

RESUMOS DE DISSERTAÇÕES DE MESTRADO

ABSTRACTS OF M. Sc. DISSERTATIONS

Candidato: Fábio Coral Fonseca (IPEN-USP)

Comissão Examinadora : Dr. R. Muccillo (Orientador), Dr. Douglas Gouvêa (Escola Politécnica da USP), Dr. Carlos B. R. Parente (IPEN-USP).

Data: 01/10/96

Título: “ Propriedades do compósito supercondutor $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Ag preparado pela técnica dos citratos ”.

Title: “ Properties of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Ag composite superconductors prepared by the citrate technique ”.

RESUMO

Supercondutores cerâmicos $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (Y123) e compósitos supercondutores $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Ag foram preparados pela técnica dos citratos. Análise microestrutural foi feita por meio de difratometria de raios X e microscopia óptica com luz polarizada. O comportamento supercondutor foi estudado por meio de medidas de resistividade elétrica dc (técnica das 4 pontas de prova) na faixa de temperaturas de 77 K a 140 K. A técnica das 4 pontas de prova também foi utilizada em medidas de resistividade elétrica dc à temperatura ambiente para o estudo da percolação da prata na matriz cerâmica; o limite de percolação encontrado foi de, aproximadamente, 25% em volume Ag (35,5% em peso Ag). A adição de prata aumentou a resistência à flexão da cerâmica Y123. Os principais resultados obtidos foram: a temperatura crítica do supercondutor não é alterada pela adição de prata, a adição de prata influi no comportamento elétrico do estado normal do supercondutor, e o compósito supercondutor com composição relativa de, aproximadamente, 3% em peso Ag (1,8% em volume Ag) tem propriedades otimizadas do ponto de vista mecânico, elétrico e microestrutural.

ABSTRACT

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (Y123) ceramic superconductor and $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ -Ag composite superconductors have been prepared by the citrate technique. Microstructural analysis has been done by X-ray diffractometry and optical ceramography. The superconducting behavior has been studied by 4 probe dc electrical resistivity in the 77 K - 140 K temperature range. Silver percolation in the ceramic matrix was studied by electrical resistivity measurements at room temperature; the percolation threshold was found to be approximately 25 vol% (35.5 wt%) Ag. Specimens with silver addition showed improvement in the flexural strength of the Y123 compound. The main results show that the critical temperature does not depend on the silver content in the composite specimens, the normal state electrical behavior of the superconductor is affected by silver addition and approximately 3 wt% (1.8 vol%) Ag doping yields an optimized composite superconductor from the electrical, mechanical and microstructural point of view, with platelet-like grain shapes.

Candidato: Cleber Antonio Lindino (DQ-UFSCar)

Comissão Examinadora: Dr. Luis Otávio de Sousa Bulhões (Orientador), Dr. Graciliano de Oliveira Neto (IQ-UNICAMP), Dr. Nelson Stradiotto (FFCLRP-USP)

Data: 05/02/97

Título da Dissertação: “ Desenvolvimento de sensores ao metano baseados em eletrodos modificados com polianilina ”.

Title: “ Development of methane sensors based on polyaniline modified electrodes ”.

