

FABRICAÇÃO, ESTUDOS MICROESTRUTURAIS E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA CERÂMICA $Ba_2MgNbO_{5,5}$ PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA PETROLÍFERA

J. C. da S. Oliveira; R. A. S. Ferreira; Y. P. Yadava

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco,
Av. da Arquitetura, s/nº, Cidade Universitária, Recife-PE, Brasil, CEP 50.740-550, e-mail
josecarlosdasoliveiras@gmail.com

RESUMO

O presente trabalho visa à elaboração de uma cerâmica perovskita complexa para componentes cerâmicos de sensores de temperatura para poços de petróleo, como também o estudo das características microestruturais e propriedades mecânicas das cerâmicas $Ba_2MgNbO_{5,5}$. A fabricação da cerâmica $Ba_2MgNbO_{5,5}$ foi realizada através de um processo termo-mecânico e sinterização no estado-sólido. As pastilhas dos compactados verdes foram calcinadas durante 24h a uma temperatura de 1.200°C e, depois, trituradas com o auxílio de um conjunto pistilo/almofariz de ágata. O pó resultante foi compactado e novas pastilhas foram sinterizadas na temperatura de 1.250°C. Foram realizados estudos de estabilidade da cerâmica sinterizada no ambiente de petróleo cru, oriundos de poços de terra e mar, do Estado de Sergipe, no Nordeste do Brasil. Os resultados dos ensaios mostraram que a cerâmica é inerte ao petróleo bruto e pode ser utilizada na produção de componentes cerâmicos para a indústria petrolífera.

Palavras-chave: $Ba_2MgNbO_{5,5}$, cerâmicas perovskitas, poços petrolíferos.

INTRODUÇÃO

A importância dos derivados de petróleo na sociedade moderna é uma realidade. Sendo assim, a necessidade de desenvolvimento de tecnologias para aperfeiçoar a exploração de poços petrolíferos é notória. Sabe-se que os sensores térmicos são necessários no monitoramento dos poços de prospecção de petróleo. Normalmente, os elementos dos termistores são metálicos. Logo, eles ficam sujeitos à abrasão e corrosão dos ambientes hostis, como no caso dos poços de petróleo, necessitando de proteção, que poderia ser feita, por exemplo, com material cerâmico inerte¹⁻³.

As cerâmicas são materiais polifásicos, contendo elementos metálicos e não metálicos, que formam ligações químicas covalentes e/ou iônicas. A existência de várias fases cerâmicas possibilita as combinações de átomos metálicos, formando muitos arranjos estruturais⁴⁻⁶. Isto torna possível a obtenção de materiais cerâmicos para uma larga aplicação no setor industrial. As estruturas do tipo perovskitas formam uma grande família de cerâmicas. Elas podem existir nas formas ABO_3 , que são

perovskitas simples, ou $A_2BB'O_6$ ou $A_2BB'O_9$, que são as do tipo cúbicas complexas⁴⁻⁷. Neste trabalho foi sintetizada uma cerâmica perovskita cúbica complexa $Ba_2MgNbO_{5,5}$.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós de carbonato de bário ($CaCO_3$), óxidos de magnésio (MgO) e nióbio (Nb_2O_5), todos de alta pureza, foram selecionados e pesados estequiometricamente numa balança analítica.

Na sequência, os pós foram misturados por rota convencional num conjunto pistilo/almofariz de ágata, até que apresentasse um caráter homogêneo. A mistura homogeneizada foi compactada numa prensa uniaxial, sob pressão de 4 ton/cm², por um período de 5 min, numa matriz cilíndrica de 10 mm de diâmetro interno. O compactado verde foi calcinado a 1.200°C, por um período de 24 h, num forno mufla. A equação (A) e a Figura 1 mostram o composto formado e o ciclo térmico empregado na etapa de calcinação, respectivamente.

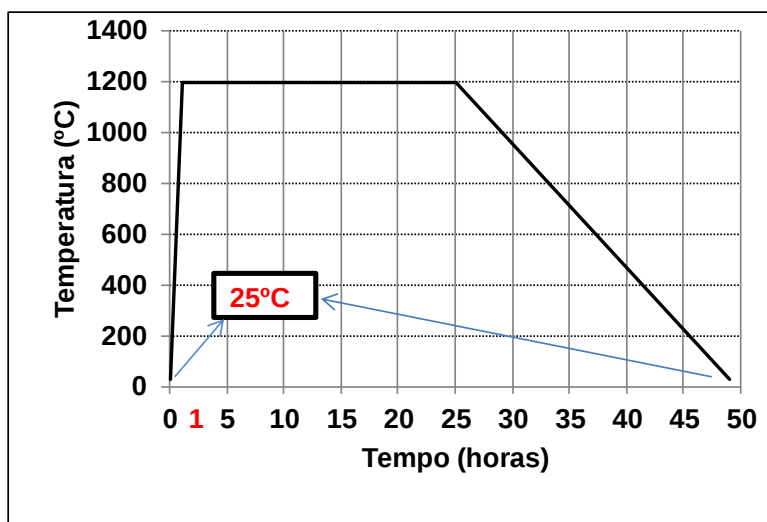
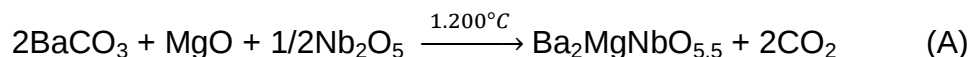


