Physical Review B, 65, 052406, **2002.**

Lapa, C. M. Produção e desenvolvimento de cerâmicas tungstato perovskitas complexas para componentes cerâmicos de sensores de temperatura de poços de prtróleo.72p Dissertação de Mestrado .UFPE,Departamento de Engenharia Mecânica. **2004**

Li, C., Soh, K. C. K., Wu, P., Journal of Alloys and Compounds, 372, 40, **2004**

Lufaso, M. W., Woodward, P. M., Acta. Cryst., B57, 726, **2001**

Marinkovic, B. A., Stojanovic, B. C., Pavlovic, V. B., Pavlovic, V. P., Ristic,M. M., Materials Structure, 6, 96, **1999**

Mazon, T., Obtenção de PZN com fase e microestrutura controladas, NESP,Dissertação de Mestrado em Físico-Química, **1997**

Nakamoto, K. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and CoordinationCompounds. New York: John Wiley & Sons, Inc., **1997**

Ramirez, A. P., Subramanian, M. A., Gardel, M., Blumberg, G., Li, D., Vogt,T., Shapiro, S. M., Solid State Comm., 115, 217, **2000.**

Sinclair, D. C., Adams, T. B., Morrison, F. D., West, A. R., Applied PhysicsLetters, 80, 2153, **2002.**

Souza, S.A. Ensaios mecânicos de materiais metálicos,fundamentos teóricos e práticos, 5ª edição,Editora Blutcher. **2009.**

Subramanian, M. A., Li, D., Duan, N., Reisner, B. A., Sleight, A. W., Journalof Solid State Chemistry, 151, 323, **2000.**

West, A. R., Adams, T. B., Morrison, F. D., Sinclair, D. C., Journal of European Ceramic Society, 24, 1439, **2004**

www.abceram.org.br, Associação Brasileira de Cerâmica, data 17/09/2012

www.materiais.ufsc.br, Departamento de Engenharia Mecânica/ UFSC, data 22/10/2012

www.dsif.fee.unicamp.br, Departamento de Semicondutores, instrumentos e fotônica/ UniCamp, data 22/10/2012

http://www.ceramicaindustrial.org.br, Cerâmica Industrial, data 22/10/2012