

CONSTRUÇÃO E ANÁLISE DO DESEMPENHO DE UM PORTA-AMOSTRA PARA MEDIDAS ELÉTRICAS A ALTAS TEMPERATURAS

E. Almeida, E. C. Pereira, E. Longo e L. O. S. Bulhões*

LIEC - Departamento de Química-Universidade Federal de São Carlos - Cx. P. 676 - 13565-905 - São Carlos - SP

S. A. Pianaro

Universidade Estadual de Ponta Grossa - Depto. Eng. de Materiais

J. A. Varela

Universidade Estadual Paulista - Inst. de Química - Depto. Físico-Química

Recebido em 27/6/94; aceito em 17/11/94

A sample holder for electrical measurements with the temperature changing from 50°C up to 560°C is described. The performance of the system for dc and ac measurements is analysed.

Keywords: sample holder; electrical measurements.

INTRODUÇÃO

Para a realização de medidas de caracterização elétrica de materiais cerâmicos as amostras são em geral, submetidas a altas temperaturas e frequentemente exigem uma atmosfera controlada. De uma forma geral, para esta finalidade são utilizados porta-amostras artesanais, em torno dos quais é construído um sistema de aquecimento e/ou controle de atmosfera. A grande desvantagem deste tipo de construção é a falta de controle preciso da temperatura. Por outro lado, a maioria destes porta-amostras utilizam molas para a fixação das amostras¹, o que pode fragilizar aquelas que não podem ser submetidas a fortes pressões. Outros sistemas têm sido propostos principalmente visando a possibilidade de promover reações na câmara do porta-amostra².

Neste trabalho descreve-se os detalhes de construção de um porta-amostra adaptável a um forno comercial, no qual é possível um controle preciso da temperatura, possibilitando submeter as amostras a diferentes gases e ainda controlar a pressão aplicada sobre a amostra.

EXPERIMENTAL

A Figura 1 representa um esquema geral do porta-amostra. Os eletrodos (3) são constituídos de discos de platina (diâmetro = 10 mm e espessura = 0,3 mm), nos quais foram soldados (por solda a ponto) fios de platina (diâmetro = 0,5 mm). Este conjunto é inserido num tubo de alumina (16). Os contatos elétricos com a platina foram realizados utilizando solda de estanho a conectores do tipo BNC (6,7), que permanecem fora do forno e portanto a temperatura ambiente.

O papel da base do eletrodo é garantir que este permanecerá plano. O conjunto eletrodo-base é inserido em um corpo de alumina (16). O fio de Pt passa por uma miçanga de alumina de 3 furos (15) a qual é fixada no corpo do porta-amostra (16) utilizando uma cola a base de alumina e ácido fosfórico. Um termopar (Ni-Cr/Cu-Ni) (2) posicionado próximo à amostra passa pelos outros dois furos disponíveis na miçanga de alumina (15). Este conjunto (4-5,7-9) é fixado por um parafuso à tampa de fixação ao forno (13).

O controle da atmosfera é realizado por um sistema de fluxo de gases, através de um canal no parafuso (5) sendo que a exaustão destes gases é feita por um orifício na região terminal do corpo do eletrodo (16). Um torquímetro pode ser acoplado ao parafuso (5) permitindo controlar a pressão aplicada à amostra.

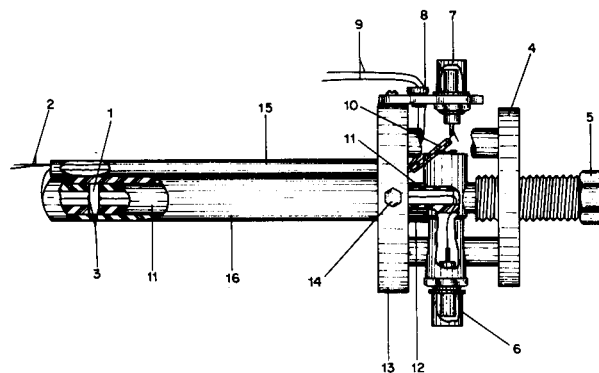


Figura 1. Representação esquemática do porta-amostra: (1) amostra; (2) termopar; (3) eletrodos de Pt; (4) tampa de latão; (5) parafuso de pressão para a amostra (latão); (6, 7) conector do tipo BNC; (8) anéis de isolamento do termopar (teflon); (9) contatos do termopar; (10) isolamento do contato do eletrodo (vidro); (11) corpo do eletrodo (alumina); (12) trava de posição do corpo do eletrodo (latão); (13) tampa de fixação ao forno (latão); (14) parafuso de fixação do corpo do porta-amostra (latão); (15) miçanga de alumina com três vias para o eletrodo e termopar; (16) corpo do porta-amostra (alumina).

Os detalhes da construção do porta-amostra podem ser observados no diagrama expandido, na Figura 2.

O sistema é introduzido em um forno comercial da EDG modelo EDGCON 3P (São Carlos, SP, Brasil), tendo um furo (diâmetro = 6 cm) na tampa para receber o porta-amostra.

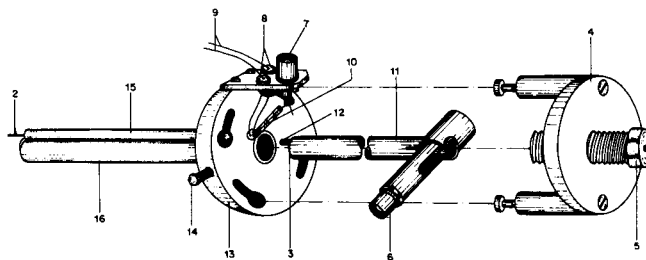


Figura 2. Diagrama expandido do porta-amostra.

