

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

PATRÍCIO SANTANA DE OLIVEIRA

INVESTIGAÇÃO SOBRE A DIFUSIVIDADE TÉRMICA NA JUNÇÃO
METAL/CERÂMICA AISI 304L/ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Vitória
2017

PATRÍCIO SANTANA DE OLIVEIRA

**INVESTIGAÇÃO SOBRE A DIFUSIVIDADE TÉRMICA NA JUNÇÃO
METAL/CERÂMICA AISI 304L/YBa₂Cu₃O_{7-δ}**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, na área de concentração de Materiais Avançados.

Orientador: Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo
Orlando

Co-orientador: Carlos Augusto Cardoso
Passos

Vitória
2017

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)
(Biblioteca Setorial Tecnológica,
Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)
Sandra Mara Borges Campos – CRB-6 ES-000593/O

O48i Oliveira, Patrício Santana de, 1990-
Investigação sobre a difusividade térmica na junção
metal/cerâmica AISI 304L/YBa₂Cu₃O_{7-δ} / Patrício Santana de
Oliveira. – 2017.
57 f. : il.

Orientador: Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando.
Coorientador: Carlos Augusto Cardoso Passos.
Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) –
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Difusividade térmica. 2. Aço inoxidável. 3. Sistemas de
energia elétrica. 4. Supercondutores. 5. Método Flash Laser. I.
Orlando, Marcos Tadeu D'Azeredo. II. Passos, Carlos Augusto
Cardoso. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro
Tecnológico. IV. Título.

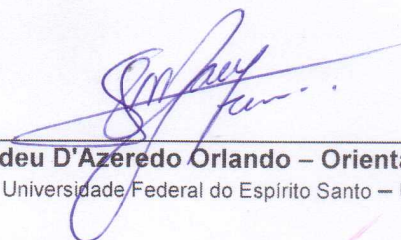
CDU: 621

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

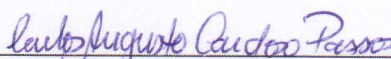
INVESTIGAÇÃO SOBRE A DIFUSIVIDADE TÉRMICA NA JUNÇÃO
METAL/CERÂMICO AISI 304L/YBa₂Cu₃O_{7-δ}

Patricio Santana de Oliveira

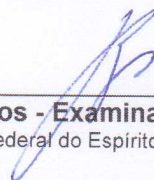
COMISSÃO EXAMINADORA



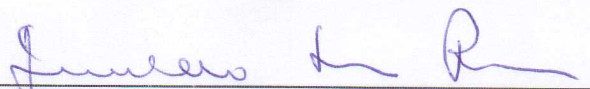
Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azere do Orlando – Orientador
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



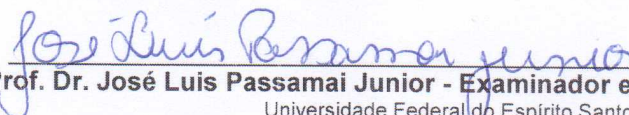
Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos – Co-orientador
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



Prof. Dr. Rogério Ramos - Examinador interno
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES



Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi – Examinador externo
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN/USP



Prof. Dr. José Luis Passamai Junior - Examinador externo
Universidade Federal do Espírito Santo – UFES

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Vitória (ES), 24 de novembro de 2017.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por estar sempre ao meu lado, mostrando-me quão imenso é o seu amor e a sua misericórdia. A Ele, vai a minha gratidão e adoração eterna, pois nele encontrei refúgio, conforto e respostas em vários momentos de tribulação.

À minha mãe Cláudia Santana de Oliveira e ao meu pai Izaias Ferreira de Oliveira pela capacidade de acreditarem em mim e lutarem comigo nessa caminhada. Aos meus amigos, por todo incentivo e ajudando com o máximo de empenho e dedicação.

À Leticia Candeia Poltronieri, pela paciência e compreensão ao longo do processo. Não há palavras que expressem minha gratidão a Deus por tê-la em minha vida.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando e ao meu co-orientador, Prof. Dr. Carlos Augusto Cardoso Passos, por todo direcionamento e orientações.

Ao Instituto Federal do Espírito Santo – Campos Aracruz. Aos professores, funcionários e principalmente ao Técnico de laboratório Jackson Braz e Professor Maycolns Depianti Conci que foram fundamentais para o desenvolvimento das ferramentas utilizadas.

Agradeço à Universidade Federal do Espírito Santo, ao Centro Tecnológico da UFES, ao Laboratório de Análise de Superfície de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica. Aos professores, funcionários e principalmente aos alunos do PPGEM.

A CAPES pelo apoio financeiro à minha pesquisa.

Agradeço a FAPES (Termo de Outorga 0443/2015) pelo apoio financeiro a pesquisa.

“Deem graças ao Senhor porque ele é bom; o seu amor dura para sempre.”

Salmos 107:1

RESUMO

Os materiais cerâmicos supercondutores são geralmente, duros e frágeis, possuem baixa resistência à tração e ao impacto e baixa capacidade de difundir calor. Isto impõe limitações para aplicações tecnológicas quando as cerâmicas supercondutoras estão submetidas a estresses elétricos e térmicos. Desta forma, uma alternativa é combinar as propriedades da cerâmica supercondutora com as propriedades dos metais. Com este objetivo em mente, nesta dissertação foi investigada a deposição de cerâmica supercondutora $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ em aço inoxidável AISI 304 L seguido de tratamento térmico. As medidas de difusividade térmica foram realizadas com um laser de dióxido de carbono com perfil espacial gaussiano, comprimento de onda $10 \mu\text{m}$, intensidade $10 \sqrt{2} \text{ W/m}^2$ e diâmetro igual a 1 mm . A fim de realizar comparações, a medida da difusividade térmica em chapa de aço inoxidável AISI 304 L, tal como recebido, apresentou valor similar ao valor fornecido pelo fabricante.

Utilizando chapas de AISI 304 L, foram fabricados vários substratos com dimensões de $70 \times 10 \times 3 \text{ mm}$. Posteriormente, esses substratos foram fresados, produzindo canais retangulares de 2 mm de largura por $1,25 \text{ mm}$ de profundidade. Os canais foram preenchidos com eletrocerâmicas de YBaCuO . Essa montagem foi levada ao forno por 15 min a uma temperatura de 1040°C , sendo retirada e esfriada ao ar, gerando amostras da junção. Estas amostras de junções foram caracterizadas por XRD, susceptibilidade magnética AC e microscopia eletrônica de varredura. Por fim, realizaram-se as medidas de difusividade térmica através do método *flash* na junção. A difusividade térmica da junção metal/cerâmica apresentou valores próximos aos estimados teoricamente, considerando a hipótese de aditividade sem interferência entre os compostos. Entretanto, tais conclusões são parciais, o que reforça a necessidade de estudos mais aprofundados acerca da difusividade térmica desta junção metal/cerâmico.

Palavras chave: difusividade térmica, aço inoxidável AISI 304 L, flash laser.

ABSTRACT

Superconducting ceramic materials are generally hard and brittle, have low tensile and impact strength and low heat diffusion capacity. This imposes limitations for technological applications when superconducting ceramics are subjected to electrical and thermal stresses. Thus, an alternative is to combine the properties of superconducting ceramics with the properties of metals. With this objective in mind, in this dissertation the deposition of superconducting ceramic $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ in stainless steel AISI 304 L followed by thermal treatment was investigated. The thermal diffusivity measurements were performed with a carbon dioxide laser with Gaussian space profile, wavelength $10\ \mu\text{m}$, intensity $10\sqrt{2}\ \text{W}/\text{m}^2$ and diameter equal to $1\ \text{mm}$. In order to make comparisons, the thermal diffusivity measurement in AISI 304 L stainless steel plate, as received, presented value similar to the value supplied by the manufacturer. Using plates of AISI 304 L, several substrates with dimensions of $70 \times 10 \times 3\text{mm}$ were manufactured. Posteriorly, these substrates were milled, producing rectangular channels of $2\ \text{mm}$ wide by $1.25\ \text{mm}$ deep. The channels were filled with YBaCuO electroceramics. This assembly was baked for $15\ \text{min}$ at a temperature of 1040°C , being removed and cooled in the air, generating samples of the junction. These junction samples were characterized by XRD, AC magnetic susceptibility and scanning electron microscopy. Finally, the thermal diffusivity measurements were performed by the flash method at the junction. The thermal diffusivity of the metal/ceramic junction presented values close to those theoretically estimated, considering the hypothesis of additivity without interference between the compounds. However, these conclusions are partial, which reinforces the need for further studies on the thermal diffusivity of this metal /ceramic junction.

Key words: thermal diffusivity, AISI 304 L stainless steel, Laser Flash.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01 – Diagrama de fases Fe-Cr.	16
Figura 02 - Estrutura cristalina do YBaCuO.	19
Figura 03 - Processo de união metal/cerâmica	21
Figura 05 – Suporte mecânico de aço Inoxidável AISI 304L para servir de substrato para cerâmica YBaCuO.	25
Figura 06 - Fresadora universal ferramenteira Diplomat semi-automática modelo FVF 2000.	25
Figura 07 - Forma de fabricação do rasgo para o encaixe mecânico. Tipo I (“Paralelo”), Tipo II (“Rabo de Andorinha”) e Tipo III (“L”).	26
Figura 08 - Processo de aplainamento onde a peça de aço foi adaptada à mesa da fresadora.	26
Figura 09 - Substrato após processo de fabricação (dimensões em escala de milímetro).	27
Figura 10 - forno mufla com tubo de alumínio transpassado e com microprocessador, Marca: EDG Modelo F-7000 10P.	28
Figura 12 - Microscópio eletrônico JEOL Modelo JSM 6610 LV, do Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins- LUUCAR, Centro de Ciências da Saúde - UFES.	30
Figura 13 - Arranjo experimental para realização das medidas de susceptibilidade magnética AC, onde foi utilizado um sinal de excitação de 4,23 kHz.	31
Figura 14 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termo física através do método flash de laser do PRESLAB– UFES.	33
Figura 15 - Difratoograma de raios X para a amostra de aço inoxidável AISI 304L.	34
Figura 16 – Comportamento da temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.	36
Figura 17 - Difratoograma de raios X para a amostra $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$	39
Figura 18 - Comportamento da temperatura da face oposta da amostra cerâmica como preparada.	40

Figura 19 - Definição das regiões onde foram obtidas as imagens de MEV. ...	41
Figura 20 - Imagem obtida no ponto 2 do lado esquerdo da cava (parte do aço)..	42
Figura 21 - Imagem obtida no ponto 2 da região central da cava (parte do aço)	42
Figura 22 - Imagem obtida no ponto 2 do lado direito da cava (parte do aço)..	43
Figura 23 - Difratoograma de raios X para a amostra de Aço inoxidável AISI 304L com deposição da Cerâmica $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.	44
Figura 24 - Comportamento da temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.....	45
Figura 25 - Representação da amostra com material cerâmico depositado. ...	46
Figura 26 - Difusividade térmica das amostras analisadas.	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química da liga AISI 304L.....	17
Tabela 2 - Propriedades físicas da liga AISI 304L.....	17
Tabela 3 - Propriedades Mecânicas da liga AISI 304L.....	18
Tabela 4 - Composição química da liga AISI 304L.....	35
Tabela 5 - Dados do ensaio de difração de raios X.....	38

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. OBJETIVOS.....	14
2.1. <i>Objetivo geral</i>	14
2.2. <i>Objetivos específicos</i>	14
3. MATERIAIS, PROCESSOS E APLICAÇÃO	15
3.1. <i>Considerações sobre aço inoxidável</i>	15
3.1.1. Aço inoxidável austenítico	15
3.2. <i>Considerações sobre as cerâmicas</i>	18
3.2.1. Cerâmicas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	19
3.3. <i>Processo de junção</i>	20
3.3.1. Junção mecânica	21
3.4. <i>Limitadores</i>	22
4. METODOLOGIA	25
4.1. <i>Preparação da cava no aço inoxidável AISI 304L</i>	25
4.2. <i>Deposição da cerâmica no substrato</i>	27
4.3. <i>Técnicas de caracterização</i>	29
4.3.1. Difração de raios X	29
4.3.2. Espectrometria de fluorescência raios X	29
4.3.3. Microscópio eletrônico de varredura	29
4.3.4. Susceptibilidade magnética	30
4.3.5. Difusividade Térmica	31
5. RESULTADOS E DISCURSÃO	34
5.1. <i>Difração de raios X para o substrato</i>	34
5.2. <i>Espectrometria de fluorescência de raios X</i>	35
5.3. <i>Difusividade térmica do aço como recebido</i>	35
5.4. <i>Caracterização da cerâmica</i>	38
5.4.1. Difração de raios X da cerâmica	38
5.4.2. Medida de susceptibilidade magnética AC da cerâmica	39
5.4.3. Difusividade térmica da cerâmica como recebida	40
5.5. <i>Caracterização da junção</i>	41
5.5.1. <i>Microscopia eletrônica de varredura - MEV</i>	41

5.5.2. Difração de raios X da junção	43
5.5. Difusividade térmica junção metal/cerâmica	44
5.5.3. Análise da difusividade da junção metal/cerâmica	45
6. CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	49
6.1. Conclusão.....	49
6.2. Trabalhos futuros.....	49
REFERÊNCIAS	50
APÊNDICE	54

1. INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos supercondutores de alta temperatura crítica (T_c) são estudados a cerca de três décadas e possuem potencial para aplicações tecnológicas em pequena e grande escala. Uma parte das aplicações está concentrada em dispositivos para proteção elétrica. No entanto, as cerâmicas supercondutoras apresentam limitações.

Os supercondutores cerâmicos de altas temperaturas críticas apresentam trincas e são quebradiços (baixa resistência mecânica). Além disso, os supercondutores cerâmicos policristalinos possuem arranjos formados por vários cristais (e grãos) orientados aleatoriamente separados por fronteiras (junções) do tipo normal, metal ou isolante. Uma consequência disso é a forte influência do contorno de grão nas propriedades de transporte. Este fato ressalta a importância de estudo da influência do arranjo policristalino nas medidas de transporte. E outro desafio é aumentar a resistência mecânica para suportar estresses em condições de serviço.

Neste contexto é necessário propor junção da cerâmica supercondutora com outros materiais bem como novos métodos de fabricação para atender os requisitos de operação [1-2]. Uma das alternativas é desenvolver técnicas de junção de materiais cerâmica/cerâmica, cerâmica/metal ou metal/cerâmica como forma de ampliar sua forma de utilização [3].

Esta proposta não é nova, há vários exemplos onde se deseja melhorar ou otimizar as propriedades de um material para demanda de serviço. Como exemplo, pode-se citar os motores de combustão interna os quais são submetidos às elevadas temperaturas de trabalho, movimento cíclico e relativo de uma série de componentes, ambiente quimicamente agressivo e a necessidade de se reduzir o peso das partes móveis para otimizar o rendimento e reduzir o consumo [1,4-6].

No que se refere aos materiais cerâmicos supercondutores, um dos desafios é aumentar resistência mecânica e capacidade de difundir calor do material, como já mencionado anteriormente, para atender uma aplicação específica: limitador de corrente de curto circuito supercondutor [7].

