

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS  
INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS  
INSTITUTO DE QUÍMICA DE SÃO CARLOS

**PREPARAÇÃO E PROPRIEDADES DE FIBRAS MONOCRISTALINAS DE  $\text{SrMO}_3$ ,  
 $\text{Sr}_2\text{MO}_4$  (M=Ru, Ti, V) E DAS SUAS SOLUÇÕES SÓLIDAS**

Diógenes Reyes Ardila

Tese apresentada à Área Interunidades do  
EESC, IFSC, IQSC, como parte dos requisitos  
para a obtenção do grau de Doutor em Ciência e  
Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. José Pedro Andreetta

USP/IFSC/SBI



8-2-001392

São Carlos

2001

Reyes Ardila, Diógenes

Preparação e propriedades de fibras monocristalinas de  $\text{SrMO}_3$ ,  $\text{Sr}_2\text{MO}_4$   
(M=Ru, Ti, V) e das suas soluções sólidas

136 p.

Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos / Instituto de Física de  
São Carlos / Instituto de Química de São Carlos, 2001.

Orientador : Prof. Dr. José Pedro Andreeta

1. Extrusão. 2. LHPG 3. Óxidos de metais de transição.

I.Título



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

# Ciência e Engenharia de Materiais

Caixa Postal, 369 - CEP 13560-970 - São Carlos - SP - Brasil

Tel.: (0xx16) 273-9589 - Fax: (0xx16) 273 9777 E-mail: erica@if.sc.usp.br

**MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE  
DIOGENES REYES ARDILA, APRESENTADA AO PROGRAMA DE  
PÓS-GRADUAÇÃO INTERUNIDADES, ÁREA EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS, DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO,  
EM 02/02/2001.**

## COMISSÃO JULGADORA:

  
Prof. Dr. JOSÉ PEDRO ANDREETA - IFSC/USP (Orientador)

  
Prof. Dr. LUIZ ANTONIO DE OLIVEIRA NUNES - IFSC/USP

  
Prof. Dr. RUBENS CARAM JÚNIOR - UNICAMP

  
Profa. Dra. SÔNIA LÍCIA BALDOCHI - IPEN

  
Prof. Dr. JOSÉ ARANA VARELA - UNESP/Araraquara

*Aos meus sobrinhos Jonathan e Sílvia*

*A minha afilhada Paola Andréa*

## **AGRADECIMENTOS**

### ***Orientação***

Prof. Dr. José Pedro Andreetta

### ***Bolsa de Estudos***

FAPESP

### ***Cooperação em pesquisa***

Profs. Dr.s. Yvonne. P. Mascarenhas, Silvia L. Cuffini, A. C. Hernandez, M. Siu Li,  
Luiz A. de O. Nunes, Heitor C. Basso.

Drs. Ronan Lebullenger, Cristina T. Monteiro Ribeiro, Sylvania Lanfredi.

Mestr.s. André L. Martinez, Zélia S. Macedo, Luciara B. Barbosa, Marcelo R. B.  
Andreetta, Luis H. C. Andrade, Andrea S. S. de Camargo.

### ***Convivência***

William H. Lizcano Valbuena, Williams G. Mamani & Flia, César O. Avellaneda,  
Carlos T. Ríos, Lisa A. Prato, Srdjan Milenkovic.

### ***Auxílio Técnico***

Membros da Oficina de Mecânica do IFSC/USP.

Membros da Biblioteca do IFSC/USP e da EESC/USP.

Membros da Oficina de Óptica do IFSC/USP.

## **SUMÁRIO**

LISTA DE FIGURAS	i
LISTA DE TABELAS	vi
LISTA DE ABREVIATURAS	viii
LISTA DE SÍMBOLOS	ix
RESUMO	xii
ABSTRACT	xiii
Capítulo 1	1
INTRODUÇÃO	1
1.1. Crescimento cristalino de óxidos de metais de transição (OMTs) ternários	1
1.2. Objetivo desta Tese	2
Capítulo 2	5
ASPECTOS TEÓRICOS E EXPERIMENTAIS DO CRESCIMENTO DE FIBRA CRISTALINA	5
2.1. O estudo e as aplicações das fibras cristalinas (FCs)	5
2.2. Fenomenologia do crescimento de FC	13
Capítulo 3	17
METODOLOGIA DA PESQUISA	17
3.1. Natureza dos reagentes químicos	17
3.2. Propriedades físicas e químicas de OMTs	17
3.3. Processamento do material de partida	27
3.4. Sistema de crescimento cristalino	32
3.5. Métodos de Caracterização de FC	36
3.6. Preparação de amostras de estudo	38

