XXX Encontro Anual de Iniciação Científica
VII Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior
eaic 2021

ESTUDO DA SINTERIZAÇÃO VIA FASE LÍQUIDA DE PEROVSKITAS $BaCe_{0,2}Zr_{0,7}Y_{0,1}O_{3-\delta}$

Victor Hugo de Oliveira Dantas (PROVIC), Kethlinn Ramos (Co-orientadora), Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientadora), e-mail: adriana@uepg.br

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais

Engenharia, Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais Não Metálicos, Cerâmicas.
Palavras-Chave: *sinterização, eletrólito sólido, condução protônica*

Resumo

Ceratos e zirconatos de bário dopados com ítrio vem sendo estudados como eletrólitos sólidos condutores de prótons em células a combustível de óxido sólido de temperaturas intermediárias. A sinterização desses eletrólitos requer altas temperaturas a fim de se obter corpos densos. Nesse sentido, este trabalho teve como objetivo estudar a sinterização via fase líquida utilizando o CuO como aditivo de sinterização para a composição $BaCe_{0,2}Zr_{0,7}Y_{0,1}O_{3-\delta}$.

Introdução

Células a combustível são dispositivos eletroquímicos capazes de converter energia química em elétrica. Dentre essas, as células a combustível de óxido sólido (CaCOS) convencionais operam em altas temperaturas (800-1000°C). A necessidade em se reduzir a temperatura de operação visa resolver problemas associados à temperatura, além do aumento da vida útil do sistema. Por isso, eletrólitos condutores protônicos são candidatos capazes de diminuir essa temperatura de operação para uma faixa intermediária (400-600°C) [1]. As soluções sólidas de cerato e zirconato de bário dopados com ítrio visam aliar a condutividade e a estabilidade do eletrólito. Porém, a alta temperatura de sinterização necessária para densificação pode comprometer a estequiometria da composição causando redução na condutividade [2].
Assim, com o objetivo de reduzir a temperatura de sinterização do $BaCe_{0,2}Zr_{0,7}Y_{0,1}O_{3-\delta}$ (BCZY27) adicionou-se 2 e 4% em mol de CuO, com o intuito de promover uma sinterização via fase líquida.

Material e Métodos

Para a síntese do BCZY27 foram utilizados: $BaCO_3$ (Sigma-Aldrich, ≥ 99%), ZrO_2 (Sigma-Aldrich, 99%), CeO_2 (Sigma-Aldrich, 99,9%), Y_2O_3 (Sigma-Aldrich, 99,99%).
Posteriormente à mistura e moagem dos reagentes em moinho excêntrico se realizou a secagem, peneiramento e calcinação. Esse procedimento foi feito em duplicata. Como última etapa na preparação dos pós, a adição de CuO (Synth, P.A.-A.C.S.) como aditivo de sinterização foi feita nas concentrações de 2% mol e 4% mol. Essa mistura também foi realizada em moinho. Após a secagem e peneiramento, os pós foram conformados por prensagem e sinterizados nas temperaturas de 1300°C, 1400°C e 1500°C, durante 4 horas.
Para caracterização, realizou-se medidas de densidade e porosidade aparente, difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e discussão

Na Figura 1 são apresentados os valores de densidade aparente em função da temperatura de sinterização. É possível observar que as amostras atingem valores acima de 97% da densidade teórica com sinterização a 1300ºC. E nesta temperatura, 4% mol de aditivo se mostrou mais eficiente. Em relação à estrutura, a fase identificada nos difratogramas da Figura 2 são referentes ao BCZY27 de acordo com a ficha ICSD239801.

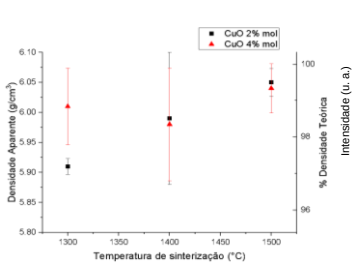


Figura 1. Valores de densidade em função da temperatura.

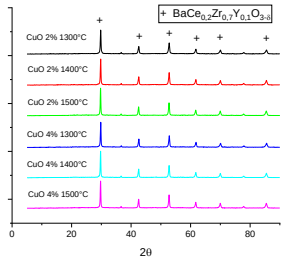


Figura 2. Difratogramas das amostras sinterizadas.

As imagens de fratura obtidas no MEV, apresentadas na Figura 3, mostram regiões densas, com caraterística de fratura transgranular, e pelas imagens de elétrons retroespalhados verifica-se que não há segregação de outras fases.

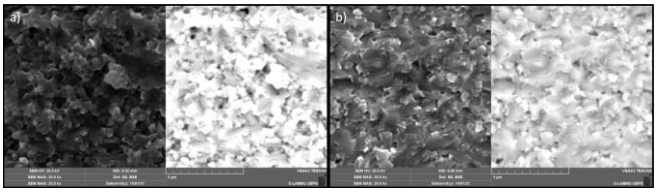


Figura 3. MEV de fratura das amostras sinterizadas a 1300°C nas composições: a) 2%CuO; b) 4%CuO.

Conclusões

Os resultados mostram que o aditivo de sinterização utilizado foi eficiente nas temperaturas de sinterização e quantidades estudadas. À 1300ºC, a adição de 4% mol de CuO promoveu maior densificação. Pela análise cristalográfica identificou-se uma fase única para todas as amostras, não havendo formação de fases secundárias. Serão necessárias análises da microestrutura polida para verificação de fase líquida nos contornos de grão, uma vez que a fratura tem característica transgranular.

Agradecimentos

Agradeço à UEPG, ao DEMA e ao C-LABMU.

[1] F.J.A. Loureiro, N. Nasani, G. S. Reddy, N.R. Munirathnam, D.P. Fagga A review on sintering technology of proton conducting $BaCeO_3$-$BaZrO_3$ perovskite oxide materials for Protonic Ceramic Fuel Cells, Journal of Power Sources, 438 (2019), 226991.
[2] K. Bae, D.H. Kim, H.J Choi, J.-W. Son, J.H Shim, High-performance protonic ceramic fuel cells with 1 μm thick Y:Ba(Ce,Zr)O_3 electrolytes, Adv. Energy Mater., 8 (2018), 1801315.