Limitadores de corrente de curto circuito são dispositivos capazes de proteção um sistema elétrico quando ocorre uma falha. No momento do curto circuito, há um estresse elétrico e estresse térmico. Existem diversas soluções, mas uma atenção

especial foi dada aos materiais supercondutores de alta T_c . A proposta é que o dispositivo cerâmico supercondutor atenua ou anule as perturbações elétricas. Entretanto, durante a falha elétrica, podem ocorrer vibrações. Assim, a cerâmica também deve ser capaz de absorver este estresse.

Nesse cenário, o Grupo de Física Aplicada da UFES desenvolve há vários anos pesquisas com limitadores de corrente de curto-circuito supercondutores utilizando eletro-cerâmicas supercondutoras [8-16]. Em linhas gerais, o grupo desenvolveu um protótipo que é colocado em série com o circuito elétrico a ser protegido.

Assim, neste contexto, o objetivo deste trabalho é preparar uma junção cerâmica/metal e descrever o comportamento da difusividade térmica de junções metal/cerâmica. Aqui o metal é utilizado como suporte mecânico.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Este estudo visa estudar o comportamento de um suporte mecânico a partir do aço inoxidável AISI 304 L para uma cerâmica supercondutora ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$), que será utilizada como dispositivo limitador de corrente de curto-circuito supercondutor. Em especial, verificou-se como um pulso de energia em forma de calor se propaga no conjunto cerâmico/metal.

2.2. Objetivos específicos

O escopo do projeto compreende:

- Aplicação da técnica de análise de difusividade térmica flash laser para a obtenção de tal propriedade nas diversas regiões de deposição da cerâmica;
- Utilização da microscopia eletrônica de varredura para a detecção de alterações microestruturais provenientes dos procedimentos ao qual o material foi submetido;
- Investigar a microestrutura resultante após a realização do processo de união;
- Relacionar os perfis de difusividade térmica encontrados aos procedimentos realizados;
- Correlacionar entre a difusividade térmica e os demais parâmetros avaliados.

3. MATERIAIS, PROCESSOS E APLICAÇÃO

3.1. Considerações sobre aço inoxidável

Os aços inoxidáveis são ligas à base de ferro que contém um mínimo de aproximadamente 11% de cromo como principal elemento de liga [17] e possui uma resistência a oxidação em ambientes normais. Alguns aços inoxidáveis possuem mais de 30% de cromo ou menos de 50% de ferro. Outros elementos como níquel, molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio e selênio podem ser adicionados para a obtenção de características mecânicas particulares.

Existem diferentes tipos de aços inoxidáveis. A variedade é dividida em 5 classes ou famílias principais [18].

Pode-se subdividir os aços inoxidáveis em 5 classes [18]:

- Martensíticos;
- Ferríticos;
- Austeníticos;
- Duplex;
- Endurecíveis por precipitação

3.1.1. Aço inoxidável austenítico

Os aços inoxidáveis austeníticos recebem esse nome devido a sua microestrutura ser a austenita estabilizada a temperatura ambiente. Esta característica é devido ao acréscimo, principalmente, de níquel ao ferro. Isto provoca mudanças consideráveis nas propriedades, como por exemplo, não podem ser endurecidas por tratamentos térmicos, mas podem ser endurecidas por deformação plástica (encruamento). Além disso, estes aços não são magnéticos e têm a estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) [17-21].

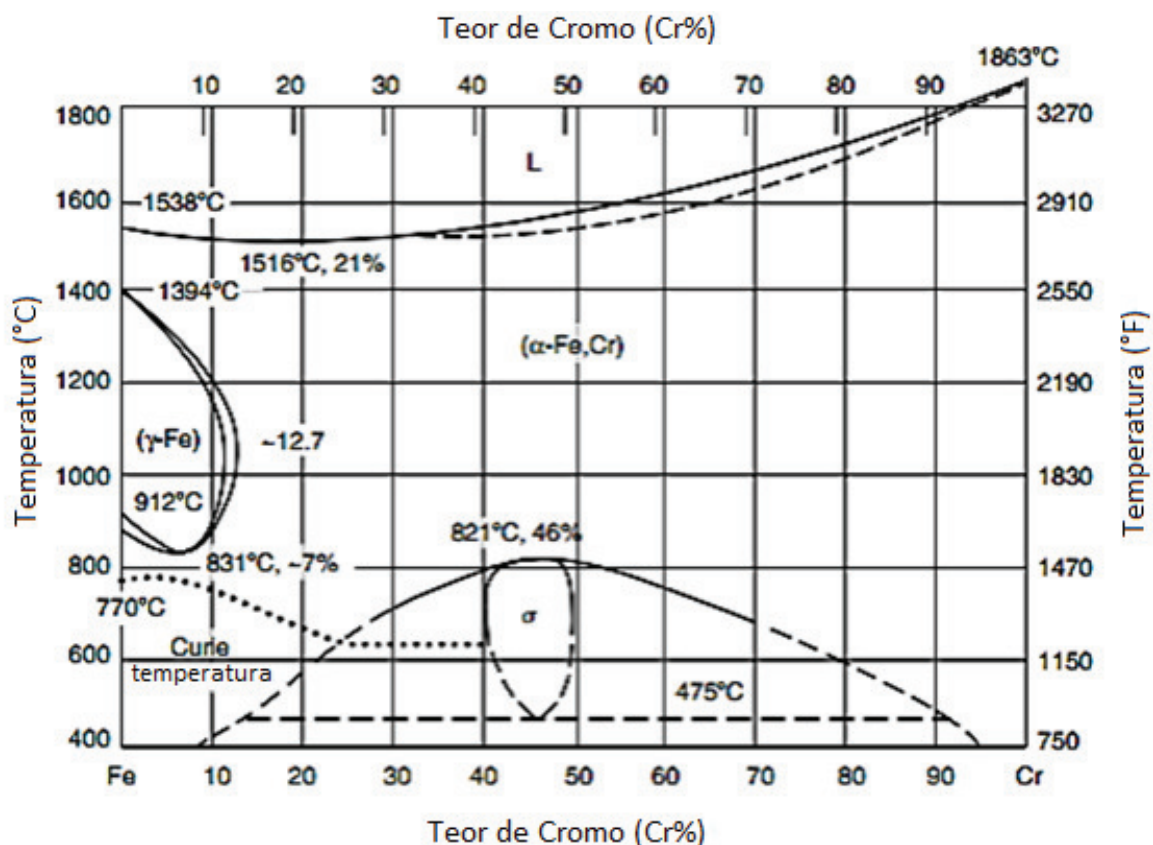


Figura 01 – Diagrama de fases Fe-Cr, adaptado da ref. [22].

Em geral, os aços inoxidáveis austeníticos têm boa ductilidade, conformabilidade e tenacidade. Neste caso, existe uma grande mudança nas propriedades mecânicas em relação aos ferríticos, mesmo em temperaturas abaixo de zero, propriedades que não dependem somente da matriz austenítica. Além disso, outras e numerosas fases podem estar presentes, tais como ferrita α , carbonetos, fases intermetálicas, nitretos, sulfetos, boretos, e até martensitas induzidas por deformação podem estar presentes na microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos. Veja o diagrama de fase na Figura 01. A quantidade, o tamanho, a distribuição e a forma daquelas fases têm influência marcante nas propriedades do material [23].

Estas propriedades possuem uma gama de aplicações. E isto explica porque o aço inoxidável austenítico é responsável por aproximadamente 70% da produção de aços inoxidáveis. Estas aplicações variam desde trabalhos à temperatura ambiente até em elevadas temperaturas (até 1150°C) e em baixíssima temperatura comparada a temperatura ambiente. Isto gera uma série de alternativas que dificilmente são conseguidas com outros materiais [24]. E devido às constantes

evoluções sofridas pelas indústrias petrolíferas, criogênicas e aeronáuticas, os avanços e as aplicações dos aços inoxidáveis não param de crescer.

O mais comum dos aços inoxidáveis austeníticos é o AISI 304L (18%Cr – 8%Ni), que tem excelente resistência à corrosão, ductilidade e soldabilidade.

Nas tabelas encontram-se a composição química dessa categoria (Tabela 1) além das propriedades físicas (Tabela 2) e mecânicas (Tabela 3) do material, respectivamente.

Tabela 1 - Composição química da liga AISI 304L[25]

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr	%Ni	%Si	%P	Fe
0,03	2,00	0,045	0,030	1,00	18-	8,00-	1,00	0,045	64,90
máx.	máx.	máx.	máx.	máx.	20,00	12,00	máx.	máx.	74,00

Tabela 2 - Propriedades físicas da liga AISI 304L[25]

Densidade	8000,00 kg.m ⁻³
Condutividade térmica:	16,2 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Módulo de elasticidade: ksi (MPa)	29.0x 10 ³ (200 x 10 ³) em tensão
Calor específico	500 (J.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Permeabilidade magnética:	Não Magnético
Ponto de fusão:	2550/2640°F (1400/1450°C)

Tabela 3 - Propriedades Mecânicas da liga AISI 304L[25]

Temperatura inicial de forjamento (°C)	1150 1260
Temperatura formação de carepa (°C)	840,00
Recozimento contínuo (°C)	1010 1120
Resfriamento	Rápido
Temperatura de têmpera (°C)	Não temperável
Soldabilidade	Otima

O aço 304L é um material com “grandes possibilidades em suas aplicações”. Pode ser encontrado em residências (em um garfo ou em uma panela, por exemplo) e também na indústria, em aplicações de grande responsabilidade. Por isso, outros elementos podem estar presentes, como o molibdênio, nióbio, titânio, nitrogênio, Alumínio dentre vários outros, em proporções que caracterizam a estrutura, propriedades mecânicas e o comportamento final para cada serviço [26].

Uma vez que esta dissertação se propôs investigar a deposição de cerâmica no aço inoxidável 304L, a próxima seção descreve, de forma resumida, as suas principais características do composto YBaCuO.

3.2. Considerações sobre as cerâmicas

As primeiras cerâmicas para revestimento arquitetônico só surgiram por volta de 500 a.C., permanecendo por vários séculos como materiais de uso restrito devido ao alto custo. Avanços no setor foram introduzidos pelos ceramistas italianos por volta de 1950 pela transformação dos processos de produção [27-28].

Segundo a Abceram (Associação Brasileira de Cerâmica), a definição para materiais cerâmicos compreende todos os materiais inorgânicos, não metálicos, obtidos geralmente após tratamento térmico em temperaturas elevadas.

As cerâmicas estão empregadas em diversos materiais, mas em 1986 a descoberta da cerâmica supercondutora trouxe novos desafios para comunidade

científica. Nesta classe de materiais, pode-se destacar a cerâmica YBaCuO, cujo fenômeno da supercondutividade ocorre para temperaturas abaixo de 94 K.

3.2.1. Cerâmicas de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

O composto $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ tem como característica marcante por ser do tipo perovskita. O material só exhibe o estado supercondutor se apresentar estrutura cristalina ortorrômbica [29], como mostrado na Figura 2. Outra característica desta cerâmica é a estrutura cristalina laminar devido aos planos CuO_2 .

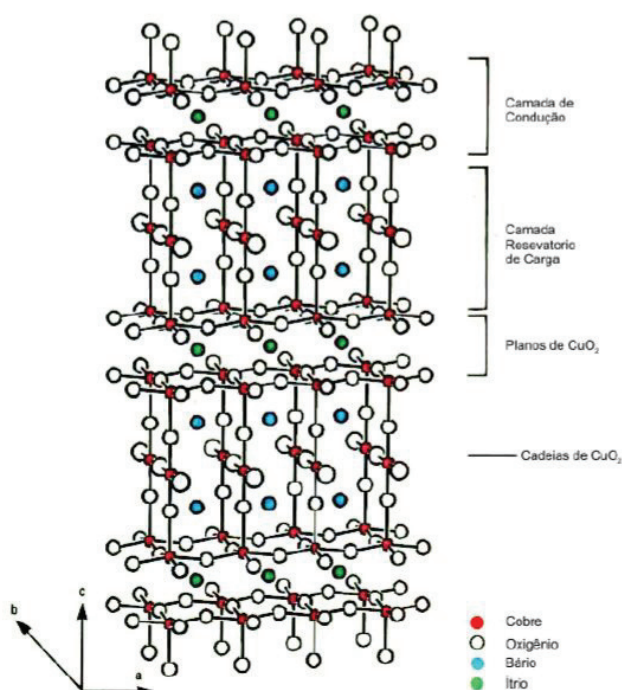


Figura 02 - Estrutura cristalina do YBaCuO.

Pelo modelo de transferência de carga, acredita-se que a supercondutividade ocorre predominantemente nos planos de CuO_2 . E as outras camadas fornecem de algum modo, portadores de carga ou um mecanismo de acoplamento necessário para a supercondutividade [29]. Com base nesta hipótese modelar-se as camadas de óxido de cobre (CuO_2) como sendo de camadas de condução e camadas de reservatório de carga.

O teor de oxigênio no $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pode variar em uma faixa de seis a sete átomos de oxigênio por célula unitária. Quando existem sete átomos de oxigênio por

célula unitária, os átomos de oxigênio estão completamente ordenados estruturalmente para formar as cadeias CuO_2 .

Quando os restantes átomos de oxigênio se tornam igualmente (e aleatoriamente) distribuídos entre estes dois locais, a estrutura se transforma de ortorrômbica a tetragonal. Um efeito da variação do teor de oxigênio durante a produção do composto é mudar o estado de oxidação dos átomos de cobre.

Outro efeito é a transferência de carga entre a camada de reservatório de carga e uma camada de condução, pois modificar a composição química da camada de reservatório de carga altera o número de transportadores na camada de condução através de um processo de transferência de carga.

3.3. Processo de junção

A junção entre dois materiais pode ser entendida como a união entre duas ou mais partes através da formação de ligações químicas, físicas ou mecânicas, ou ainda uma combinação destas [1]. Uma multiplicidade de materiais, tais como metais, cerâmicos, polímeros, madeira ou possíveis associações entre estes, podem ser submetidas a um processo de junção para serem empregadas como componentes para aplicações de engenharia.

A junção cerâmico-cerâmico é usada principalmente na produção de componentes de grande dimensão e com geometrias complexas. Algumas limitações surgem uma vez que quanto maior o volume da peça cerâmica, maior a probabilidade de existência de defeitos e menor a sua resistência mecânica e confiabilidade [1].

A importância do desenvolvimento de junções que resultem em componentes com elevada confiabilidade, pode ser dimensionada através da produção de implantes ortopédicos, revestimentos biocompatíveis, válvulas para coração e cateteres, onde a falha em uma junta resulta em risco de vida [1]. A confiabilidade está diretamente relacionada com a microestrutura da junta, assim como com os defeitos inerentes dos materiais de base e do metal de adição, no caso da brasagem [1].

Quando se deseja a produção de componentes híbridos com propriedades individuais ou aditivas destes materiais, utiliza-se do recurso da associação de

materiais cerâmicos e metálicos, resultando entre outros em materiais compostos, revestimentos cerâmicos em substratos metálicos e juntas metal/cerâmica.

Os métodos utilizados para produzir uniões envolvendo matérias cerâmicos podem ser classificados como: junção mecânica, junção indireta e junção direta.

Sendo:

- Junção mecânica utilizando parafusos, encaixe mecânico e braçadeira;
- Junção direta realizada através de processo de soldagem e difusão no estado e
- Junção indireta por processo de adesão e brasagem.

O esquema da Figura 3 resume tal classificação.

