



II Encontro de Iniciação Científica e Tecnológica

II EnICT

ISSN: 2526-6772

IFSP – Câmpus Araraquara

26 e 27 de Outubro de 2017



Análise de parâmetros geométricos de microestrutura do $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$

SÉRGIO N. AMARAL¹, ZAIDA M. G. O. S. FRANCO², HUYRA E. ARAUJO³

¹ Graduando de Engenharia Mecânica, Bolsista CNPq, IFSP Campus Piracicaba, sergionatali23@gmail.com

² Graduando de Engenharia Mecânica, Bolsista PIBIFSP, IFSP Campus Piracicaba, zaida.mica@hotmail.com

³ Doutor na área de Ciências e Engenharia dos Materiais, IFSP Campus Piracicaba, huyra_estevao@hotmail.com

Área de conhecimento (Tabela CNPq): Materiais Cerâmicos - 3.03.05.02

RESUMO: Células Combustível de Oxido Sólido (SOFC) são fonte de energia sustentável e viável para atender as demandas energéticas atuais. Composta de material cerâmico, seu estudo requer o entendimento da etapa de sinterização. Apoiado no conceito de Engenharia de Microestrutura, busca-se a sinterização com propriedades físicas otimizada, neste caso a do $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$. Assim, esse trabalho aborda o estudo da morfologia determinada pelo contorno de grão. E também, como esse é influenciado pelas alterações no processo da sinterização. A pesquisa é fundamentada nos pilares da revisão bibliográfica, análise de micrografias de Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), estudo dos ângulos diedrais e dos polígonos das faces dos grãos, por meio do *software* de análise de imagem *ImageJ*. A partir de essas características bidimensionais, remontar o grão tridimensionalmente com o auxílio do *software* CAD 3D *Autodesk Inventor*[®].

PALAVRAS-CHAVE: ângulos diedrais; *Autodesk Inventor*[®]; *ImageJ*; MEV; sinterização.

INTRODUÇÃO

A crescente demanda por energia elétrica tem gerado problemas relacionados à emissão de poluentes, motivando a busca por novas fontes energéticas alternativas e renováveis, em destaque dentre as tecnologias tem-se as Células a Combustível de Oxido Sólido (SOFC), que se utilizam de processos eletroquímicos para a geração de energia, tal qual as células a combustível, porém essas por sua vez utilizam material cerâmico como eletrólito sólido.

O processamento dos materiais cerâmicos, $BaCe_{0,9}Y_{0,1}O_{3-\delta}$, passa pela etapa sinterização. Processo no qual, o particulado compacto consolida-se em um corpo denso e este, por sua vez, influencia a microestrutura. Por consequência o controle da sinterização reflete numa cerâmica com propriedades físicas otimizadas, apoiada na ideia de engenharia de microestrutura. Todas as propriedades desse material são determinadas pela sua microestrutura, bem como sua morfologia, pelos contornos de grão, a distribuição e a descontinuidade da orientação cristalina.

Essa diversidade de parâmetros microestruturais é também acompanhada de uma distribuição de energias de interface nível, que são frutos da descontinuidade de planos cristalinos e a depender do nível dessa descontinuidade os contornos podem ser considerados mais ou menos energéticos (ROHRER et al., 2012).

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O processo de sinterização possui grande influência na formação da microestrutura do material cerâmico e por isso, o controle dessa etapa é fundamental no estudo e desenvolvimento de cerâmicas com propriedades físicas muito bem controladas. Dentre os fatores que interferem na dinâmica desse processo destacam-se a temperatura e o tempo de patamar, a taxa de aquecimento, a taxa de resfriamento, número de etapas, caminhos de difusão atômica. Trabalhos nesse campo de estudo mostram que a manipulação desses parâmetros em técnicas diferenciadas, como *fast sintering*, diferentemente da chamada sinterização convencional, têm se mostrado eficaz no controle e engenharia de microestrutura (GARCÍA et al., 1995; SEAL et al., 2006).

Embora as teorias associadas à sinterização de pós cerâmicos tenham sido baseadas em crescimento de monocristais, as cerâmicas são policristalinas e dessa forma o contorno de grão tem papel fundamental no perfil da microestrutura desses materiais. Desde o primeiro contato entre partículas até a consolidação do material como um corpo denso, há uma série de etapas limitadas por processos de difusão atômicos. Assim, seus aspectos geométricos são fundamentais para o entendimento e a investigação da sinterização. Um dos aspectos geométricos fundamentais é o ângulo diedral, que é o ângulo formado na região de contato entre dois grãos (GERMAN, 2014).

