

## CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$ E SUA CORRELAÇÃO COM O PROCESSAMENTO CERÂMICO.

GABRIEL A. RAMOS<sup>1</sup>, HUYRA E. ARAUJO<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Graduando em Engenharia Mecânica, IFSP, Campus Piracicaba, gabriel.arialramos@gmail.com

<sup>2</sup> Doutor na área de Ciência e Engenharia de Materiais e professor do IFSP, Campus Piracicaba, huyra\_estevao@hotmail.com  
Área de conhecimento (Tabela CNPq): 3.03.05.02 Materiais Cerâmicos

Apresentado no  
8º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP  
06 a 09 de novembro de 2017 - Cubatão-SP, Brasil

**RESUMO:** A aplicação de materiais cerâmicos na geração de energia sustentável, como eletrólitos sólidos em células combustíveis, pode ser viabilizada através da otimização do processamento e consequentemente das propriedades do material. Nesse projeto serão preparados pós cerâmicos a base de  $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$  através de diversas rotas, e caracterizados sobre a simetria da fase perovskita através de difração de raios X. Como resultado, é esperado uma melhor compreensão das relações entre a fase cristalina de cerâmicas condutoras a base de cerato de Bário e suas condições de processamento.

**PALAVRAS-CHAVE:** materiais cerâmicos; perovskita; difração de raios x.

## STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$ AND ITS CORRELATION WITH CERAMIC PROCESSING.

**ABSTRACT:** The application of ceramic materials in generation of sustainable energy, like solid electrolytes in fuel cells, may be viable through optimization of the solidification process and consequently of material properties. On this project, ceramic powders will be prepared based on  $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$  by several routes, and characterized on the symmetry of the perovskite phase by X-ray diffraction. As a result, is expected a better understanding of the relationships between crystalline phase of conductive ceramics based on barium cerate and your process conditions.

**KEYWORDS:** Ceramic materials; perovskite phase; x-ray diffraction.

## INTRODUÇÃO

A aplicação de materiais cerâmicos na geração de energia sustentável, como eletrólitos sólidos em células combustíveis, depende da otimização de seu desempenho ou melhoria de sua performance. Como o processo de sinterização depende de difusão atômica, entende-se que os parâmetros da rede cristalina podem favorecer ou não os mecanismos de transporte de matéria (FIGUEIREDO; MARQUES, 2013). Nesse contexto as cerâmicas a base de cerato de bário as quais podem apresentar diversas simetrias da estrutura perovskita (romboédrica, cubica, tetragonal e ortorrômbica) podem apresentar sua sinterização dependente de sua fase cristalina (BARSOUM, 2003).

Dentre os métodos de análise por difração de raios X (DRX) destaca-se o método de Rietveld (1969) que permite o refinamento de estruturas mais complexas e com precisão aceitável, gerando o difratograma com base em informações das estruturas cristalinas presentes nas fases do material estudado e cria um ajuste entre o difratograma real e o calculado (SPEAKMAN, 2010).

Partículas com dimensões inferiores à 1µm causam um alargamento nos picos difratados, devido ao menor número de planos de difração, a Equação de Scherrer demonstra a relação entre esse alargamento do pico, as dimensões do cristalito, o fator de forma, o comprimento de onda dos raios X

e o ângulo de Bragg no pico (DINNEBIER; BILLINGE, 2008). O tamanho do cristalito e consequentemente a largura dos picos podem variar de acordo com a forma que é realizada o processamento, e isso pode estar ligado a heterogeneidade da morfologia do pó.

## MATERIAL E MÉTODOS

O procedimento experimental de preparação dos pós e caracterização estrutural, serão pós cerâmicos a base de  $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$  processados por diversas rotas, e caracterizados sobre a simetria da fase perovskita através de difração de raios X.

Com a utilização do software *PANalytical X'Pert HighScore Plus*, será caracterizada estruturalmente a amostra através de seu difratograma proveniente da análise do difratômetro *PANalytical X'Pert PRO Materials Research Diffractometer XL*, realizada no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), utilizando o banco de dados *Crystallography Open Database (COD)*, fornecido pelo Portal de Periódicos da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes), e obtendo os dados de difração do  $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$ .