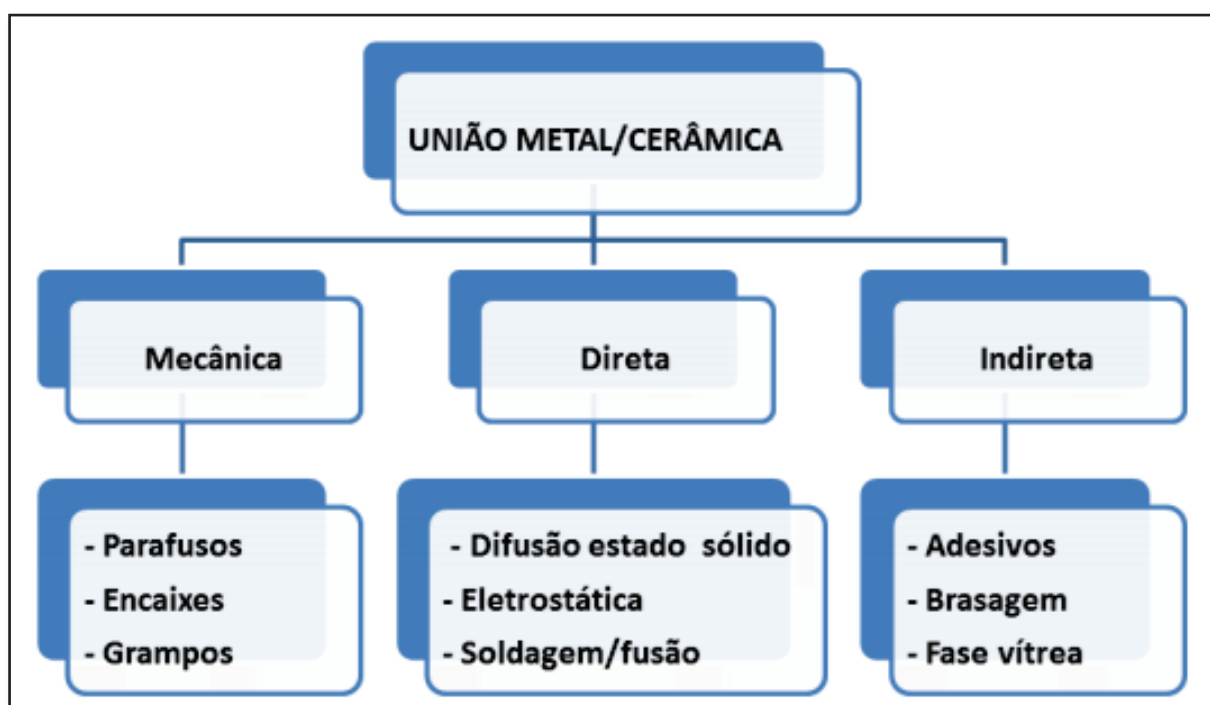


Figura 03 - Processo de união metal/cerâmica [30].

3.3.1. Junção mecânica

É o método mais simples de fazer a junção entre a cerâmica e o metal. Apresenta-se com custo bem reduzido e tem sido largamente utilizada em aplicações onde a resistência mecânica e as temperaturas sejam moderadas. Isto se explica porque a técnica de junção mecânica por ser realizada através de parafusos, encaixe mecânico e braçadeiras [31].

Outro exemplo de junção por encaixe mecânico tem concorrido com a brasagem é o da junção de turbinas de Si_3N_4 com eixos metálicos. Tal processo possibilita a redução do peso diminuindo a inércia do sistema e a possibilidade de trabalhar em temperatura mais elevadas consegue-se aumentar o rendimento e otimizar o consumo de combustível. O aperfeiçoamento dos rotores cerâmicos gerou inovações nas técnicas de junção metal/cerâmica. Uma das alternativas mais recentes é a associação do encaixe mecânico à soldagem por fricção, permitindo uma melhor refrigeração dos mancais e redução das tensões residuais associadas à união. Nesta técnica, uma luva metálica é unida ao rotor cerâmico por encaixe mecânico e o eixo é soldado na luva por fricção.

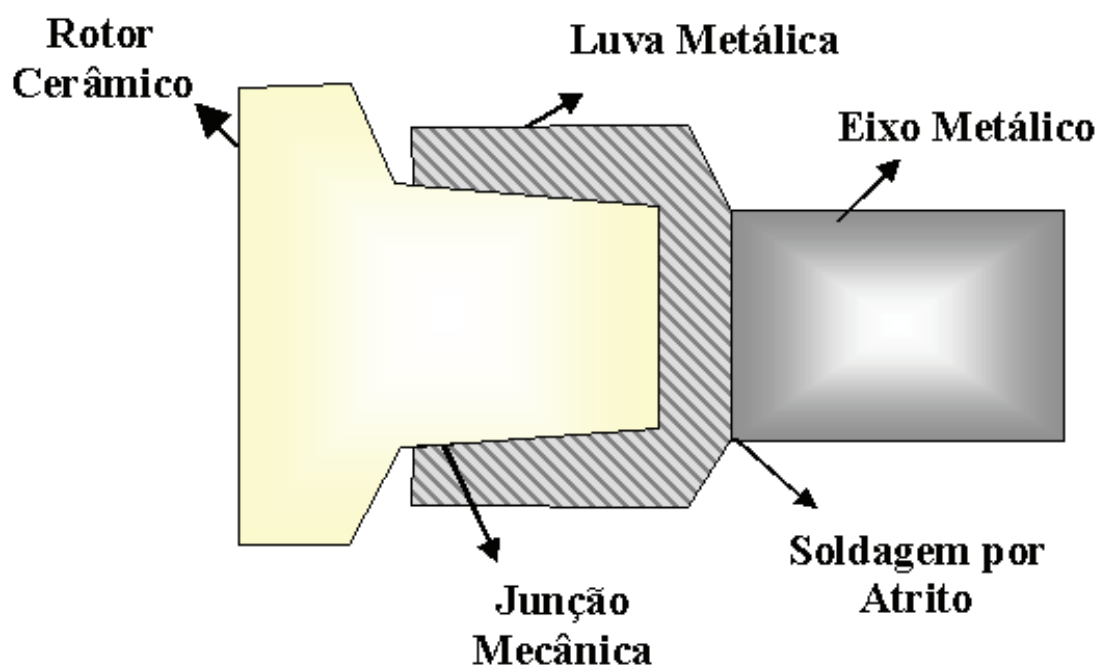


Figura 04 - Desenho esquemático da junção de um rotor cerâmico com um eixo metálico [32].

A finalidade final desta pesquisa de mestrado é dar subsídios para construção de um dispositivo limitador de corrente supercondutor. Assim é necessário descrever o limitador de corrente supercondutor e está descrito na próxima seção.

3.4. Limitadores

Limitadores de corrente são dispositivos capazes de atenuar, ou até mesmo, de bloquear picos de sobre corrente com rapidez suficiente para que os disjuntores

possam então atuar com segurança. Deste modo, a aplicação destes dispositivos apresenta-se como solução de longo prazo mais viável do que a recapacitação de uma subestação, mantendo e aumentando a estabilidade, a confiabilidade e a qualidade do fornecimento de energia elétrica, além de prolongar a vida útil dos equipamentos [33].

Limitador de corrente de curto-circuito à base de materiais supercondutores de alta temperatura crítica tem sido estudado por vários grupos de pesquisas e alguns já foram instalados em subestações para testes. Em especial, na UFES o grupo de pesquisa desenvolve trabalhos sobre esse assunto desde 2007 [33]. Tais limitadores são considerados uma das tecnologias mais promissoras dentre os limitadores de corrente de curto-circuito em desenvolvimento.

O princípio básico de funcionamento de um limitador de corrente de curto-circuito supercondutor reside nas propriedades da eletrocerâmica supercondutora. Materiais supercondutores apresentam resistência nula ($R = 0$) quando se encontram abaixo de uma temperatura crítica, a qual denominou T_c . Tais materiais ainda devem transportar densidades de correntes menores que um determinado valor (densidade de corrente crítica J_c) e não estarem expostos a campos magnéticos elevados (campo magnético crítico H_c). Caso algum destes três parâmetros seja superado, o estado supercondutor do material deixa de existir e o material passa a se comportar como um resistor ôhmico normal [13].

Considerando o parágrafo anterior, pode-se instalar um supercondutor em série com o sistema de alimentação elétrica de um sistema. Como sua resistência é nula em condições normais (com temperatura, corrente e campo magnético abaixo de seus valores críticos), ele não altera em nada o sistema. No caso de um curto-circuito, a corrente se eleva em até 15 vezes a nominal. Se o supercondutor for projetado para determinada corrente crítica abaixo desse valor de curto-circuito, instantaneamente o supercondutor se torna uma resistência ôhmica, dissipando a energia do curso em si mesmo, evitando o dano dos demais componentes do sistema [14]. Durante esse intervalo de tempo, um sistema de segurança mais lento (disjuntores, fusíveis e seccionadores) entra em ação isolando o sistema.

A vantagem de um limitador de curto-circuito supercondutor sobre disjuntores, fusíveis e chaves seccionadoras é que ele não se destrói após o curto circuito. Além disso, Seu acionamento é instantâneo, uma vez que depende apenas do estado físico da corrente. Não existem, até o momento, equipamentos que apresentem

resolução temporal para definir o tempo de retardo entre o aumento da corrente e o tempo de transição do estado supercondutor (resistência NULA) para o estado normal (resistência Ohmica NÃO NULA) de um supercondutor.

Por trabalhar em temperaturas baixas, esse tipo de limitador necessita de nitrogênio líquido. Até o século passado isso era tido como uma grande desvantagem. Porém, neste século surgiram diversos dispositivos criogênicos de baixo custo que viabilizaram o limitador de corrente de curto-circuito supercondutor.

4. METODOLOGIA

4.1. Preparação da cava no aço inoxidável AISI 304L

Chapa de aço inoxidável AISI 304L foi cortada com dimensões de 7×70×3 mm como representado na Figura 05. Com a finalidade de depositar a cerâmica no aço, foi necessário usinar uma cava.

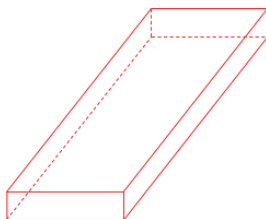


Figura 05 – Suporte mecânico de aço Inoxidável AISI 304L para servir de substrato para cerâmica YBaCuO.

A cava foi usinada em uma fresadora ferramenta Diplomat semiautomática modelo FVF 2000 conforme Figura 06.



Figura 06 - Fresadora universal ferramenta Diplomat semi-automática modelo FVF 2000.

Para ter melhor encaixe mecânico foram propostas três geometrias do perfil da cava, conforme mostra a Figura 07.

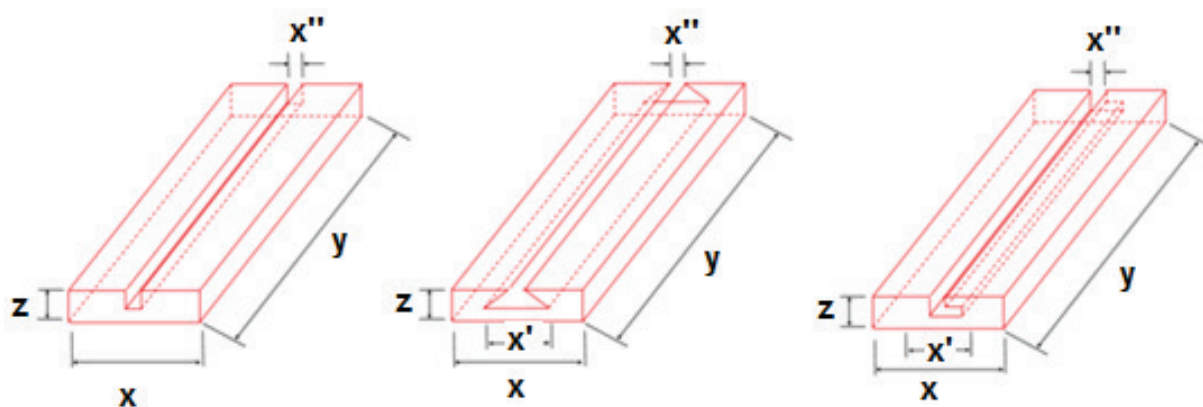


Figura 07 - Forma de fabricação do rasgo para o encaixe mecânico. Tipo I (“Paralelo”), Tipo II (“Rabo de Andorinha”) e Tipo III (“L”).

Dentre estas possibilidades de fabricação da cava, neste trabalho foi adotado o tipo I com o perfil de forma paralelo cuja largura foi de 2 mm de largura e a profundidade foi de 1,25mm . Para tal finalidade, foi adaptado o movimento da mesa da fresadora. Com isto foi possível retirar material através do processo de aplainamento, conforme mostra na Figura 08.

Para execução do processo de aplainamento, fixou-se uma ferramenta com dimensão de 2 mm de largura na porta ferramenta da fresadora universal e utilizado o avanço para mesa da fresadora. Assim, o equipamento executou o processo de aplainamento.

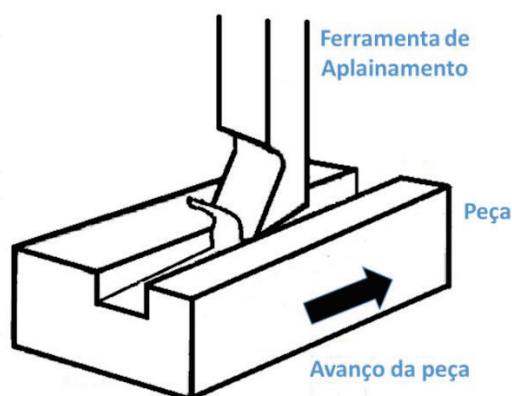


Figura 08 - Processo de aplainamento onde a peça de aço foi adaptada à mesa da fresadora.

O processo teve 50 passes de 0,025 mm e o avanço da mesa da fresadora controlado em 1 mm por segundo. Depois deste processo de usinagem obteve-se o substrato com dimensões à conforme a Figura 09.



Figura 09 - Substrato após processo de fabricação (dimensões em escala de milímetro).

E finalmente, o substrato de aço foi submetido a um ataque por ácido sulfúrico (H_2SO_4) por 30 min. O substrato foi lavado em água corrente e secado em uma mufla a $100^\circ C$.

4.2. Deposição da cerâmica no substrato

Para deposição da cerâmica no substrato, utilizou-se a cerâmica $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ e o processo de preparação foi aquele como descrito por Rouver 2013 [29]. Em primeiro lugar, é feita a mistura de 0,5 mol de Y_2O_3 , 2 moles de $BaCO_3$ e 3 moles de CuO e pastilhada sobre uma pressão uniaxial de 1,0 ton. Em seguida, a pastilha foi submetida a um tratamento térmico de 24 horas em um patamar de $950^\circ C$ sob fluxo de oxigênio de $0,108 m^3/s$. O forno foi resfriado numa taxa de $48^\circ C/h$ até $400^\circ C$ onde a cerâmica foi mantida por 24 horas. O processo é finalizado com resfriamento num período de 20 horas. Foi utilizado um forno mufla com tubo de alumínio transpassado e com microprocessador da Marca EDG e modelo F-7000 10P (ver Figura 10).



Figura 10 - forno mufla com tubo de alumínio transpassado e com microprocessador, Marca: EDG Modelo F-7000 10P, com Tensão de trabalho 220V.