RESUMO

O desempenho dos filmes de polianilina como um sensor ao metano foi investigado para uso em soluções aquosas e ambientes gasosos. O filme de polianilina foi eletropolimerizado em um eletrodo de platina e caracterizado por voltametria cíclica, espectroscopia na região do infravermelho e por microscopia eletrônica de varredura. Os filmes obtidos apresentam morfologia tipo fibra e sua porosidade aumenta com o aumento da força iônica. Os dados de voltametria cíclica, espectroscopia de impedância, cronoamperometria e cálculos semi-empíricos mostram que há adsorção física entre o metano e a polianilina, representada por uma isoterma do tipo BET. Os dados de impedância para o polímero mostram que a resistência do polímero aumenta durante a aplicação do potencial de adsorção para o eletrodo modificado imerso em solução saturada com metano e esta variação na resistência do filme de polianilina foi utilizada como critério analítico para o desenvolvimento dos sensores. A polianilina apresenta uma resposta linear ao gás metano na faixa de fugacidade entre $1,2$ e $2,4 \times 10^{-3}$ atm (0,25% e 0,6% v/v), apresentando ótima repetibilidade e reprodutibilidade, onde a interferência de oxigênio pode ser descrita matematicamente e pode ser quantificada. A polianilina apresenta resposta ao metano dissolvido na faixa de concentração entre $0,32$ e $0,46 \mu\text{mol L}^{-1}$, com boa reprodutibilidade, não havendo interferência do oxigênio dissolvido na resposta do sensor. O pH e o estado redox da solução afetam os processos redox no eletrodo de polianilina.

ABSTRACT

The performance of polyaniline films as a methane sensor was investigated for use in aqueous solutions and gaseous environments. The

polyniline films presents a fiber-like structure, and their porosity increases with ionic strength. The cyclic voltammetric data, impedance spectroscopy, chronoamperometric data and semi-empiric calculations show physical adsorption between methane and the polyaniline film, represented by a BET isotherm. The impedance data for the polymer show that the polymer resistance increases during the application of the adsorption potential to the modified electrode immersed in the methane-saturated solution. The change in the polymer resistance was used for the development of the sensor. The polyaniline film presents a linear response for methane gas from 0.25 to 0.6 % v/v, with excellent reproducibility and replicability. The interference from oxygen was determined and quantified. The polyaniline film presents a linear response for dissolved methane in aqueous solution from 0.32 and 0.46 μM with good reproducibility, and no interference from dissolved oxygen was observed. The pH and redox potential of the solution affect the redox process in the polyaniline electrode.

Candidata: Sonia Maria Zanetti (DQ-UFSCar)

Comissão Examinadora: Dr. Edson R. Leite (Orientador), Dr. J. A. Eiras (DF-UFSCar), Dr. Y. Messaddeq (IQ-UNESP, Araraquara)

Data: 20/02/97

Título da Dissertação: “Filmes finos de SrTiO_3 obtidos através de precursores poliméricos”.

Title: “*SrTiO₃ thin films prepared from polymeric precursors*”.

RESUMO

SrTiO_3 foi sintetizado através do método proposto por Pechini. O estudo da evolução de fases por difratometria de raios X (DRX), espectroscopia vibracional na região do infravermelho (FTIR) e espectroscopia Raman mostrou que a formação do titanato de estrôncio passa por uma fase intermediária constituída por um carbonato misto de (Sr, Ti), sem segregação de fases de Sr ou Ti, indicando que o método de síntese utilizado proporciona uma distribuição homogênea dos cátions e um controle estequiométrico preciso da fase desejada. Foram preparados filmes de SrTiO_3 por “dip coating” com soluções aquosas de citratos metálicos e etilenoglicol, utilizando diversas relações ácido cítrico/etilenoglicol (AC/EG). As medidas de viscosidade indicam que aumentando-se a quantidade de etilenoglicol ocorre um aumento no tamanho da cadeia polimérica do precursor e uma diminuição da quantidade de cátions quelados. Após a deposição, sobre substratos de Si (111), estes foram secos em placa quente (aproximadamente 150 °C) e tratados termicamente a temperaturas de 250 a 1000 °C, com taxas de aquecimento e resfriamento de 1 °C/min (aquecimento lento) e tratamentos isotérmicos (aquecimento rápido) a 650, 750 e 850 °C. A difratometria de raios X mostrou que os filmes são amorfos até 450 °C e cristalizam a 500 °C, sendo que os tratamentos isotérmicos proporcionam filmes de maior cristalinidade e maior tamanho de cristalito. Resultados de microscopia, para os filmes obtidos com diferentes relações AC/EG e sinterizados, indicam que há uma espessura crítica (de aproximadamente 150 nm), acima da qual os filmes apresentam trincas. A microestrutura, avaliada por MEV, não sofre influência da relação AC/EG, mas é altamente influenciada pelo tratamento térmico. Filmes tratados isotermicamente apresentam grãos monocristalinos maiores e maior rugosidade superficial. O aumento da temperatura de sinterização proporciona filmes com baixa porosidade e superfície lisa.