Tendo em mente que a distribuição de ângulos diedrais é um reflexo da distribuição de energias de contorno de grão, essa pesquisa tem o enfoque nas características geométricas dos grãos cerâmicos. Uma vez que o ângulo diedral é uma característica bidimensional, foram investigadas outras características similares como o tamanho de aresta de grão e os polígonos das faces dos grãos.

METODOLOGIA

Os estudos tiveram início com base em revisão bibliográfica sobre sinterização no processamento de cerâmicas, geometria de grãos e simulação de materiais cerâmicos, tendo como fontes livros especializados em sinterização e periódicos especializados no processamento cerâmico.

A próxima etapa visou a escolha das micrografias das amostras, as mais propícias para a análise no *software ImageJ*, essas são então divididas em partes para que seja possível a realização das medições. As micrografias analisadas são geradas em MEV, variam sua ampliação de 1.200x a 80.000x, para realizar as medições das imagens foi utilizado o *software* livre *ImageJ*, utilizando as ferramentas mais básicas foi mapeado os ângulos diedras e as arestas dos grãos (GOUVÊA, 2004).

O programa gera automaticamente tabelas que são abertas pelo *Microsoft Office Excel*, assim os dados obtidos nas medições são trabalhados para obterem-se assim os histogramas e as curvas normais de cada amostra.

Os dados obtidos com a análise das micrografias são utilizados para a geração de um modelo 3D, baseando-se num espaço caracterizado pela clara ausência de apenas um grão na imagem. Em uma micrografia onde houve claro facetamento completo dos grãos. O mapeamento dos polígonos das faces do grão também é realizado, por meio do *ImageJ*. A partir daí realizado a montagem deste no *software Autodesk Inventor*.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras analisadas foram sinterizadas em 1200°C e 1600°C, para um pó preparado com 5:1, cinco gramas de bolas para moagem para um grama de pó. Nos dados apresentados serão: em laranja os correspondentes a 1200°C e em azul os a 1600°C.

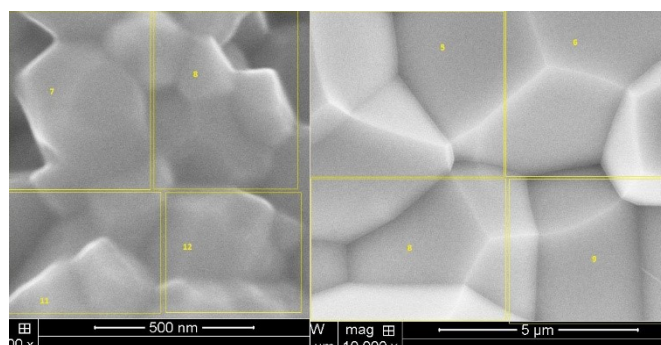


Figura 1. A esquerda a amostra sinterizada a 1200°C e a direita a 1600°C, imagens obtidas por MEV

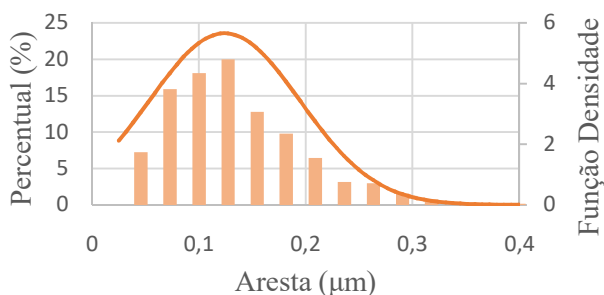


FIGURA 2A. Distribuição das arestas dos grãos a 1200°C.

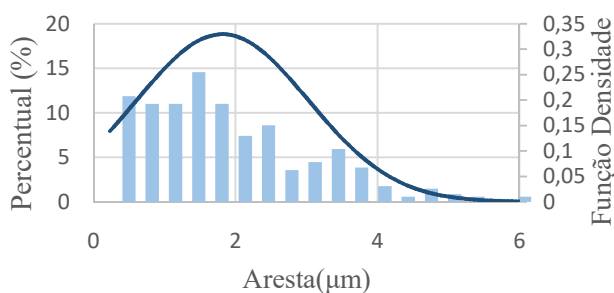


FIGURA 2B. Distribuição das arestas dos grãos a 1600°C.