Será realizada a caracterização das fases do material, aplicado o tratamento de Rietveld e também analisado o tamanho do cristalito para diferentes condições de processamento e com essas informações estabelecer possíveis otimizações no processo, seja de moagem ou sinterização, para atingir a estrutura buscada.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Ao analisar os dados da amostra via software é possível estimar o tamanho de cristalito para um determinado pico, a Figura 1(A) demonstra o comportamento do difratograma de um pico posicionado no intervalo de  $58^\circ$  a  $60^\circ$  do ângulo de Bragg para 4 amostras com diferentes rotas de processamento, se distinguindo por seu tempo de moagem (24 e 8 horas) e temperatura de sinterização ( $1200^\circ\text{C}$  e  $1600^\circ\text{C}$ ). A Figura 1(B) demonstra os diferentes tamanhos de cristalito estimados via software para cada condição.

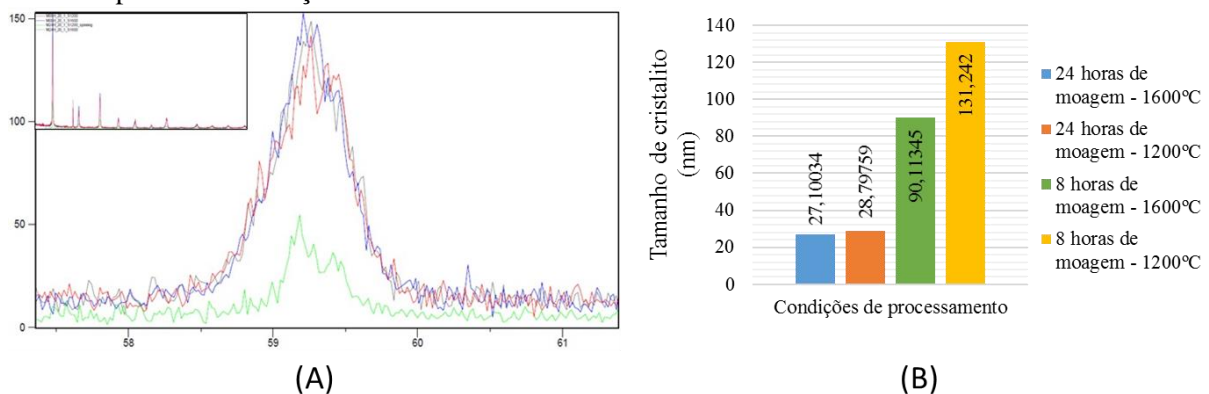


FIGURA 1. (A) Sobreposição dos difratogramas; (B) Relação entre tamanho de cristalito e condição de processamento

A figura evidencia a dependência do tamanho de cristalito com as condições de processamento e isso pode ser associado a heterogeneidade da morfologia do pó. De acordo com o gráfico da Figura 1(B), os maiores tempos de moagem levam a tamanhos de cristalito equivalentes, mesmo para os corpos sinterizados em temperaturas diferentes. Dentre as amostras com tempo menor de moagem a maior temperatura de sinterização levou ao menor tamanho de cristalito.

## CONCLUSÕES

Com uma melhor compreensão do comportamento das características morfológicas do pó cerâmico estudado perante as variações das condições de processamento, é possível otimizar o material para as propriedades buscadas controlando o método de formação do sólido. Conclui-se primeiramente que o tempo de moagem é prioritário sobre a temperatura de sinterização na morfologia

do pó. Adicionalmente o menor tamanho de cristalito para maior temperatura de sinterização, indica que as maiores temperaturas são associadas a menor grau de variação nos parâmetros associados a rede cristalina.

### **AGRADECIMENTOS**

Os autores desse texto agradecem ao Centro Nacional de Pesquisas em Energia e Materiais (CNPEM) e ao IFSP – Campus Piracicaba por ceder sua estrutura e equipamentos, além do suporte financeiro da pesquisa.

### **REFERÊNCIAS**

- BARSOUM, M. W. Fundamentals Of Ceramics. Vasa, p. 622, 2003.
- DINNEBIER, R. E.; BILLINGE, S. J. L. Powder diffraction: Theory and practice. [s.l: s.n.].
- FIGUEIREDO, F. M. L.; MARQUES, F. M. B. Electrolytes for solid oxide fuel cells. Wiley Interdisciplinary Reviews: Energy and Environment, v. 2, n. 1, p. 52–72, 2013.
- ROHRER, G. S. et al. Challenges in ceramic science: A report from the workshop on emerging research areas in ceramic science. Journal of the American Ceramic Society, v. 95, n. 12, p. 3699–3712, 2012.
- SPEAKMAN, S. A. Fundamentals of Rietveld Refinement I - An Introduction to Rietveld Refinement using PANalytical X'Pert HighScore Plus. Massachusetts Institute of Technology, 2010.