ABSTRACT

SrTiO₃ was synthesized by the Pechini polymeric precursor method. Phases evolution was followed by X-Ray diffraction (XRD), infrared spectroscopy (FTIR) and Raman spectroscopy and showed the formation of strontium titanate occurs after an intermediate phase of (Sr,Ti) mixed carbonate. There is no segregation of Sr or Ti phases indicating that the synthesis method used allows for a homogeneous cations distribution as well as a stoichiometric control of the desired phase. SrTiO₃ thin films were prepared by dip coating in aqueous solution of metallic citrates and ethylene glycol using several citric acid/ethylene glycol (CA/EG) ratios. Viscosity measurements indicate that increasing the amount of ethylene glycol increases the size of the precursor polymeric chain and the content of chelated cations is reduced. After film deposition, the Si(111) substrates were dried in a hot plate (at approximately 150 °C) and heat treated at temperatures ranging from 250 to 1000 °C with heating and cooling rates of 1 °C/min. The substrates were also isothermally treated at 650, 750 and 850 °C after fast heating. XRD showed that thin films are amorphous up to 450 °C and crystallize at 500 °C. Isothermal heat treatments lead to larger crystallites and higher crystallinity. Scanning electron microscopy in films obtained using different CA/EG ratio indicates that there is a critical thickness (approximately 150 nm) above which the films showed larger grains and higher surface rugosity. Higher sintering temperatures lead to low porosity and smooth surface films.

Candidato: Fabricio Ronil Sensato (DQ-UFSCar)

Comissão Examinadora: Dr. Elson Longo (Orientador), Dr. Roy Edward Bruns (UNICAMP), Dra. Fulvia M. Stamato (DQ-UFSCar)

Data: 26/02/97

Título da Dissertação: “Modelagem molecular dos óxidos de SnO_2 e Nb_2O_5 e estudo de suas interações com eletrólitos”.

Title: “*Molecular modelling of SnO₂ and Nb₂O₅ oxides and study of their interaction with electrolytes*”.

RESUMO

A estrutura eletrônica do Nb_2O_5 e sua interação com os íons H^+ e Li^+ foram investigadas através de cálculos ab initio em nível Hartree-Fock-Roothaan e aproximação de modelos moleculares (cluster) para a descrição do óxido. Cinco modelos $(\text{Nb}_2\text{O}_5)_n$ em que $n = 1, 2, 4, 5$,

6 e 8 foram construídos baseados em dados cristalográficos. Os ECPs (effective core potential) de Hat e Watd, o conjunto de base STO-3G, bem como o conjunto de bases contraídas para o nióbio (43333/433/43), oxigênio (73/7/1) e lítio (73) proposto por Huzinaga e coautores foram usados. Os valores obtidos de energia de gap encontram razoável concordância com os resultados experimentais (3,3 – 3,4 eV). O valor que mais se aproxima ao experimental foi obtido como modelo cluster $(\text{Nb}_2\text{O}_5)_8$ (3,0 eV), a estrutura mais complexa da série de clusters investigados. Os valores de população eletrônica de Mulliken ($PM=0,06$), distância de ligação ($D=1,99\text{Å}$) entre o lítio e o oxigênio e de cargas atômicas. ($Q_{\text{Li}}=0,92$ ua), sugerem que esta interação é de caráter predominantemente iônico conforme proposto por KUMAGAI et al. Para a interação do cátion hidrogênio com o cristal, estes resultados ($PM=0,68$, $D=0,95\text{Å}$, $Q_{\text{H}}=0,29$ ua) são consistentes com a formação de uma ligação química entre ambos, conforme observado por GOMES et al. A interação entre os íons lítio e o SnO_2 foi investigada com o emprego do método semi-empírico MNDO implementado no pacote computacional MOPAC6.0. Para tanto, utilizou-se o modelo molecular $(\text{SnO}_2)_{15}$ otimizado por Martins et al. Os resultados mostraram que o lítio adsorve-se preferencialmente em oxigênios monocoordenados. A alta barreira de intercalação sugere que o íon permanece adsorvido na superfície, mas a presença de vacâncias de oxigênio diminui esta barreira facilitando a intercalação. Ligações multicentradas entre o lítio e os oxigênios ocorrem na superfície do material.