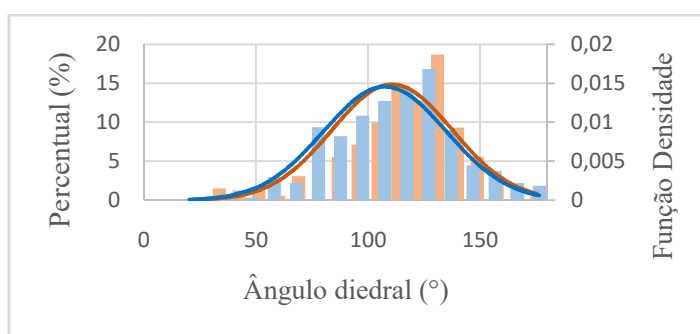


FIGURA 3. Distribuição dos ângulos diedrais nas amostras de 1200°C (laranja) e 1600°C (azul).

Comparando as curvas da figura 3, conclui-se que ambas as amostras sofreram densificação e atingiram similar grau de sinterização, já que a distribuição dos ângulos diedrais são muito próximas. Já a diferença de temperatura levou a diferentes tamanhos de grão, podendo ser associado à ativação dos processos distintos de difusão atômica, como pode ser visto nas figuras 2A e 2B. Neste caso, nota-se que a amostra sinterizada a 1200°C, apresenta suas arestas aproximadamente dez vezes menores do que às 1600°C.

O facetamento completo do grão, como pode ser visto na figura 1, ocorre apenas a 1600°C. Neste caso, quando ocorre o facetamento completo do grão, pode-se compará-lo ao grão ideal de sinterização, para compreender o quão próximo este processo se encontra do ideal, podendo ser visto nas figuras 4A, 4B e 4C.

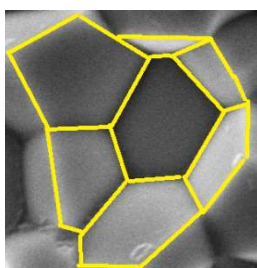


FIGURA 4A. Mapeamento dos poliedros das faces de um grão.

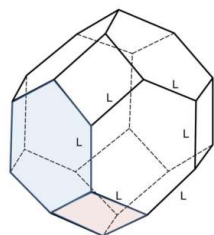


FIGURA 4B. Grão ideal.
Fonte: GERMAN, 2014.

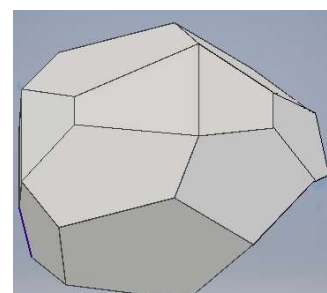


FIGURA 4C. Grão montado no software Autodesk Inventor®.

A Figura 4A mostra uma forma viável de reconstruir o grão sinterizado, figura 4C. Um parâmetro para é o grão ideal, o tetradecágono (GERMAN, 2014). Com um grão completamente facetado é possível comprar o processo de sinterização real com o ideal. Para a construção do grão real, foi utilizado o *ImageJ*, para a coleta dos dados dos polígonos das faces e o *Autodesk Inventor*® para a montagem.

CONCLUSÕES

Nos resultados obtidos já se pode diferenciar amostras sinterizadas em diferentes temperaturas através de características bidimensionais dos grãos pelo *ImageJ*, principalmente através do tamanho da aresta. A partir das imagens de MEV é possível remontar o grão em 3D através do *Autodesk inventor*[®].

AGRADECIMENTOS

Os autores desse texto agradecem ao Centro Nacional de Pesquisas em Energia e Materiais (CNPEM) e ao IFSP por ceder sua estrutura e equipamentos, além do suporte financeiro proporcionado pelo IFSP e pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

REFERÊNCIAS

GARCÍA, D. E. et al. Fast firing of reaction-bonded aluminum oxide RBAO composites. **Journal of Materials Science**, v. 30, n. 20, p. 5121–5124, 1995.

GERMAN, R. M. **Sintering: From Empirical Observations To Scientific Principles**. 1^o Edição ed. Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2014.

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.

SEAL, A. et al. Fast firing of lead zirconate titanate ceramics at low temperature. **Materials Chemistry and Physics**, v. 97, n. 1, p. 14–18, 2006.