Após o tratamento térmico, a pastilha foi macerada, passada em peneira com granulometria de $165\ \mu\text{m}$ e depositada no substrato (aço). Após a sequência no processo de deposição do filme e amostra de aço com a cerâmica depositada fica conforme a Figura 11.



Figura 11 - Amostra de aço inoxidável AISI 304L com deposição da cerâmica $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Esta amostra foi então submetida a um tratamento térmico para adesão do pó cerâmico ao substrato. O forno foi ligado e quando atingiu a temperatura de 1040°C (ponto de fusão da cerâmica), a amostra foi introduzida no forno por 20 minutos sob

fluxo de oxigênio de 0,108 m³/s. Em seguida, a amostra foi retirada do forno e resfriou em um dessecador de vidro com sílica gel.

4.3. Técnicas de caracterização

4.3.1. Difração de raios X

Para averiguação da qualidade de uma amostra é a análise de difração de raios X. O procedimento adotado aqui foi para avaliar a(s) fase(s) presente(s) na amostra e comparar o difratograma de raios X com uma base de dados cristalográficos.

O equipamento usado foi o difratômetro de raios X D2 PHASER – Bruker modelo D8 *advance*, pertencente ao Laboratório de Caracterização da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória. A varredura 2θ de 10° a 100°, o incremento foi de 0,02° e tempo de 1 segundo e radiação Cu-K α .

4.3.2. Espectrometria de fluorescência raios X

A composição química (% em massa) do aço inoxidável 304L foi realizada através do espectrômetro de emissão óptica da marca Oxford Instruments, modelo *Foundry-Master Pro*, localizado no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo (IFES), campus Vitória.

4.3.3. Microscópio eletrônico de varredura

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizadas neste trabalho foram obtidas em um microscópio eletrônico JEOL JEM-1400 (Figura 12), disponível no Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins (LUCCAR) – UFES.



Figura 12 - Microscópio eletrônico JEOL Modelo JSM 6610 LV, do Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins- LUUCAR, Centro de Ciências da Saúde - UFES.

4.3.4. Susceptibilidade magnética

As amostras analisadas através de difratometria de raios-X foram submetidas a medida de suscetibilidade magnética AC. As curvas de suscetibilidade magnética AC em função da temperatura foram obtidas através do aparato experimental que se encontra resumido na Figura 13. A medida da temperatura foi feita por um multímetro *Hewlett Packard* – HP 34401A. O *Lock in Amplifier* utilizado foi da marca 5210 EG&G *Princeton Applied Research*. O amperímetro utilizado foi um da marca Kethley, modelo 196 System DMM. Em todas as medidas empregou-se um sinal de excitação AC de 440Hz e um campo magnético aplicado de 5 A/m.

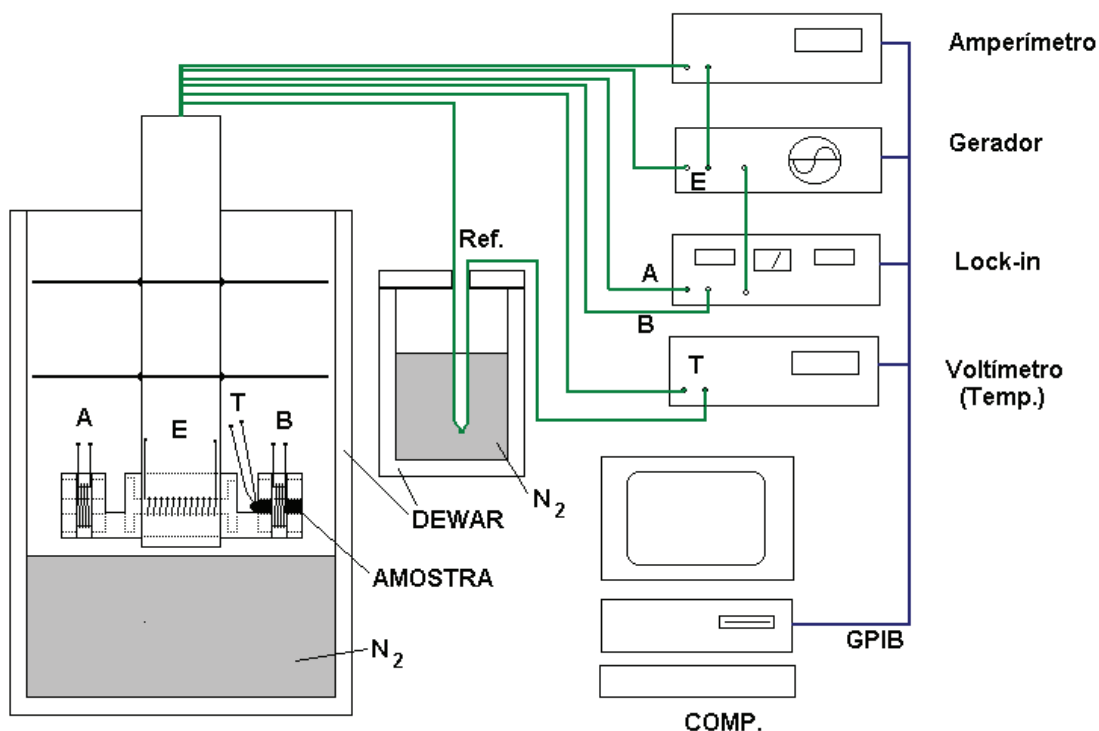


Figura 13 - Arranjo experimental para realização das medidas de susceptibilidade magnética AC, onde foi utilizado um sinal de excitação de 4,23 kHz . Figura adaptada de ref [33].

4.3.5. Difusividade Térmica

O método de medição de difusividade térmica utilizado neste estudo foi o método flash laser desenvolvido por Parker et al. [34]. Ele é baseado na solução analítica da equação de difusão térmica unidimensional [35]. O método consiste na utilização de uma amostra cilíndrica, submetida a condições adiabáticas, a qual recebe um pulso de laser inicial em uma das faces. Na face oposta é medida a variação no perfil de temperatura e obtida uma curva de temperatura experimentalmente. A partir daí, é possível determinar a espessura da amostra e o tempo necessário para que o aumento de temperatura na face posterior da amostra atinja a metade do seu valor máximo, cujos valores serão utilizados em uma fórmula sugerida por Parker et al. [34] para a determinação da difusividade térmica do material estudado.

$$\text{Difusividade térmica} = \frac{\text{Capacidade de conduzir calor}}{\text{Capacidade de armazenar calor}}$$

As medidas de difusividade térmica foram realizadas no Laboratório PRESLAB/UFES com temperaturas fixas e conhecidas. A seguir, encontram-se as especificações dos equipamentos utilizados na bancada experimental para a realização da medida de difusão térmica através do Método Flash:

- Laser de dióxido de carbono (CO_2) e perfil gaussiano. É responsável pela emissão do pulso de energia sobre a superfície da amostra. Possui comprimento de onda igual a $10^{-6} m$ de intensidade $10\sqrt{2} w/m^2$ e diâmetro igual $1 mm$.
- Termopar responsável por realizar a análise da variação de temperatura. É do tipo J, para intervalos de $0\text{ }^{\circ}C$ a $480\text{ }^{\circ}C$.
- Placa amplificadora responsável por amplificar o sinal vindo do termopar e enviá-lo ao computador. Modelo BD T422. Possui relação de amplificação 1/1000. O sinal é convertido por um conversor modelo PCI 711 AD 8 bits que opera com uma variação de tensão de $\pm 5 V$.
- Computador da marca IBM, é utilizado para aquisição dos dados e confecção do gráfico: diferença de potencial x tempo. O programa utilizado é o DIFU 3A, produzido pelo Laboratório de altas pressões – PRESLAB, da Universidade Federal do Espírito Santo – UFES. O esquema da bancada está esquematizado na Figura 14.

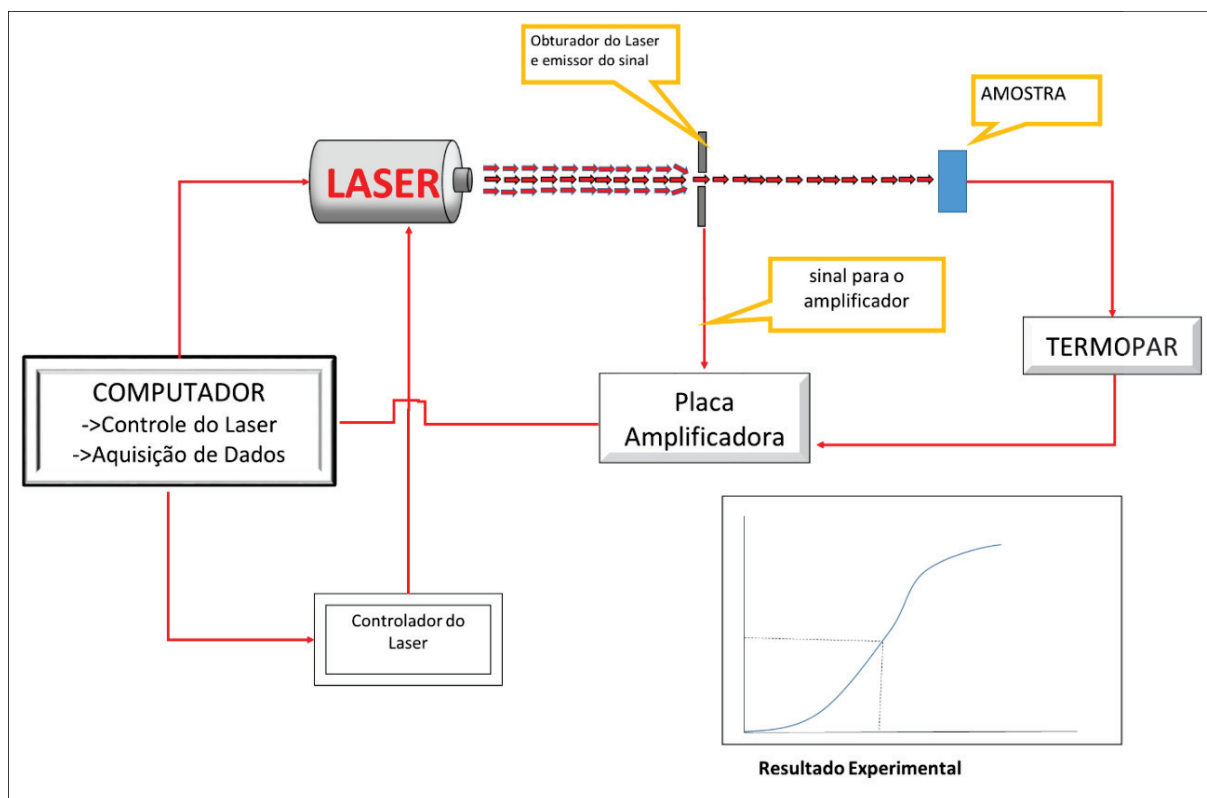


Figura 14 - Esquema da bancada de medição para determinação de propriedades termo física através do método flash de laser do PRESLAB – UFES.

5. RESULTADOS E DISCURSÃO

5.1. Difração de raios X para o substrato

O substrato (sem a cava) foi submetido à difração de raios X e o resultado está mostrado na Figura 15, destacando as fases encontradas.

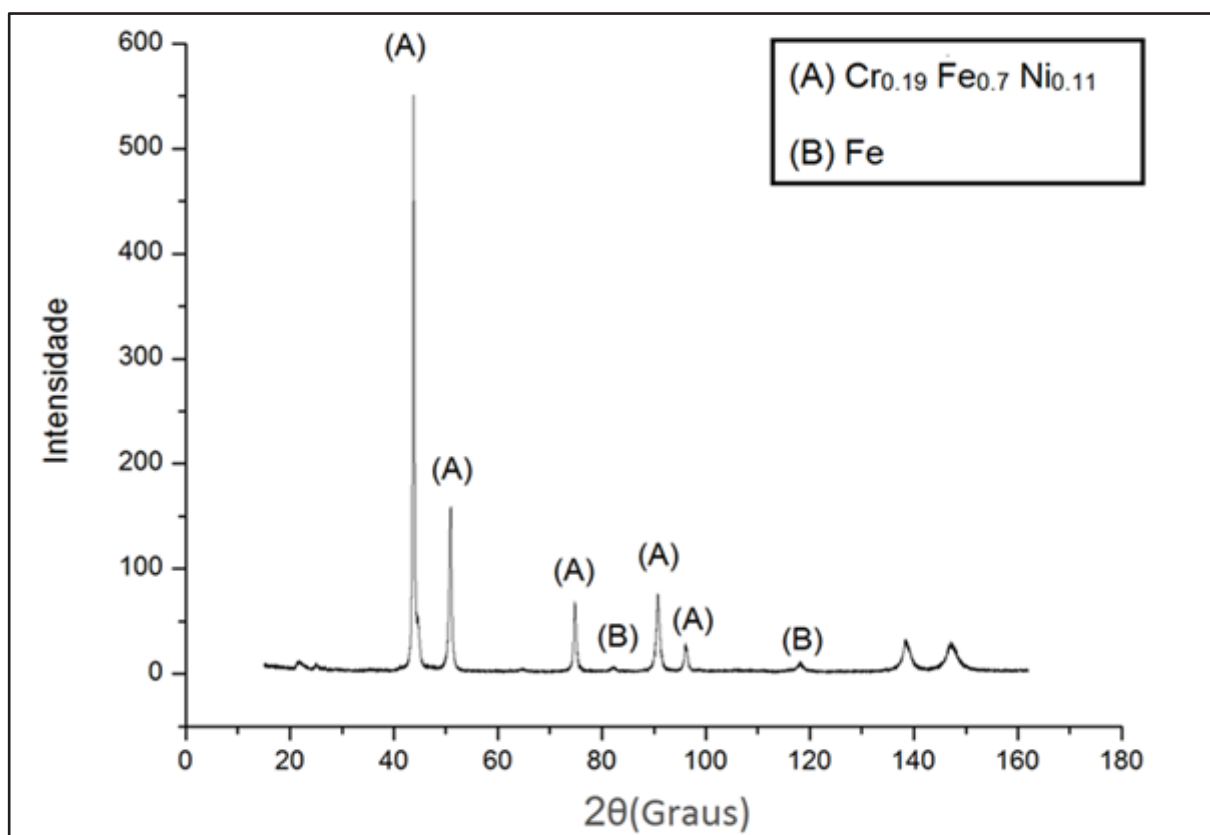


Figura 15 - Difratograma de raios X para a amostra de aço inoxidável AISI 304L.

A identificação das fases presentes em cada pico de difração foi feita pela comparação dos ângulos e intensidades dos espectros experimentais com a base de dados do programa PCPDF Win 2.1 (*Powder Diffraction File* - 1996) [36]. As fichas PDF utilizadas foram as seguintes:

1. Ficha 33-397 para identificar a composição $\text{Cr}_{0.19}\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.11}$;
2. Ficha 6-696 para identificar a composição Fe

5.2. Espectrometria de fluorescência de raios X

O substrato (sem a cava) também foi submetido à espectrometria de Fluorescência de raios X com finalidade de se conhecer a composição do aço AISI 304L. O resultado indica que composição está de acordo com aquela informada pelo fabricante. Os dados estão resumidos na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição química da liga AISI 304L.