ABSTRACT

The electronic structure of Nb_2O_5 was calculated using the Hartree-Fock Roothaan method. The calculations were performed employing a cluster model $(\text{Nb}_2\text{O}_5)_n$ with $n = 1, 2, 4, 5, 6$ and 8 . Different basis sets were employed and the Huzinaga contracted basis set led to a better description of niobium oxide. Values for the Mulliken electronic population ($EP = 0.06$), lithium-oxygen bond distance ($BD = 1.99 \text{Å}$), and atomic charge on the lithium ($Q_{\text{Li}} = 0.92$ ua) suggest that the interaction has a predominantly ionic character, in agreement with the results presented in the literature. For the interaction between the proton and oxygen, the results ($EP = 0.68$, $BD = 0.95 \text{Å}$ and $Q_{\text{H}} = 0.28$ ua) are consistent with the formation of a chemical bond between H^+ and oxygen, as observed by XPS measurements. Semiempirical MNDO calculations were used to calculate the interaction between Li^+ and $(\text{SnO}_2)_{15}$ clusters. Our calculations predicted that Li^+ adsorbs preferentially on mono-coordinate oxygen. The higher energy barrier to intercalation (-7.41 eV) suggests that the ion remains adsorbed at the oxide surface, but that the presence of oxygen vacancies probably decreases this barrier, favouring the Li^+ intercalation.

Candidata: Iêda Maria Garcia dos Santos (DQ-UFSCar)

Comissão Examinadora: Dr. Edson R. Leite (Orientador), Dra. M.A. Zaghete Bertochi (UNESP-Araraquara), Dr. Márcio Morelli (DEMa-UFSCar)

Data: 27/02/97

Título da Dissertação: “Desenvolvimento de “coating” cerâmico para prevenção contra oxidação de carbono em alta temperatura”.

Titel: “Development of ceramic coating for inhibiting high temperature carbon oxidation”.

RESUMO

A utilização de carbono em refratários surgiu como uma necessidade de melhoria das propriedades químicas e termo-mecânicas dos refratários. O problema relativo a esta adição, é a oxidação do grafite durante o pré-aquecimento dos equipamentos, levando à fragilização do refratário, diminuindo, desta forma, a sua vida útil. Uma forma de se evitar a descarbonetação é a utilização de “coatings” cerâmicos, evitando que o oxigênio entre em contato com o grafite. Desta forma, o trabalho consistiu no desenvolvimento e caracterização de um “coating” cerâmico, à base de fosfossilicato de sódio e argilo-minerais, para prevenção contra oxidação em refratários contendo carbono. Para comprovar a eficiência do “coating”, foram realizados testes laboratoriais, tendo um refratário de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C}$ como substrato. Foram realizados diversos tratamentos térmicos, variando-se a temperatura, o tempo e a atmosfera, visando determinar o grau de proteção do “coating” e o mecanismo pelo qual a oxidação é evitada. Os resultados obtidos mostram que nas primeiras doze horas, o “coating” evita que o oxigênio entre em contato com o carbono. Após este tempo, uma pequena difusão é observada, levando a uma descarbonetação que, no entanto, ainda é bastante inferior à observada no refratário sem “coating”. Mesmo em condições mais severas, o material desenvolvido diminui a descarbonetação, aumentando a vida útil do refratário.