Figura 1 – Ciclo térmico da calcinação.

A pastilha calcinada foi então triturada num conjunto pistilo/almofariz de ágata. Uma amostra representativa foi retirada para análise por difração de raios X, sendo que o restante do pó calcinado foi novamente compactado, agora a 8 ton/cm², por um tempo de 5 min. O compactado resultante foi então submetido a sinterização na temperatura de 1.250°C e, posteriormente, avaliado por MEV, dureza Vickers e densidade, após adequado polimento. A taxa de aquecimento e resfriamento da sinterização foi idêntica daquela realizada para a calcinação (Figura 1).

Os aparelhos utilizados nesse processo foram os seguintes: uma balança analítica da Marconi, um conjunto pistilo/almofariz, uma prensa manual hidráulica da Ribeiro com

capacidade para 15 ton, uma matriz metálica com 3 cm de diâmetro interno, um forno mufla da Jung modelo LF-0214, um difratômetro de raios X Siemens, modelo D-5000, operando com anodo de cobre, comprimento de onda de 1,54 Å e ângulo 2θ variando entre 10 e 100°, uma politriz da Arotec, um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da Joel, um microdurômetro Vickers modelo 200HVS-5 e um picnômetro.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra o difratograma de raios X do pó calcinado a 1.200°C. O resultado indica que é possível sintetizar o composto cerâmico $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$ com estrutura perovskita ordenada, tendo densidade de 6,4692 g/cm³, parâmetro de rede igual a 8,1331 Å e dureza Vickers de 145,037 Kg/mm². O composto $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$ tem densidade teórica e o parâmetro de rede iguais a 6,7996 g/cm³ e 7,8120 Å, respectivamente. Os valores experimentais mostram que o composto sintetizado possui 95,14 % da densidade teórica e o parâmetro de rede maior que 4,11%. Portanto, pode-se concluir que há apenas uma pequena diferença entre os valores obtidos experimentalmente e os parâmetros teóricos do composto $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$. A Figura 1 mostra ainda os planos de maior densidade do composto cerâmico $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$, calculados a partir dos dados do difratograma de raios X e a aplicação da Lei de Bragg, conforme a Tabela I.