TESTE DE FUNCIONAMENTO

Com este porta-amostra é possível a realização de medidas elétricas utilizando condições de corrente contínua ou alternada. Para as medidas em corrente alternada é importante o levantamento da impedância do porta-amostra em função da frequência, uma vez que este sistema apresenta uma corrente residual na região de altas frequências. A resposta em frequência do porta-amostra depende da temperatura.

A Figura 3 mostra a resposta em frequência obtida para o porta-amostra na região de 1 Hz a 10 MHz.

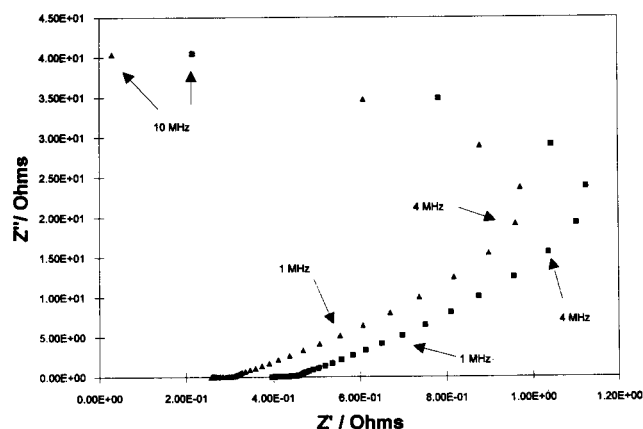


Figura 3. Diagrama de Nyquist da resposta do porta-amostra na região de 1 Hz a 10 MHz, $E_{ac} = 20$ mV, (\blacktriangle) 25°C, (\blacksquare) 560°C.

Como pode ser observado na Figura 3 é necessário considerar a contribuição da indutância do porta-amostra para frequências superiores a 4 MHz nas temperaturas de 25°C a 560°C.

As Figuras 4 e 5 ilustram os resultados obtidos para as medidas de corrente contínua e corrente alternada em varistores.

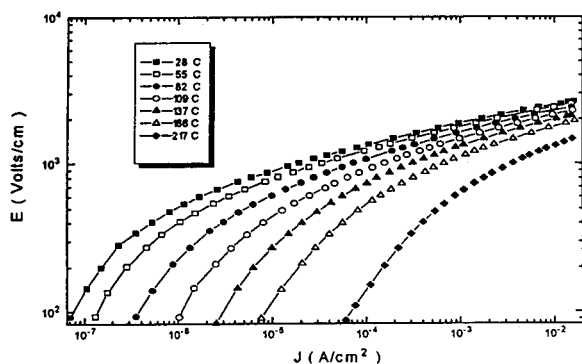


Figura 4. Dependência da densidade de corrente em função do campo elétrico para o sistema $\text{SnO}_2\text{-CoO-Nb}_2\text{O}_5$ a diferentes temperaturas utilizando o porta-amostros descrito neste trabalho.

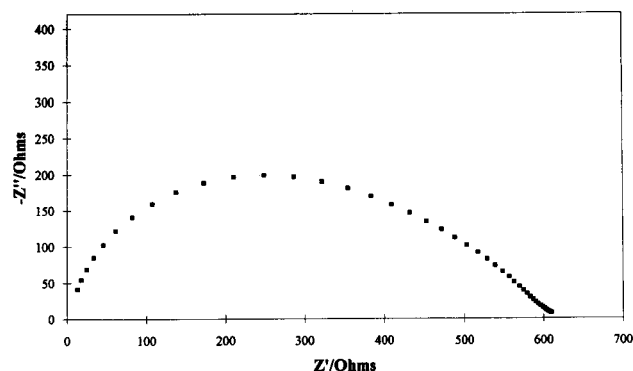


Figura 5. Medidas de impedância para o sistema $\text{ZnO-Bi}_2\text{O}_3\text{-Sb}_2\text{O}_5$ utilizando o porta-amostros descrito neste trabalho; $T = 560^\circ\text{C}$ e $E_{ac} = 1\text{V}$.

A partir destes resultados foi possível calcular os parâmetros associados ao comportamento elétrico destas cerâmicas. Os parâmetros calculados a partir dos diagramas de impedância são consistentes com aqueles obtidos para cerâmicas varistoras à base de ZnO^3 .

CONCLUSÕES

É descrita a fabricação de um porta-amostra eficiente e adequado para medidas elétricas a diferentes temperaturas e com o controle da atmosfera.

O custo do porta-amostra pode ser diminuído se a faixa de temperatura utilizada nas medidas permitir que a platina dos eletrodos possa ser substituída por outro metal, como o aço inoxidável ou latão.

Com a possibilidade de ajuste de pressão, podem ser realizadas medidas em amostras frágeis e a inclusão de um torquímetro ao porta-amostra permite quantificar a pressão aplicada à amostra. O controle preciso da temperatura é possível com a inclusão de um termopar próximo à amostra.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP, FINEP/PADCT e CNPq pelos auxílios concedidos.

REFERÊNCIAS

1. Bonanos, N.; Steele, B. C. H.; Butler, E. P.; Applications of impedance spectroscopy; In: Impedance Spectroscopy Emphasizing Solid Materials and Systems, Edited by J. Ross Macdonald, p. 191, Wiley-Interscience Publication, USA, (1987).
2. Ng, K. T.; Hercules, D. M.; *J. Phys. Chem.*, (1976), **80**, 2094.
3. Pianaro, S. A.; Pereira, E. C.; Bulhões, L. O. S.; Longo, E.; Varela, J. A.; *J. Mater. Science*, (1994), no prelo.

Publicação financiada pela FAPESP