ABSTRACT

The carbon use in refractories came from the need of obtaining better chemical and thermo-mechanical properties. The main problem from this addition is graphite oxidation during the equipment's pre-heating to refractory brittleness, and consequently decreasing their lifetime. The use of ceramic coating is a way of carbon oxidation, in a way that the oxygen doesn't get into contact with the graphite. By this way, the search lied in the development and characterization of a ceramic coating, mainly made of sodium phosphosilicate and clay, with the objective of preventing carbon oxidation in refractories. Laboratorial essays were done to confirm the coating efficiency. The substrate used was an $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC} - \text{C}$ refractory. Many thermal treatment were done, and through the temperature, time and atmosphere variation, the protection degree and oxidation prevention mechanism were determined. The results showed that the coating avoids oxygen contact with graphite in the first twelve hours. After that, a small diffusion is observed, leading to carbon oxidation. On the other hand, this oxidation is much smaller than in the refractory heat treated without coating.

Candidata: Marilza Castilho (DQ-UFSCar)

Comissão Examinadora: Dr. Luis Otávio de Sousa Bulhões (Orientador), Dr. L. H. Mazo (IQSC-USP), Dra. S. H. P. Serrano (IQSC-USP)

Data: 28/02/97

Título da Dissertação: “Desenvolvimento de sensores a metano, propano e butano a partir dos óxidos de estanho e nióbio”.

Title: “ *Development of methane, propane and butane sensors based on tin and niobium oxides* ”.

RESUMO

Neste trabalho estudou-se a influência da adição de dopantes como Li, Ce e Sn na microestrutura do pentóxido de nióbio e a influência da adição de nióbio na microestrutura e na resposta dos sensores a gases baseados em óxido de estanho, para a detecção de metano e butano. Esses materiais foram preparados pela técnica sol-gel (método Pechini) e caracterizados por difratometria de raios-X, espectroscopia na região do infravermelho e determinação da área superficial. Os óxidos na forma de pastilhas foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura e diferenças morfológicas foram observadas para estas pastilhas. A caracterização física destes materiais mostrou que foram obtidos óxidos com estrutura nas fases ortorrômbica e hexagonal para o caso de Nb_2O_5 puro ou dopado com cério, lítio e estanho, e estrutura tetragonal tipo rutilo para SnO_2 puro e dopado com Nb_2O_5 . O desempenho destes materiais na forma de pastilhas como sensores a metano, propano e butano foi analisado pela determinação da temperatura de maior sensibilidade, tempo de resposta e faixa de resposta linear. Não foi obtida resposta para Nb_2O_5 puro e dopado, devido a alta resistência destes materiais no intervalo de temperatura estudado. A adição de nióbio ao SnO_2 promoveu um decréscimo na resistência do óxido aumentando a sensibilidade do sensor para propano e butano diminuindo o tempo de resposta do sensor. Na detecção de metano o aumento na porcentagem de Nb causou a diminuição da temperatura de trabalho em relação ao SnO_2 puro, porém diminuindo a sensibilidade. Um aumento de 20% na sensibilidade foi observado para a detecção de propano com SnO_2 dopado com 0,1 mol% de Nb. Para a detecção de butano o sensor de SnO_2 dopado com nióbio decresce a temperatura de trabalho para 150 °C.