%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Cr	%Ni	%Mo	%P	%Fe
0,0381	1,12	0,0230	0,007	0,344	18,3	8,92	0,0569	0,0230	70,8

5.3. Difusividade térmica do aço como recebido

A análise de difusividade térmica a seguir apresenta os resultados dos experimentos realizados com a metodologia desenvolvida nesta dissertação de mestrado.

De modo a obter um parâmetro para os resultados, foi feita uma comparação entre o valor de difusividade térmica calculada através de dados fornecidos pelo fabricante do material e aquele obtido a partir do ensaio de difusividade térmica do aço inoxidável AISI 304L na condição conforme recebido (amostra CR). Na Tabela 2 (seção 3.1) estão os dados do material fornecidos pelo fabricante.

Considerando que a difusividade térmica de um dado material é a razão entre sua capacidade de conduzir calor e sua capacidade de armazená-lo, ou seja:

$$\alpha = \frac{\kappa}{\rho \cdot C_p}, \quad (5.1)$$

Onde:

α é a difusividade térmica;

κ é a condutividade térmica;

ρ é a densidade do material;

C_p é o calor específico

Substituindo os valores da Tabela 2 na equação 5.1, obtém-se o seguinte valor calculado para o substrato sem a cava:

$$\alpha_{cal} = \frac{16,2}{8000.500}$$

$$\alpha_{cal} = 4,05.10^{-6} \frac{m^2}{s}.$$

Depois disto, o substrato foi submetido à medida de difusividade térmica. O resultado está apresentado na Figura 16. Através deste gráfico foram anotados os valores dos tempos inicial e final de aplicação do pulso e a variação da temperatura. E partir daí, foi determinado o tempo no qual a temperatura na face oposta atinge metade de seu valor máximo, ou seja, $t_{1/2}$. Com auxílio de um paquímetro, foi obtida a espessura do substrato. É importante ressaltar que, para a correção dos efeitos de pulso finito, em todas as equações foi utilizado o valor de $\tau = 1,19573357$. Além disso, foi adotado que $\pi = 3,14159$.

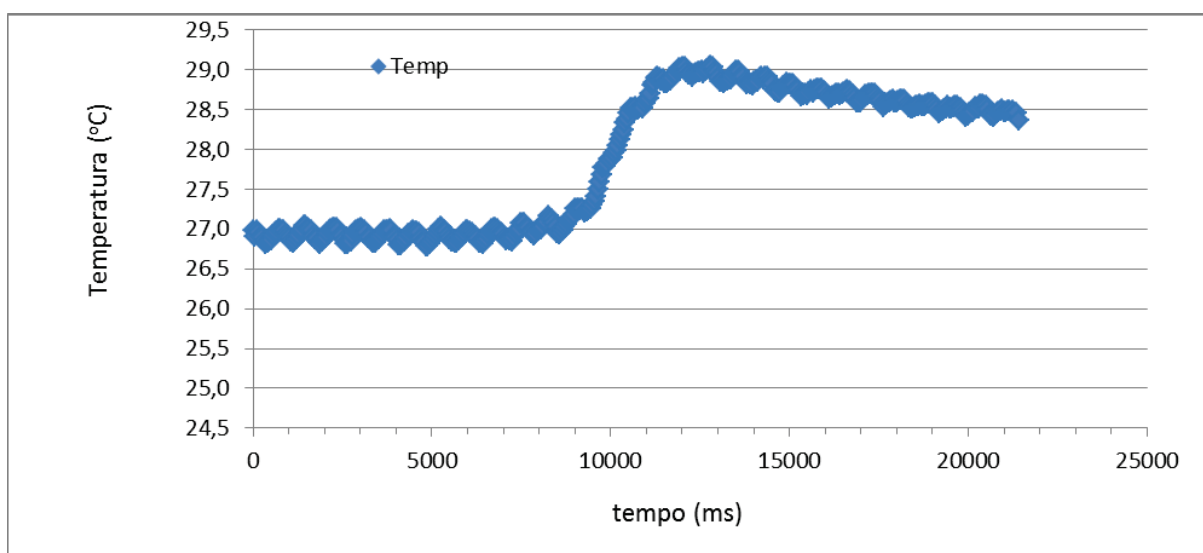


Figura 16 – Comportamento da temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.

Para o cálculo da difusividade térmica foi usado os seguintes dados: $t_{final} = 11,781s$ e $t_{inicial} = 9,329s$, a espessura do substrato $l = 3,025$ mm. Então, a difusividade térmica é:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 2,452 s \rightarrow t_{1/2} = 1,226s$$

$$\alpha_{exp} = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}}, \quad (5.2)$$

$$\alpha_{304L} = \frac{1,38 \cdot 0,003025^2}{\pi^2 \cdot 1,226} = 1,044 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}.$$

De acordo com a norma ASTM E 1461 - 01 [37], para pulsos triangulares, a correção do valor da difusividade térmica pode ser obtido através da equação:

$$\alpha_{304L} = \frac{K_1 \cdot L^2}{K_2 \cdot t_x - \tau}, \quad (5.3)$$

O t_x é o tempo para um aumento de $x\%$ da temperatura e K_1 e K_2 são constantes de correção tabelados na norma ASTM E 1461 -01[37]. Portanto, a difusividade térmica α para o substrato com correção para o efeito de tempo finito de pulso é,

$$\alpha_{304L} = 4,1 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\text{Erro} = 4 \times 10^{-7}.$$

Comparando os resultados da difusividade térmica, pode-se concluir que os valores são equivalentes. Isso valida não só os resultados subsequentes, como também a eficácia do método flash laser.

5.4. Caracterização da cerâmica

5.4.1. Difração de raios X da cerâmica

Os difratogramas de raios X foram feitos em um aparelho de marca Rigaku, modelo Ultima IV, cuja radiação é $CuK\alpha$ e $\lambda = 0,15419$ nm. As amostras foram maceradas em gral de ágata e peneiradas, cujo diâmetro da trama era $100 \mu m$. Os parâmetros do equipamento estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Dados do ensaio de difração de raios X.

Fonte de radiação	$CuK\alpha$
Comprimento de onda médio ($\bar{\lambda}$)	0,15419 nm
Tensão (U)	40kV
Corrente (i)	20mA
Faixa de varredura	4° e 140° (2θ)
Fendas de divergência	$1/2^\circ$
Fendas de divergência horizontal	10 mm
Fenda de espalhamento	$1/2^\circ$
Fenda receptora	0,3 mm

Os resultados da difração de raios X da cerâmica está apresentado na Figura 17 e é destacado as fases encontradas.

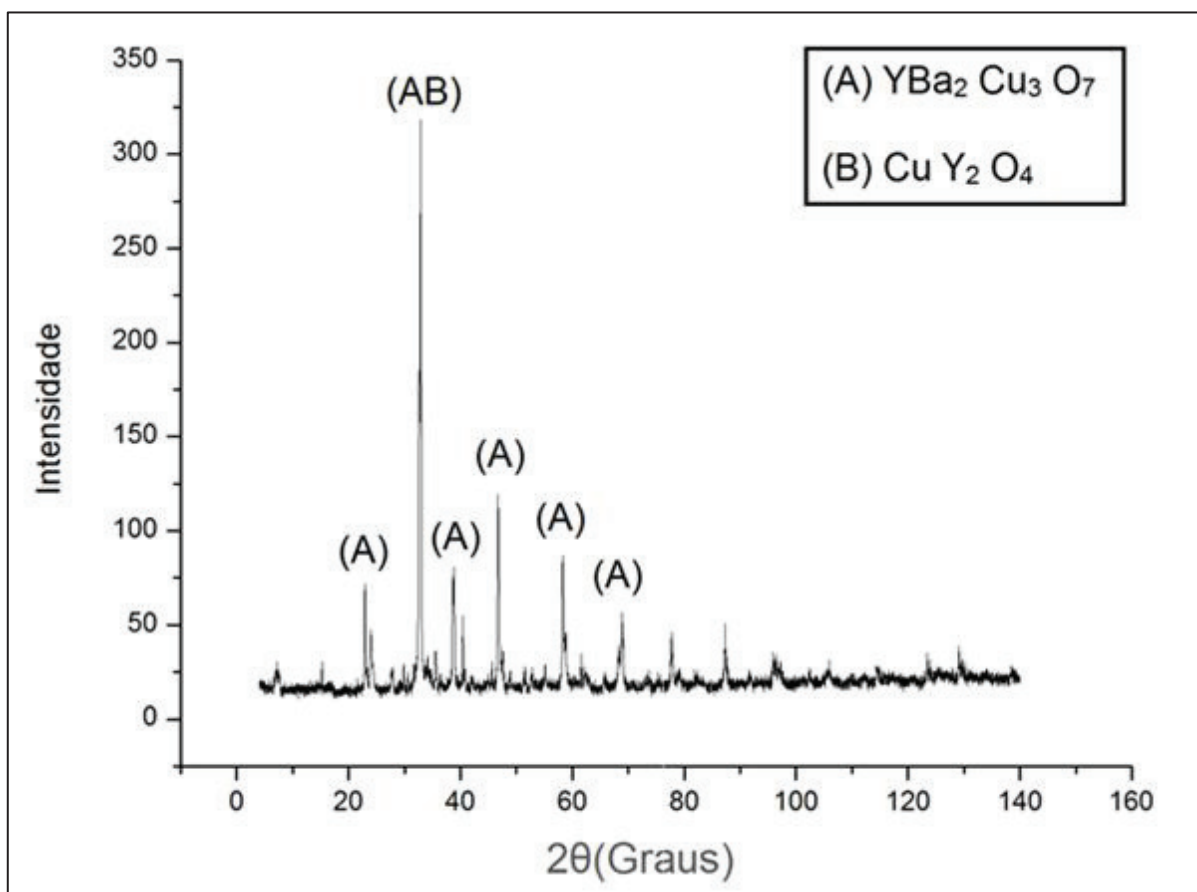


Figura 17 - Difratoograma de raios X para a amostra $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

A identificação das fases presentes em cada pico de difração foi feita pela comparação dos ângulos e intensidades dos espectros experimentais com a base de dados do programa PCPDF Win 2.1 (*Powder Diffraction File* - 1996) [36]. A ficha PDF utilizada foi a seguinte:

1. Ficha 39-1434 para identificar a composição $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6,56}$;
2. Ficha 46-622 para identificar a composição $\text{Cu Y}_2\text{O}_4$.

5.4.2. Medida de susceptibilidade magnética AC da cerâmica

As medidas de susceptibilidade magnética foram realizadas no susceptômetro AC (Fig. 05) construído na UFES [33]. Os testes utilizaram um campo magnético aplicado AC de intensidade de $H_a=5\text{A/m}$, frequência de 440 Hz. O resultado confirmou uma transição única, com $T_c = 92\text{K}$ e largura de transição de 5K, com uma blindagem magnética de 98%.

5.4.3. Difusividade térmica da cerâmica como recebida

Uma vez que a cerâmica foi produzida conforme os parâmetros de síntese de Rouver [29] (Amostra B), é útil comparar os valores de difusividade térmica encontrado naquele trabalho com a cerâmica supercondutora utilizada neste trabalho. É importante ressaltar que no presente trabalho foi usado o mesmo equipamento e as mesmas condições para a medida de difusividade térmica. No trabalho de Rouver [29] a difusividade térmica foi de $\alpha_{Rouver} = (1,0 \pm 0,3) \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$.

No presente caso, a cerâmica apresenta espessura $l = 1,845 \text{ mm}$. Mais uma vez é importante ressaltar que foi realizado a correção dos efeitos de pulso finito para o cálculo da difusividade térmica onde, $\tau = 0,044$. Além disso, foi adotado $\pi = 3,14159$. O comportamento encontra-se na Figura 18.

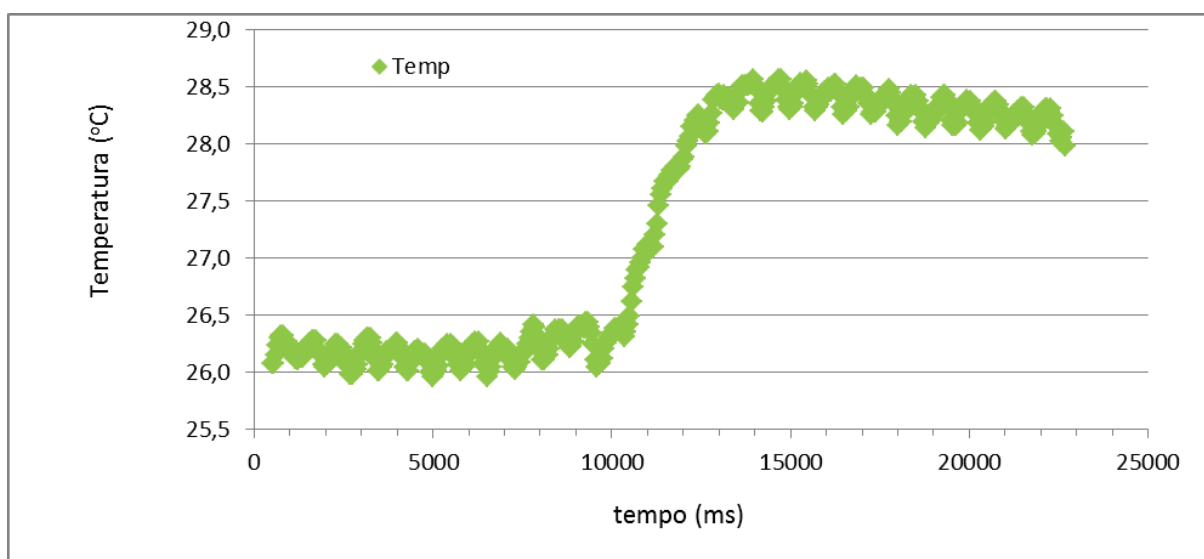


Figura 18 - Comportamento da temperatura da face oposta da amostra cerâmica como preparada.

Analisando o gráfico, temos que $t_{final} = 15,096 \text{ s}$ e $t_{inicial} = 9,843 \text{ s}$. Sabe-se que a espessura da amostra l é igual a $0,001845 \text{ m}$. Então, difusividade da cerâmica $\alpha_{\gamma\text{BaCuO}}$ é:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 5,253 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 2,6265 \text{ s}$$

$$\alpha_{yBaCuO} = \frac{1,38 \cdot l^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,001845^2}{\pi^2 \cdot 2,6265} = 1,812 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

Já os valores da difusividade térmica obtidos para a amostra pela Equação de correção Eq 5.3, ou seja, com correção para o efeito de tempo finito de pulso, seguem.

$$\alpha_{yBaCuO} = 1,8 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 4 \times 10^{-8}$$

Comparando o resultado do experimento àquele obtido pelo cálculo baseado nos dados obtido pelo experimento anterior [29], e reforçando que ambos os valores foram obtidos para o mesmo material – Cerâmica $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ nas condições de produção - é possível notar que os valores encontrados são equivalentes.

5.5. Caracterização da junção

5.5.1. Microscopia eletrônica de varredura - MEV

Para auxiliar a análise dos resultados, foram definidas três regiões distintas do da junção: 1, 2 e 3. Nestas regiões foram realizadas as micrografias no centro da cava, do lado direito e do lado esquerdo. As micrografias obtidas da região 2 estão nas figuras 19, 20, 21 e 22. As demais regiões serão omitidas uma vez que não há diferenças significativas.