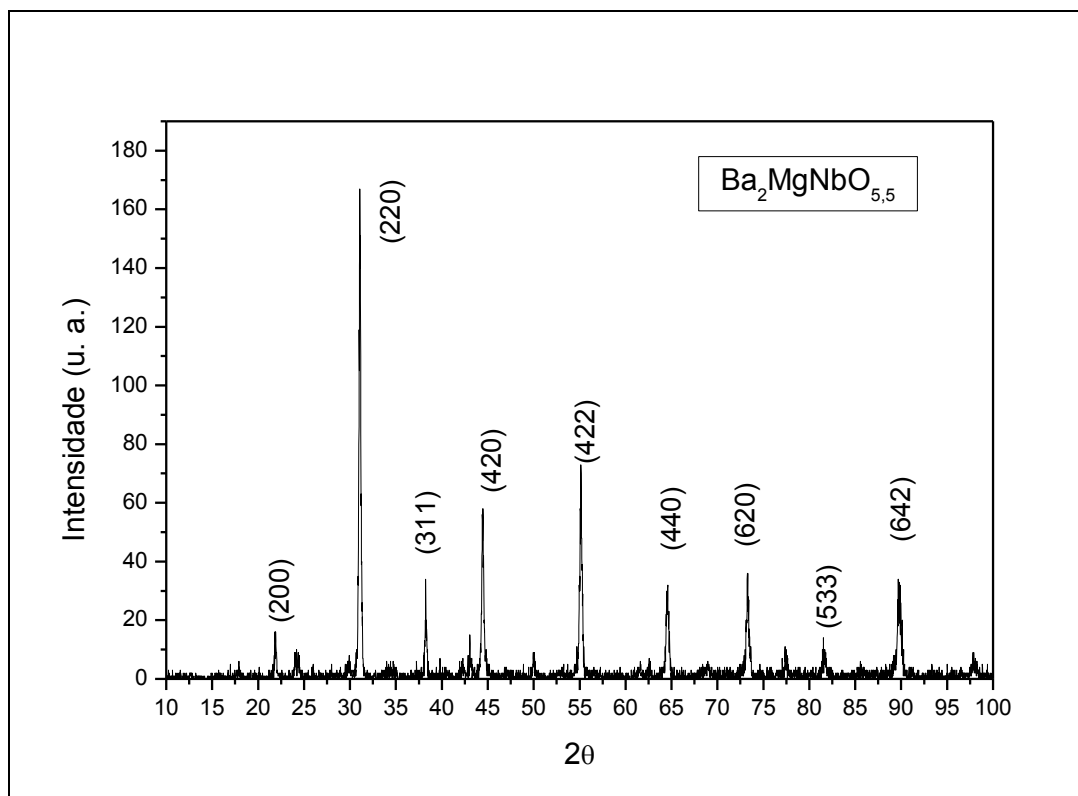


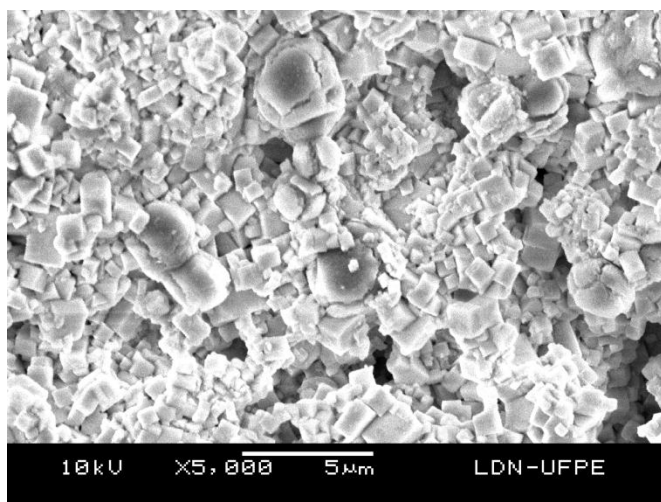
Figura 2 – Difractometria de raios X do composto $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$.

Tabela I – Planos do composto cerâmico $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$.

Ângulos 2θ (°)	Distância d (Å)	Relação (I/I_0)	Planos (hkl)
23,00	40,52	13,27	200
31,18	287,55	142,56	220
38,70	235,13	21,75	311
44,80	226,38	55,12	420
55,18	209,67	66,32	422
64,95	203,63	27,85	440
73,78	166,44	27,95	620
81,56	129,06	9,523	533
89,87	117,72	26,785	642

As Figuras 3a e 3b mostram as imagens da cerâmica sintetizada $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$, com aumentos de 5.000 e 10.000 vezes, onde se observa a presença de vários poros isolados, que deixaram de ser preenchidos pelo processo de sinterização. Este fato sugere que o pó calcinado poderia ter sido compactado com uma pressão superior 8 ton/cm³ ou uma sinterização com patamar de temperatura um pouco superior a 1.250°C. Os espaços vazios, que deixaram de ser preenchidos pela sinterização, refletem na dureza Vickers moderada do composto cerâmico. A imagem do MEV mostra ainda que a morfologia das partículas dos pós-cerâmicos é relativamente uniforme e tem o tamanho com maior frequência em torno de 1 µm.

As pastilhas cerâmicas sinterizadas foram postas submersas no petróleo cru por um período de três meses. Nos ensaios utilizou-se o petróleo extraído do mar e terra, provenientes do Estado de Sergipe, no Brasil. As características dos dois tipos de petróleos ainda estão sendo analisadas e os primeiros resultados mostraram que as cerâmicas produzidas são inertes a ambos.

**Figura 3a** – Análise da microestrutura por MEV da cerâmica sinterizada.

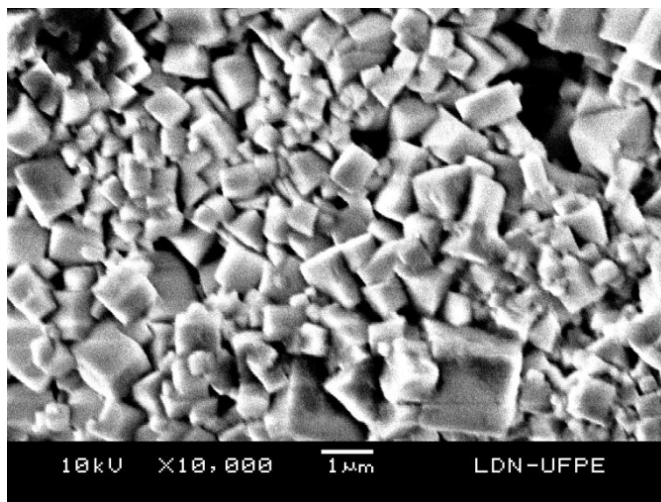


Figura 3b – Análise da microestrutura por MEV da cerâmica sinterizada.