ABSTRACT

The influence of the addition of Li, Ce and Sn on the microstructure of niobium oxide and the influence of the addition of Nb on the morphology and response of gas sensors based on tin oxide for methane, propane and butane detection were investigated. These materials were prepared by the sol gel technique (Pechini method) and were characterized by X-ray diffraction, infrared spectroscopy and determination of the specific area. The pellets of these materials were characterized by scanning electron microscopy and morphologic differences were observed for these pellets. The physical characterization of these materials shows a crystalline structure in the orthorhombic and hexagonal phases for the pure Nb_2O_5 or cerium, lithium and tin doped Nb_2O_5 , and a tetragonal type rutile structure was observed for the pure SnO_2 and Nb_2O_5 doped SnO_2 . The performance of these materials as methane, propane and butane sensors was analyzed from the determination of the highest sensitivity temperature, response time and linearity of the response. No response was obtained for pure and doped Nb_2O_5 due to the high resistance in the investigated temperature range. The addition of Nb to SnO_2 promotes a decrease in the electrical resistance of the oxide increasing the sensitivity of the sensor to propane and butane decreasing the sensor response time. For methane detection a decrease in the working temperature with a decrease in the sensitivity was observed for the SnO_2 doped with Nb. An increase in the sensitivity of 20% was obtained for propane detection with SnO_2 doped with 0.1% of Nb. For butane detection the Nb addition to SnO_2 decreases the detection temperature to 150 °C.

Candidata: Daniela Moraes Ávila (IPEN-USP)

Comissão Examinadora: Dra. Eliana N. S. Muccillo (Orientadora), Dra. Elisabete J. Pessine (IPEN-USP), Dr. Douglas Gouvêa (Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da EPUSP).

Data: 30/04/1997

Título: “Síntese e caracterização de soluções sólidas de ZrO_2 : CeO_2 ”.

Title: “*Synthesis and characterization of ZrO_2 : CeO_2 solid solutions*”.

RESUMO

Cerâmicas de zircônia contendo 11% mol de céria foram preparadas pela técnica da coprecipitação dos hidróxidos. O principal objetivo deste estudo foi obter pós com elevada sinterabilidade, utilizando esta técnica na sua forma mais simples, isto é, sem as etapas de moagem, classificação granulométrica, cristalização e procedimentos especiais de secagem do precipitado. Para isto, algumas das variáveis de processamento foram estudadas e otimizadas. Para fins comparativos foram também preparadas soluções sólidas contendo de 8 a 20% mol CeO_2 pela técnica de mistura de pós. Os principais objetivos do estudo das propriedades elétricas destas cerâmicas foram verificar o comportamento da resistividade com a composição e se a introdução de Ce^{3+} , durante a síntese por coprecipitação, produz mudanças consideráveis na resistividade elétrica da cerâmica sinterizada. Os principais resultados mostram que: 1- a densificação das cerâmicas sintetizadas por coprecipitação independe do material precursor, embora este influencie o tamanho médio de grãos; 2- com a otimização da síntese por coprecipitação e da escolha do precursor, foi possível obter cerâmicas com 98% da densidade teórica e tamanho médio de grão igual a 500 nm; 3- a resistividade elétrica da zircônia-céria aumenta com o teor de céria e 4- a introdução do Ce^{3+} não produz alterações significativas na resistividade elétrica.

ABSTRACT

ZrO₂: 11 mol% CeO₂ ceramic specimens have been prepared by the technique of coprecipitation of hydroxides. The main purpose was to obtain high sinterable powders by means of that technique in its simplest route, namely, without powder milling and sieving, crystallization and special procedures for precipitate drying. To accomplish that, some processing variables have been studied and optimized. ZrO₂: 8 to 20 mol% CeO₂ solid solutions have also been prepared by the powder mixture technique for comparison purposes. Electrical properties of sintered pellets have been studied for determining the dependence on composition and on Ce³⁺ content. The main results show that: 1- the densification of the sintered zirconia-ceria pellets does not depend on the starting materials, but the average grain size does; 2- zirconia-ceria sintered pellets having 98% of the theoretical density and 500 nm of average grain size have been obtained after optimizing the coprecipitation synthesis procedures and the choice of the starting materials; 3- the electrical resistivity of zirconia-ceria pellets increases with the increase in cerium content; and 4- Ce³⁺ content does not lead to changes in electrical resistivity of zirconia-ceria pellets.