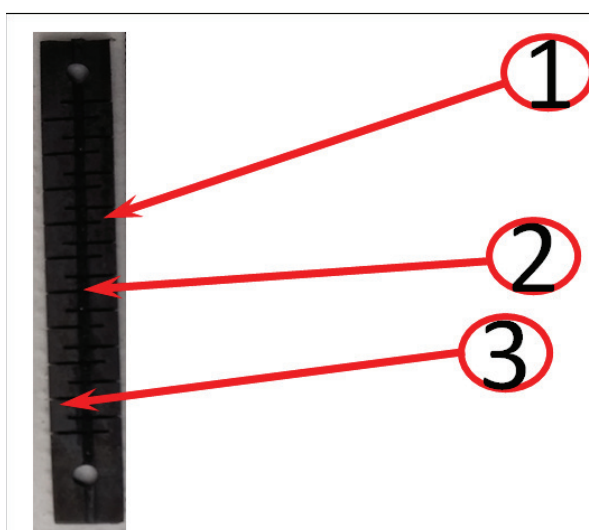


Figura 19 - Definição das regiões onde foram obtidas as imagens de MEV.

Pode ser observado que a região do aço foi recoberta com a cerâmica. A região central da cava revelou a microestrutura típica da cerâmica YBaCuO com grãos orientados randomicamente e poros.

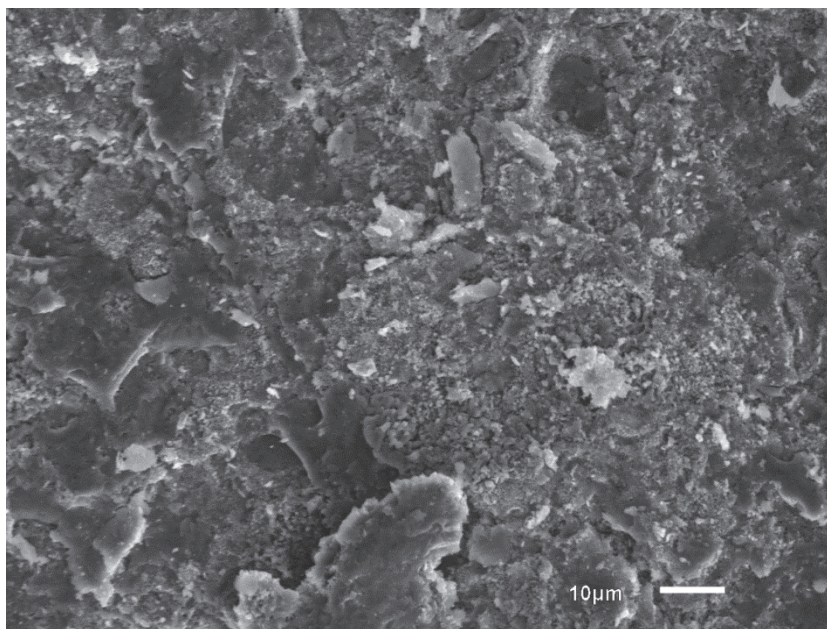


Figura 20 - Imagem obtida no ponto 2 do lado esquerdo da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

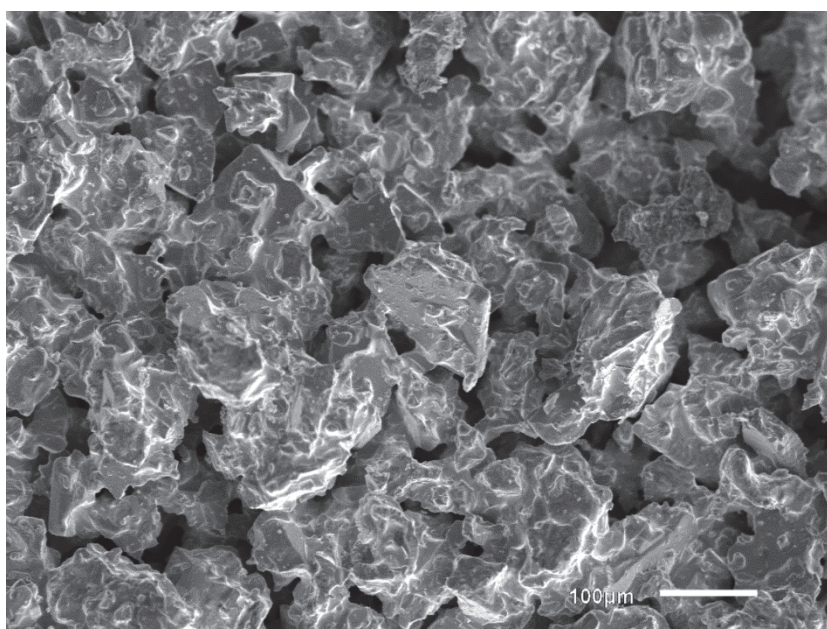


Figura 21 - Imagem obtida no ponto 2 na região central da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

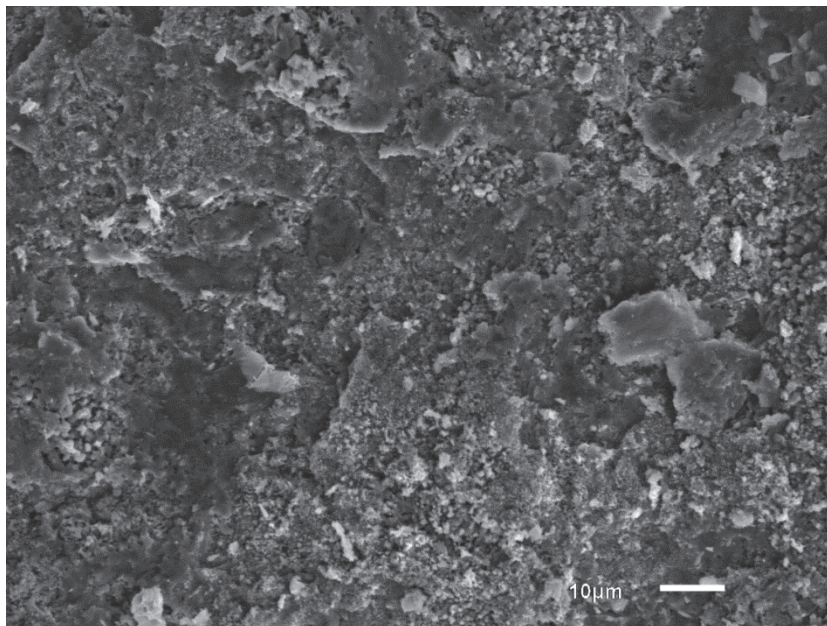


Figura 22 - Imagem obtida no ponto 2 do lado direito da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

5.5.2. Difração de raios X da junção

O difratograma de raios X foi feito seguindo os mesmos parâmetros anteriores. Mas foi necessário reduzir a área de iluminação do feixe para atingir somente a cava. O resultado encontra-se na Figura 23.

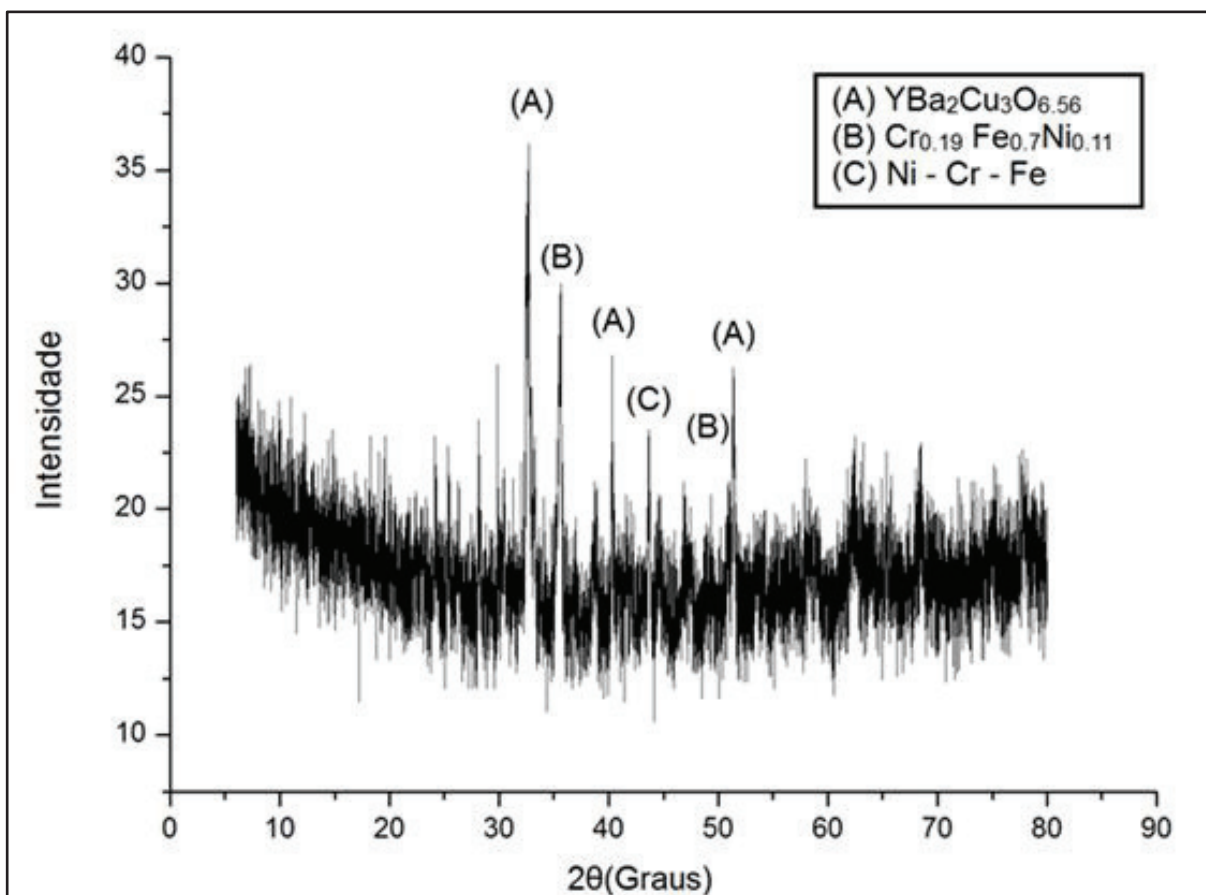


Figura 23 - Difratoograma de raios X para a amostra de Aço inoxidável AISI 304L com deposição da Cerâmica $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

O resultado revelou que a cerâmica manteve a estequiometria, mas há outras fases que estão relacionadas ao aço. O ruído é relevante nesta medida tendo em vista a pequena área efetiva iluminada da cerâmica. Isso se deve ao fato que para iluminarmos somente a cerâmica tivemos que colimar o feixe, diminuindo intensidade do sinal e aumentando o ruído. Mesmo com essa maior colimação do feixe, provavelmente o feixe atingiu além da cava e revelou a estrutura do aço inoxidável AISI 304L e tivemos ainda a adição do sinal oriundo do material cerâmico que se difundiu sobre o metal.

5.5. Difusividade térmica junção metal/cerâmica

O sistema metal/cerâmica foi também submetido à medida de difusividade térmica e segue a mesma metodologia. O resultado perfil de temperatura em função do tempo está na figura 24.

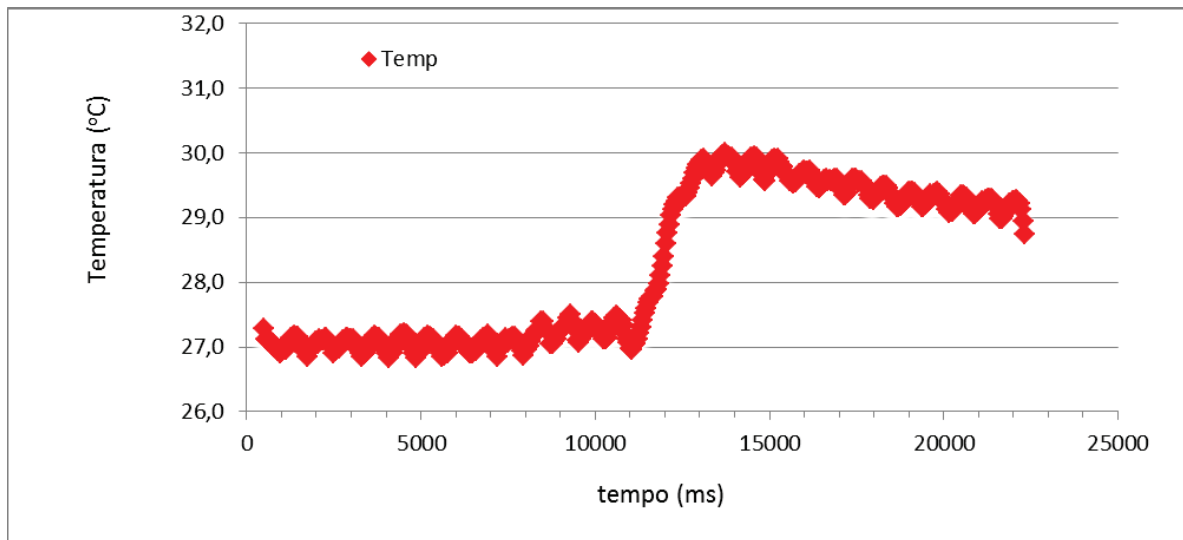


Figura 24 - Comportamento da temperatura da face oposta da amostra em função do tempo de experimento para a amostra de material conforme recebido.

Analisando o gráfico, tem-se que $t_{final} = 12,954s$ e $t_{inicial} = 11,322s$. Sabe-se que a espessura da amostra l é de $0,003025$ m. Então:

$$\Delta t = t_{final} - t_{inicial} = 1,632 \text{ s} \rightarrow t_{1/2} = 0,816s$$

$$\alpha_{YBaCuO+304L} = \frac{1,38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{1/2}} = \frac{1,38 \cdot 0,003025^2}{\pi^2 \cdot 0,816} = 1,568 \times 10^{-6} \text{ m}^2/s$$

Já os valores da difusividade térmica α obtidos para a amostra pela Equação de correção Eq 5.2, ou seja, com correção para o efeito de tempo finito de pulso, seguem.

$$\alpha_{YBaCuO+304L} = 1,7 \times 10^{-6} \text{ m}^2/s$$

$$Erro = 2 \times 10^{-7}$$

5.5.3. Análise da difusividade da junção metal/cerâmica

Para avaliar a difusividade térmica da junção metal/cerâmica formulou-se aqui a hipótese da aditividade sem a interferência dos compostos. Sendo assim, realizou-se uma avaliação da difusividade térmica esperada para a junção metal/cerâmica

aqui fabricada. Para efetivar essa avaliação deve-se analisar a seguinte proporção mostrada na figura 25.