CONCLUSÕES

Os resultados mostram que é possível sintetizar o composto cerâmico $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$ com densidade e parâmetro de rede próximos dos valores teóricos, porém com dureza Vickers moderada. A densidade alcançada foi de $6,4692 \text{ g/cm}^3$, representando 95,11% do valor teórico. O parâmetro de rede do composto sintetizado foi de $8,1331 \text{ \AA}$, sendo superior ao valor teórico em 4,11%. A dureza Vickers ficou em $145,037 \text{ Kg/mm}^2$.

As imagens do MEV, com aumentos de 5.000 e 10.000 vezes, mostraram a presença de vários poros isolados no composto sintetizado, indicando que o processo de sinterização não foi totalmente capaz de preenchê-los. Este resultado sugere que a dureza Vickers dessa cerâmica poderia ser melhorada, possivelmente, com o aumento da compactação do pó calcinado ou pela elevação da temperatura de patamar para valores acima de 1.250°C . As imagens do MEV mostram ainda que as partículas de maior frequência do composto cerâmico estão em torno de $1 \mu\text{m}$.

Os ensaios mostraram ainda que a cerâmica produzida é inerte ao petróleo bruto, tanto aquele oriundo dos poços perfurados na terra quanto no mar, localizados no Estado de Sergipe, no Nordeste do Brasil. Sendo assim, a cerâmica perovskita $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5,5}$ poderia ser utilizada na produção de componentes cerâmicos para a indústria petrolífera daquele estado brasileiro.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio recebido do CNPq e do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica/UFPE.

REFERÊNCIAS

- (1) YADAVA, Y. P., Bezerra L. P., FERREIRA, R. A. Sanguinetti, Estudo de estabilidade da cerâmica Ba_2NiWO_6 em petróleo cru retirado de poços de petróleo do Estado de Sergipe-Brasil In: 52º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2008, Florianópolis. Anais de 52º Congresso Brasileiro de Cerâmica. São Paulo: Associação Brasileira de Cerâmica, 2008. v.1. p.1 - 7 (Doc. Gr.2.42),
- (2) YADAVA, Y. P., FERREIRA, R. A. Sanguinetti, High density $\text{Ba}_2\text{AlWO}_{5.5}$ ceramic compacts produced through liquid phase sintering route for temperature sensores. Materials Science Forum. , v.591, p.448 - 453, 2008.
- (3) YADAVA, Y. P., FERREIRA, Ricardo A. Sanguinetti, Study of sintering behavior of $\text{Ba}_2\text{AlSnO}_{5.5}$ ceramic powder compacts as substrate for temperature sensing devices. Materials Science Forum. , v.591, p.661 - 666, 2008.
- (4) R. Roy, J. Amer. Ceram. Soc. 37 (1954) 581.
- (5) F. Galasso, L. Katz and R. Ward, J. Amer. Ceram. Soc. 81 (1959) 820.
- (6) F. Galasso, J. R. Borrante and L. Katz, J. Amer. Ceram. Soc. 83 (1961) 2830.
- (7) ARAKAWA, T. Perovskite oxides as solid state chemical sensores in properties and applications of perovskite-type oxides. Eds. L.G. Tejuca and J. L. G. Fiero, Marcel Dekker In. New York 1993, pp361-377.

FABRICATION AND STUDIES OF MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5.5}$ CERAMICS FOR APPLICATION IN THE PETROLEUM INDUSTRY

ABSTRACT

The present work aims at the elaboration of a ceramic complex perovskite ceramic components for temperature sensors for oil wells, as well as the study of microstructural characteristics and mechanical properties of ceramics $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5.5}$. The manufacture of pottery $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5.5}$ was performed using a thermo-mechanical and solid-state sintering. The pellets of compressed green were calcined for 24 hours at a temperature of 1200°C and then crushed with the help of a set pistil / agate mortar. The resulting powder was compacted and new pellets were sintered at a temperature of 1250°C. Basic studies of stability of ceramics sintered in the environment of crude oil, from onshore wells and the sea, the state of Sergipe in northeastern Brazil. The test results showed that the ceramic is inert to crude oil and can be used to produce ceramic components for the oil industry.

Keywords: $\text{Ba}_2\text{MgNbO}_{5.5}$, perovskite ceramics, oil wells