Candidato: Frank Ferrer Sene (IPEN-SP)

Comissão Examinadora: Dr. José Roberto Martinelli (Orientador), Dr. Luís Filipe C. P. de Lima (IPEN-SP), Dr. José A. Varela (IQ-UNESP, Araraquara)

Data: 15/09/97

Título: “Resistividade Elétrica de materiais cerâmicos do tipo cerâmica-metal na região de percolação: aplicação em cadinhos para fornos de indução”.

Title: “Electrical Resistivity of ceramic-metal composite materials in the percolation region: application in crucibles for induction furnaces”.

RESUMO

Materiais compósitos do tipo PSZ contendo inclusões metálicas de Ti, Nb e Ni, e cristobalita contendo Ti, foram produzidos a partir da mistura de pós. A conformação desses materiais na forma de pastilhas foi feita através de compactação uniaxial, seguida de prensagem isostática a frio e sinterização em atmosfera de argônio a 1600 °C/1,5 h. Variou-se o teor das inclusões metálicas entre 0 e 40%. Medidas de resistividade elétrica na faixa de temperaturas de 25 °C a 700 °C mostraram que amostras contendo inclusões em concentrações superiores a 25% apresentam condução elétrica predominantemente eletrônica. Para amostras contendo inclusões em concentrações inferiores a 25%, observou-se um comportamento típico de condução iônica, semelhante ao da matriz cerâmica. Amostras de PSZ-Ti e PSZ-Ni contendo 25% de inclusões metálicas apresentam uma transição isolante-condutor numa faixa de temperatura entre 400 e 600 °C. Amostras de cristobalita-Ti contendo 30% de inclusões metálicas apresentam uma transição condutor-isolante numa faixa de temperatura entre 200 e 300 °C. Testes realizados em um forno de indução mostraram que amostras com inclusões metálicas superiores a 25% se auto-aquecem quando expostas a campos eletromagnéticos na faixa de rádio frequência (r.f). Foram confeccionados cadinhos de PSZ-Ti por colagem de barbotina, sinterizados a 1600 °C/1,5 h em atmosfera de argônio. Esses cadinhos foram submetidos a campos eletromagnéticos na faixa de r.f e a temperatura máxima atingida foi de 1350 °C. A caracterização microestrutural dos materiais foi realizada através de análises de difratometria de raios-X, EDS, microscopia ótica e eletrônica de varredura.

ABSTRACT

Ceramic composite materials were produced by mixing powders of Partially Stabilized Zirconia (PSZ) with titanium, niobium or nickel, and cristobalite with titanium. Pellets were produced by uniaxially pressing the material followed by cold isostatic pressing and finally sintering at 1600 °C for 1.5 hours in argon. The metal content was varied in the range of 0 - 40 volume percent (%). Electrical resistivity measurements were performed in the temperature range of 25 - 700 °C. Samples containing metallic inclusions above 25% show the predominance of electronic type conduction. For samples with metallic inclusion below 25%, a typically ionic conduction behavior has been observed. PSZ-Ti and PSZ-Ni samples containing 25% of metallic inclusions show an insulator - conductor transition in the temperature range of 400 - 600 °C. Cristobalite samples containing 30% of titanium show a conductor - insulator transition also in a specific temperature range of 200 - 300 °C. Tests performed in an induction furnace showed that samples containing metallic inclusions above 25% had self-heated when exposed to electromagnetic fields in the range of radio frequency (r.f.). Crucibles of PSZ-Ti were made by slip casting followed by sintering at 1600 °C for 1.5 hours in argon. These crucibles were exposed to electromagnetic fields in the r.f. range and the maximum temperature reached was 1350 °C. Microstructure characterization was performed on those materials by X-ray diffraction, EDS, optical and scanning electron microscopy.