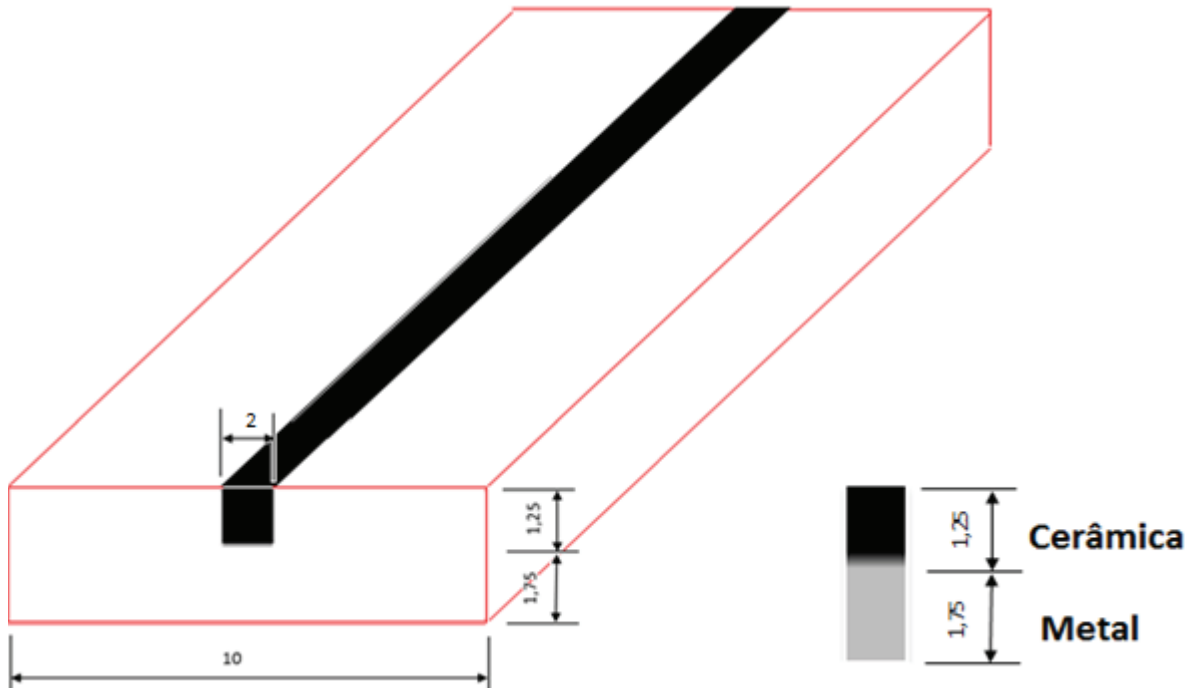


Figura 25 - Representação da amostra com material cerâmico depositado (dimensões em milímetros).

Levando em consideração a hipótese da aditividade sem a interferência dos compostos, estima-se a difusividade teórica da junção metal/cerâmica, de acordo com a seguinte equação.

$$\Lambda_{YBaCuO+304L} = A \cdot \alpha_{yBaCuO} + B \cdot \alpha_{304L} \quad (5.4)$$

Sendo os valores de $A=1,25/3$ e $B=1,75/3$ como os fatores de proporcionalidade associado a cada material.

$$\Lambda_{YBaCuO+304L} = A \cdot \alpha_{yBaCuO} + B \cdot \alpha_{304L}$$

$$\Lambda_{YBaCuO+304L} = \frac{1,25}{3} \cdot 1,8 \times 10^{-7} + \frac{1,75}{3} \cdot 4,05 \times 10^{-6}$$

$$\Lambda_{YBaCuO+304L} = 2,58 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

$$Erro = 2 \times 10^{-7}$$

Portanto, o valor da junção obtido através da hipótese da aditividade sem a interferência dos compostos foi de:

$$\Lambda_{YBaCuO+304L} = 2,6(2) \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$$

Os valores encontrados através da análise da difusividade térmica estimada e medida da junção metal/cerâmico encontra-se desenhado no gráfico a seguir.

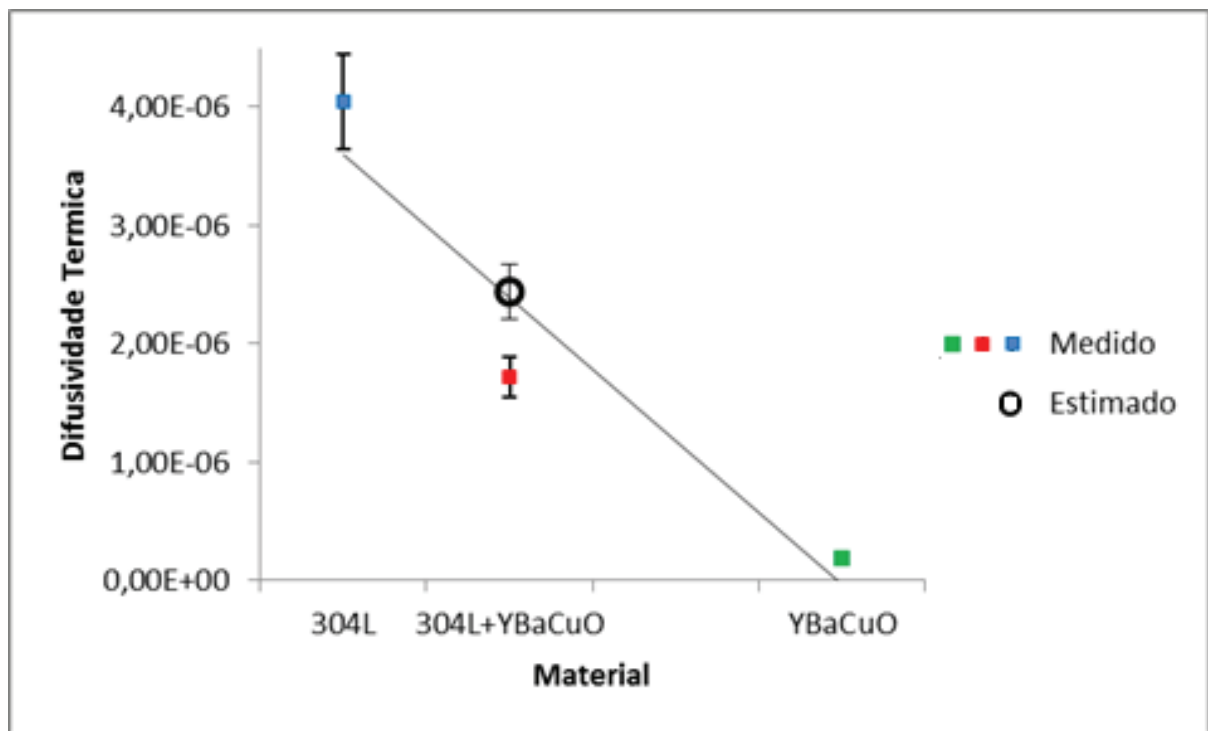


Figura 26 - Difusividade térmica das amostras analisadas.

A partir da análise da Figura 26, podem ser feitas as seguintes observações que seguem abaixo devidamente pontuadas.

A junção metal/cerâmica apresentou uma difusividade térmica de $1,7(2) \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ e levando em consideração que era esperado uma difusividade térmica de $2,6(2) \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$, tem que o experimento alcançou valores próximos ao estimado.

Levando-se em conta que a análise foi realizada a uma pequena distância do centro da amostra, 3 mm, nota-se que o valor encontrado é ainda bem menor que aquele encontrado para o metal base, porém um pouco superior da amostra

cerâmica. Com base nisso, é possível inferir que, ainda na junção metal/cerâmica, as alterações microestruturais causadas pela junção e processo de inserção da cerâmica no metal base são tamanhas que resultam em um valor de difusividade térmica baixo.

Dentro do esperado o junção metal/cerâmica apresentou difusividade proporcional em comparação ao metal base AISI 304L e a cerâmica YBaCuO.

Tais constatações se tornam mais explícitas quando retomamos a definição de difusividade térmica. É considerado que, para um dado material:

$$\text{Difusividade térmica} = \frac{\text{Capacidade de conduzir calor}}{\text{Capacidade de armazenar calor}} \quad (5.5)$$

Em outros termos,

$$\alpha = \frac{\kappa}{Q} = \frac{\kappa}{\rho \cdot C_p} \quad (5.6)$$

Considerado os resultados obtidos, é visto que a difusividade térmica aumentou em comparação a amostra de cerâmica no estado conforme recebido. Um acréscimo em α , na equação acima, pode ser interpretado como decorrente de ganho da capacidade de conduzir calor, ou mesmo como uma redução em sua capacidade térmica. Sabe-se que a capacidade térmica Q é função tanto da massa específica quanto do calor específico, que são propriedades intrínsecas do material e, de acordo com os ensaios preliminares de microscopia, a estrutura do material permaneceu a similar, ainda após o processo de junção. Uma vez não havendo alterações microestruturais significativas, um aumento na difusividade térmica somente poderia ser originado pela diminuição da condutividade térmica k , influenciada, dentre outros fatores, pela temperatura à qual o material foi exposto, bem como pela influência dessa exposição no tamanho do grão em análise.

6. CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

6.1. Conclusão

A construção de uma junção metal/cerâmica feita com aço inoxidável AISI 304L e uma eletrocerâmica de YBaCuO foi desenvolvida. O objetivo final foi dar subsídios para construção do protótipo do dispositivo limitador de corrente de curto-circuito Supercondutor [14].

A metodologia utilizada para a fabricação mostrou-se adequada, uma vez que a cerâmica instalada dentro do aço manteve as características estruturais da cerâmica sem a perda significativa de estequiometria conforme os resultados de difração de raios X.

A difusividade térmica da junção metal/cerâmica 304L/YBaCuO apresentou valores próximos aos estimados teoricamente, considerando uma hipótese de aditividade sem interferência entre os compostos. Entretanto, tais conclusões são parciais, o que reforça a necessidade de estudos mais aprofundados acerca da difusividade térmica desta junção metal/cerâmico.

6.2. Trabalhos futuros

Têm-se, como proposta de continuidade deste trabalho, as seguintes atividades:

- Executar novos testes de difusividade com as amostras de diferentes cavas.
- Testar a alteração da difusividade térmica com alteração das dimensões da estrutura dos suportes mecânicos.
- Realizar simulação computadorizada da difusividade térmica da cerâmica nos suportes mecânicos.

REFERÊNCIAS

- [1] MORI, N.R., **Estudo da Metalização e dos parâmetros de Brasagem em uniões AL_2O_3/Al_2O_3 e $Al_2O_3/Fe-Ni-CO$** , Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, 2003.
- [2] HAHN, S., **Os Papéis da ciência dos materiais e da engenharia para uma sociedade sustentável**, Universidade de Stanford, Palo Alto, EUA, 1994.
- [3] NASCIMENTO, R.M., **Novo método de metalização de superfícies cerâmicas para brasagem com ligas de adição sem metal ativo**, Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, São Pedro - SP, 2000.
- [4] CARNEIRO, J. M. **Estudo influência da temperatura de brasagem nas uniões zircônia/aço**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2014.
- [5] PIMENTA, J. S., **Metalização mecânica da ZrO_2 para brasagem cerâmica/metálica**, Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal Santa Catarina, 2010.
- [6] SILVA, J.M.V.B.S., **Análise de uniões ZrO_2 /aço prata produzido por brasagem utilizando metalização mecânica**, Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal Rio Grande do Norte, 2011.
- [7] Souza, W.T.B, Polasek,A., **Limitadores de corrente de curto-circuito supercondutores: principais conceitos e teste**, Revista Brasileira de Ensino de Física, v.34, n.4, 4313, 2012.
- [8] BOLZAN, M. S.; Orlando, M. T. D.; Passos, C. A. C. **Critical Current Model for Polycrystalline Compounds with an Intrinsic Solid Solution of Two Mixed Superconductor Phases. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.** , v.28, p.1875 - 1880, 2015.
- [9] ELEUTERIO, F. H. S.; Amorim, L. S.; Belich, H.; Orlando, M. T. D.; Passos, C. A. C.; ESPINOZA ORTIZ, J. S. **Two Mixed Superconducting Phases in (Hg, Re)-1223 Ceramics. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.** , v.27, p.2679 - 2684, 2014.
- [10] OLIVEIRA, Flávio; AMORIM, Arthur; ENCARNAÇÃO, Lucas; FARDIN, Jussara; ORLANDO, Marcos; SILVA, Selênio; SIMONETTI, Domingos **Enhancing LVRT of DFIG by using a superconducting current limiter on rotor circuit. energies**

(Basel). , v.9, p.16 - , 2016.

- [11] ORLANDO, M. T. D.; Rodrigues,V.A.; Dias, S.P.; FARDIN, J. F.; SIMONETTI, D. S. L.; BELICH JR, H.; Carvalho,C.; YUGUE,E.S.; Werneck,M.M. ***Hg_{0.8}Re_{0.2}Ba₂Ca₂Cu₃O_{8.8} thick film produced by Laser Ablation. Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications.*** v.10, p.114 - 120, 2011.
- [12] PASSOS, C.A.C.; Orlando, M.T.D.; Keller, G.L.L.; Passamai Jr., J.L.; Ferreira, J.A.; de Mello, E.V.L.; Orlando, M. T. D. ***Description of the transport critical current density behavior of polycrystalline superconductors as a function of the applied magnetic field. Physica. B, Condensed Matter.*** , v.404, p.3123 - 3126, 2009.
- [13] PASSOS, C. A. C.; BOLZAN, M. S.; Orlando, M. T. D.; CAPUCHO, I. M.; ABILIO, V. T.; MACHADO, L. C.; PASSAMAI, J. L. ***Performance of a Polycrystalline SmBaCuO Superconducting Fault Current Limiter. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism.*** , v.28, p.2945 - 2952, 2015.
- [14] PASSOS, C A C; ORLANDO, M. T. D.; PASSAMAI, J L; MEDEIROS, Edna Faria de; OLIVEIRA, Flávio Duarte Couto; FARDIN, J F; SIMONETTI, D S L ***Superconducting fault current limiter device based on (Hg,Re)-1223 superconductor. Applied Physics Letters.*** , v.89, p.242503 - , 2006.
- [15] PASSOS, C A C; ORLANDO, M T D; PINTO, J N.O.; ABILIO, V T; DEPIANTI, J B.; CAVICHINI, A; Machado, Luiz Carlos. ***Development and Test of a Small Resistive Fault Current Limiting Device Based on a SmBaCuO Ceramic. Advanced Materials Research (Online).*** , v.975, p.173 - 178, 2014.
- [16] SILVA, F.B.B.; ORLANDO, M.T.D.; FARDIN, J.F.; SIMONETTI, D.S.; BALDAN, C.A. ***A novel induction motor starting method using superconduction. Physica. C, Superconductivity (Print).*** , v.507, p.95 - 102, 2014.
- [17] INTERNATIONAL A. ***Properties and selection irons, steels, and high-performance alloys:*** ASM International; 2004
- [18] AK Steel Corporation, 2004. AK Steel Comparator
- [19] PLAINE, A.H., ***Soldagem por Fricção e mistura (FSW) no aço inoxidável austenítico AISI 304.*** Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, 2013.
- [20] FILHO, F.T., ***A utilização de fluido de corte no fresamento do aço inoxidável.*** Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia

Mecânica, Universidade Estadual de Campinas Faculdade de Engenharia Mecânica, 2006.

[21] SANCHES, L.P., **Estudo comparativo quanto a resistência a corrosão entre aços inoxidáveis utilizado em trocadores de Calor**. Monografia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

[22] RIBEIRO, A.B.S., **Fabrico de Aço Inoxidável Austenítico CF8M**, Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Faculdade de Engenharia da universidade do Porto, 2012.

[23] PADILHA, A.F. **Aços Inoxidáveis Austeníticos microestrutura e Propriedade**. 2004

[24] CARBÓ, H. M. **Aço Inoxidável: Aplicações e Especificações**. Núcleo Inox, Acesita, 2001.