3.7. Sistema LHPG modificado para a preparação de FC em ambiente gasoso isostático, em médias e baixas pressões	39
Capítulo 4	45
PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS DE ESTUDO	45
4.1. Crescimento de FMC de SrTiO <sub>3</sub> pela técnica LHPG	45
4.2. Crescimento de FMC de SrVO <sub>3</sub> no sistema LHPG modificado	54
4.3. Crescimento de FMC de Sr <sub>2</sub> RuO <sub>4</sub> pela técnica LHPG	63
4.4. Crescimento de FC das soluções sólidas SrTi <sub>1-x</sub> V <sub>x</sub> O <sub>3</sub> , SrV <sub>1-x</sub> Ru <sub>x</sub> O <sub>3</sub> , SrTi <sub>1-x</sub> Ru <sub>x</sub> O <sub>3</sub> e de Sr <sub>2</sub> VO <sub>4</sub>	72
Capítulo 5	85
CONSIDERAÇÕES GERAIS PARA A INTERPRETAÇÃO GLOBAL DE RESULTADOS	85
5.1. Introdução	85
5.2. Análise da termoquímica do crescimento de FC óxida pela técnica LHPG : particularidades dos carbonatos	87
5.3. Efeitos da pressão externa na composição das fibras monocristalinas	95
5.4. Efeito da alteração do gradiente térmico no crescimento de FC pela técnica LHPG	105
Capítulo 6	113
CONCLUSÕES FINAIS E RECOMENDAÇÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	113
6.1. Conclusões Finais	113
6.2. Recomendações para futuros trabalhos	116
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	118

Apêndice A	128
DEFINIÇÕES E CONCEITOS DA ENGENHARIA DE CERÂMICAS E DAS TÉCNICAS DE CRESCIMENTO DE CRISTAIS	128
Apêndice B	133
PUBLICAÇÕES E PARTICIPAÇÕES EM CONFERÊNCIAS INTERNACIONAIS E BRASILEIRAS	133



## LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.** Quadro de publicações sobre preparação, caracterização e aplicação de FCs entre as décadas 1960-200 [11]. 6
- Figura 2.** A técnica de zona flutuante denominada LHPG; (a) etapas, (b) perfil térmico na região de crescimento cristalino. 12
- Figura 3.** Fluxograma de um método de sol-gel para preparação de  $\text{SrTiO}_3$ . 28
- Figura 4.** Procedimento de elaboração e corte de pastilhas cerâmicas em pedestais para a sua utilização como sementes e nutrientes na técnica LHPG. (a) prensagem de pós, (b) sinterização, (c) corte, (d) tratamento térmico. 30
- Figura 5.** Etapas de um processo de extrusão a frio de pós cerâmicos em um aparelho do tipo pistão ; (a) evacuação de ar do barril, (b) compactação da carga, (c) extrusão 31
- Figura 6.** Detalhes de um aparelho extrusor do tipo pistão utilizado para a preparação de pedestais cerâmicos no presente trabalho. O aparelho foi construído na oficina de mecânica do IFSC/USP. (a) aparelho montado, (b) pistão, barril e matriz extrusora (b) (de esquerda para direita, respectivamente) 32
- Figura 7.** Sistema LHPG convencional com a fonte de calor (laser de  $\text{CO}_2$ ) na configuração vertical. 35
- Figura 8.** Sequência (a-d) de etapas no crescimento cristalino em ambiente controlado pela técnica LHPG 36
- Figura 9.** Montagem de amostra para medida elétrica. A amostra é envolvida por material isolante e fita isolante (PVC) depois de pousar os eletrodos sobre ela. 37

<b>Figura 10.</b> Preparação de amostras paralelepípedos laminares por lapidação e polimento de FC	39
<b>Figura 11.</b> Sistema LHPG modificado para crescimento FC em baixa e media pressão; (a) sistema em operação, (b) caixa de componentes ópticos da câmara de crescimento mostrando o princípio de expansão do feixe laser mediante um reflexicon	41
<b>Figura 12.</b> Partes constituintes desmontadas do sistema LGPH modificado.	43
<b>Figura 13.</b> Esquemático do processamento de reagentes destinado à obtenção de nutrientes e sementes para crescimento de FMC de SrTiO <sub>3</sub> por LHPG	48
<b>Figura 14.</b> FMCs de SrTiO <sub>3</sub> crescidas de pedestais dos grupos C, D, E, F	51
<b>Figura 15.</b> Difratoograma de Laue obtido no modo de retro-reflexão de uma FMC de SrTiO <sub>3</sub> crescida de pedestais do grupo F	52
<b>Figura 16.</b> Resistividade elétrica em função da temperatura de FMC de SrTiO <sub>3</sub> crescida de pedestal do grupo F (curva superior) e do grupo E (curva inferior)	53
<b>Figura 17.</b> Fotografias de difração de raios X obtidas pelo método de Laue e microestruturas de FMC crescidas de pedestais do grupo 1 (a e c) e 2 (b e d)	60
<b>Figura 18.</b> Resistividade elétrica em função da temperatura (símbolo preenchido=aquecimento, símbolo não preenchido=resfriamento) de FMC crescida de pedestais do grupo 1 (a) e 2 (b). Ver Tabela 9.	62

## Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