[25] Stainless Steels. Disponível em: <http://www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2005/stainless_steels/stainless.html> (acessado em: 23/03/2008)).

[26] CARBÓ, H.M. **Aços Inoxidáveis: Aplicações e especificações**, manual técnico Arcelor Mittal, 2008.

[27] CORPO TÉCNICO DA CERÂMICA PORTO FERREIRA. **Análise Crítica das normas técnicas de revestimento cerâmicos**. Revista Cerâmica Industrial, 2000.

[28] SILVA, J.R.R., **Caracterização físico-química de massa cerâmica e suas influências e suas influências nas propriedades finais dos revestimentos cerâmicos**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Engenharia e ciência dos Materiais. Universidade Federal do Paraná, 2005.

[29] ROUVER, A. **Determinação da Influência do Contorno de Grão na medida de difusividade térmica em cerâmicas supercondutoras $YBa_2Cu_3O_{7-x}$** . Dissertação de Mestrado. Programa De Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal do Espírito Santo, 2013.

[30] PEREIRA, J. C. **Estudo da molhabilidade de ligas de adição à base de prata sobre insertos cerâmicos para aplicação em brocas perfuração de poço de petróleo**. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2012.

[31] VIEIRA, J.D.P., **Metalização Mecânica com Ti de placas de Al_2O_3 utilizando máquina ferramenta computadorizada** Tese de Doutorado. Programa de Pós-

Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal Rio Grande do Norte, 2015.

[32] VIERA, J.D.P., **Metalização Mecânica com Ti de placas de Al_2O_3 utilizando máquina ferramenta computadorizada para Brasagem Metal/Cerâmica**. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2015.

[33] PASSOS, C. A. C. **Investigação do diagrama de fases do supercondutor (Hg,Re)-1223 através de medidas de transporte**. Tese de Doutorado, Programa De Pós-Graduação em Física. Universidade Federal do Espírito Santo, 2007. 161 p.

[34] PARKER, W.J., Jenkins, R.J., Butler, C.P., and Abbott, G.L. (1961a). **Flash Method of Determining Thermal Diffusivity**, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *Journal of Applied Physics* 32, 1679.

[35] KNYAZEVA, M., and Pohl, M. (2013). **Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides. Metallography, Microstructure, and Analysis** 2, 343–351.

[36] ICDD, I. C. f. D. D. **Powder Diffraction File PCPDF-WIN**. 1998.

[37] ASTM. *Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method*. West Conshohocken: [s.n.], 2001.

APÊNDICE

Imagens da junção cerâmica/Metal obtidas em diferentes regiões.

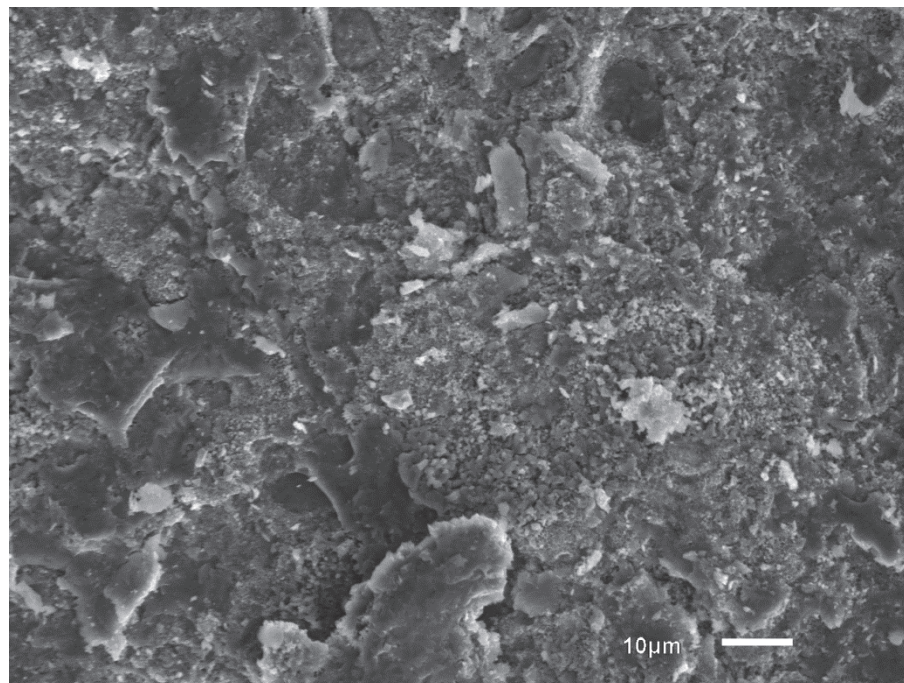


Figura 01 - Imagem obtida no ponto 1 do lado esquerdo da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

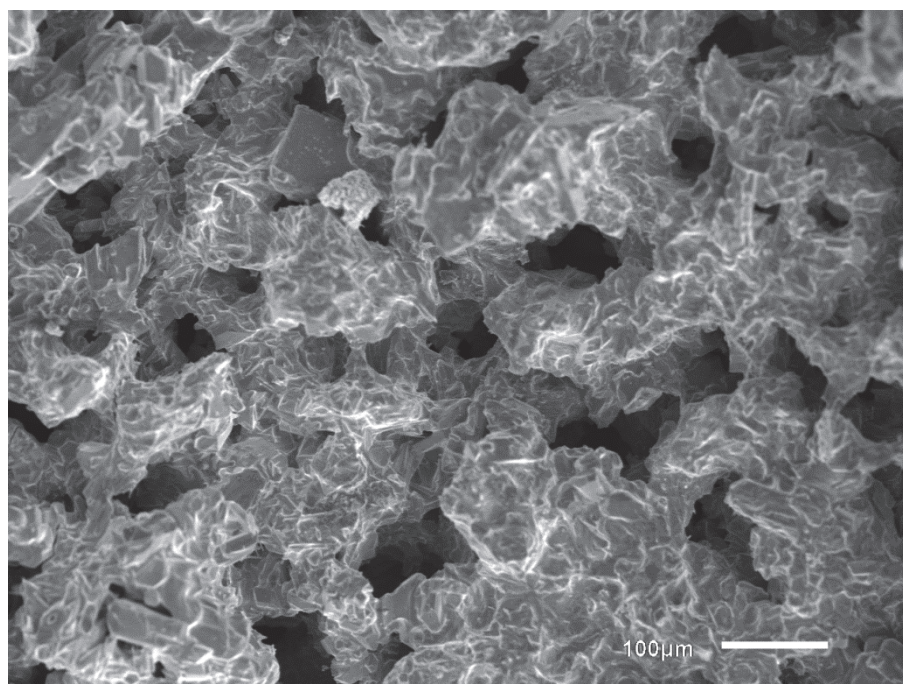


Figura 02 - Imagem obtida no ponto 1 na região central da cava (parte do aço). A escala de 100 micrometros e ampliação de 1000x.

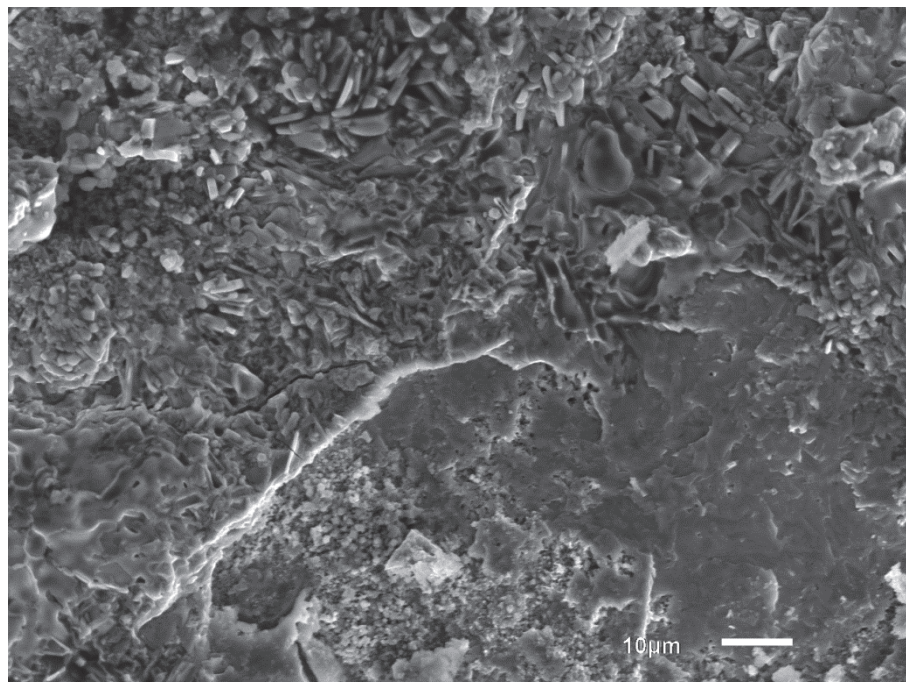


Figura 03 - Imagem obtida no ponto 1 do lado direito da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

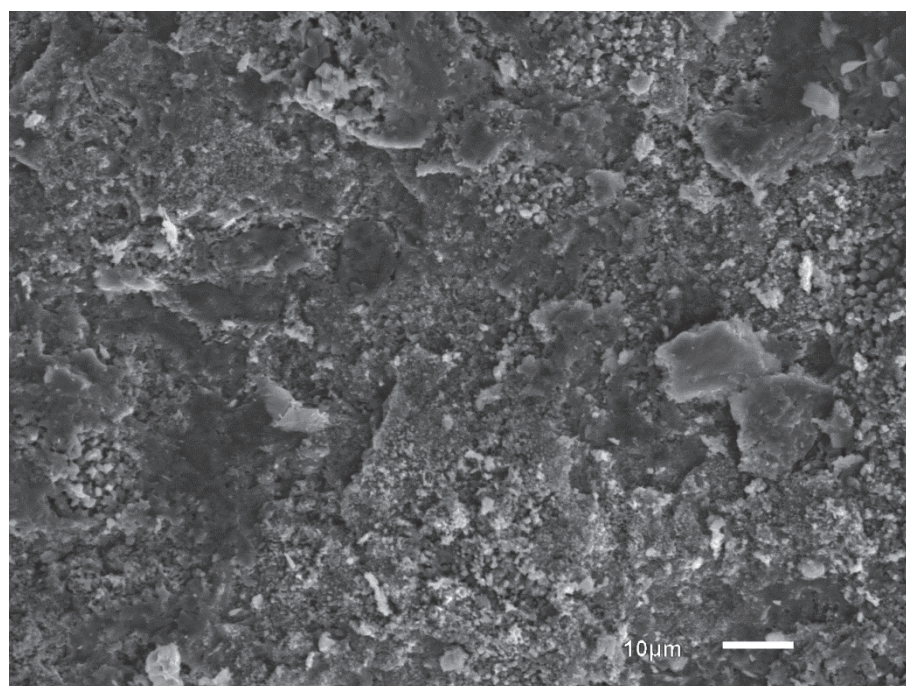


Figura 04 - Imagem obtida no ponto 3 do lado esquerdo da cava (parte do aço). A escala de 10 micrometros e ampliação de 1000x.

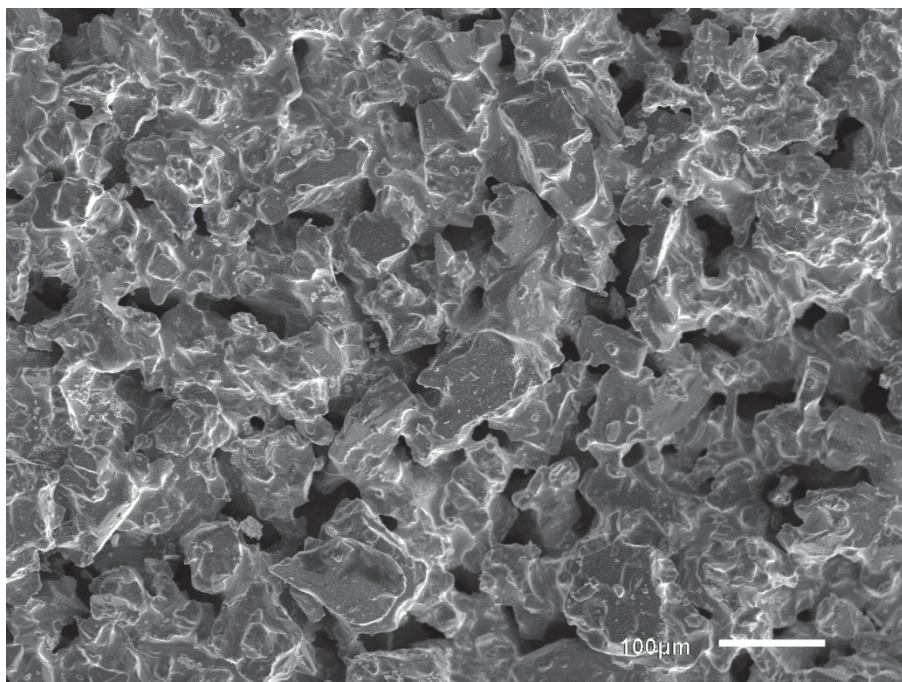


Figura 05 - Imagem obtida no ponto 3 na região central da cava (parte do aço). A escala de 100 micrometros e ampliação de 1000x

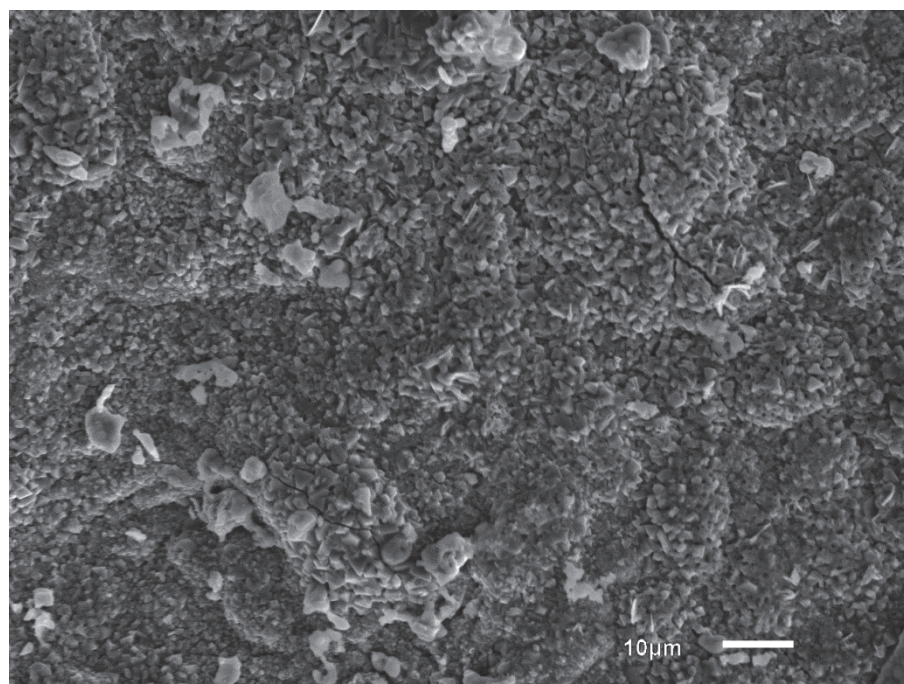


Figura 06 - Imagem obtida no ponto 3 do lado direito da cava (parte do aço). A escala de 100 micrometros e ampliação de 1000x.