

OBTENÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS POR TÉCNICAS DE “CHIMIE DOUCE” E SUA CARACTERIZAÇÃO FÍSICA

Johnson Denis Yang e Eliana Navarro dos Santos Muccillo
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

Células a combustível são dispositivos eletroquímicos que têm como vantagem a alta conversão de energia química em elétrica. A estrutura básica deste tipo de dispositivo consiste de um cátodo, um ânodo e um eletrólito sólido, além de interconectores e selantes [1]. As células a combustível de óxido sólido (SOFC), nas quais o eletrólito é um condutor de íons oxigênio, operam a temperaturas da ordem de 800 °C a 1.000 °C [2].

A técnica do citrato amorfo se baseia na complexação dos cátions metálicos de interesse, retardando a difusão destes e, com isto, evitando sua segregação [3]. Assim, é possível produzir pós cerâmicos com alta pureza, alta superfície específica [4] e alta homogeneidade química em escala molecular [5].

OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivos a obtenção e a caracterização de soluções sólidas de $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ sem e com adição de Mn, sintetizadas pela técnica do citrato amorfo.

METODOLOGIA

Para a síntese de $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ e $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}+1\%$ Mn pela técnica de citrato amorfo, utilizou-se como materiais de partida $Ce(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Gd_2O_3 , ácido cítrico anidro e $MnCO_3$ de alta pureza. Os reagentes foram misturados em proporções estequiométricas e a quantidade de ácido cítrico foi 2 mol equivalente-grama de ácido cítrico para cada 1 mol equivalente-grama total de metal [6]. A solução contendo os cátions foi aquecida até a formação de um gel que, com a secagem, se transformou em uma resina. A resina foi

pré-calcinada a 250°C, em seguida calcinada a 600°C, e amostras cilíndricas foram preparadas por compactação seguida de sinterização ao ar.

A morfologia da resina obtida foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (Philips, XL30). Os pós obtidos pela calcinação da resina a 250 °C foram analisados por análise termogravimétrica e térmica diferencial (Netzsch, STA409), e difração de raios X (Bruker-AXS, D8 Advance). Os pós calcinados foram observados em microscópio eletrônico de varredura. Após a sinterização foi determinada a densidade aparente das amostras pelo princípio de Arquimedes.

RESULTADOS

A Figura. 1 mostra o difratograma de raios X da amostra contendo Mn.

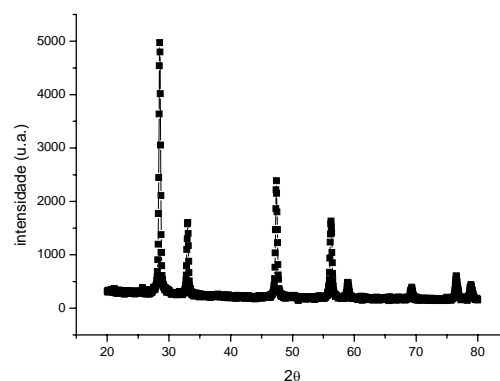


Figura 1 - Difratograma de raios X da $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ contendo 1% mol Mn.

Todos os picos de difração correspondem àqueles da céria. Não são observados picos de difração de fases secundárias.

A Figura. 2 mostra as curvas termogravimétrica e térmica diferencial da resina precursora de $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ contendo 1% mol Mn.

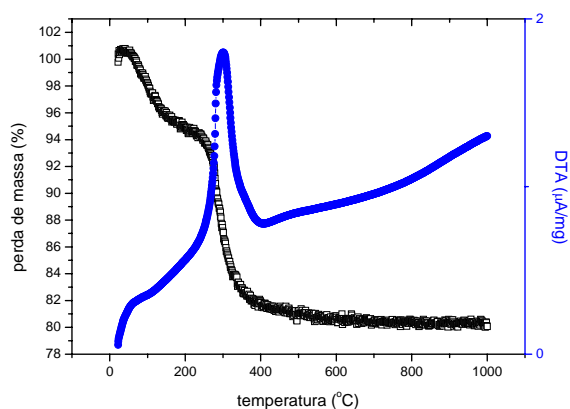


Figura 2 - Curvas termogravimétrica e termodiferencial da resina precursora de $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ contendo 1% mol Mn.

A curva termogravimétrica (em preto) mostra uma perda de massa de ~ 4% entre a temperatura ambiente e ~200°C devido a eliminação de água. Entre ~200 e 400°C ocorre a decomposição térmica dos citratos metálicos. Essa decomposição dos citratos é acompanhada de liberação de energia (evento exotérmico) , como mostra a curva termodiferencial (em azul).

Essa temperatura de decomposição térmica é pouco inferior à da resina sem o Mn. Outras análises estão mostrando as diferenças nos materiais preparados com e sem a adição de Mn.

CONCLUSÕES

Soluções sólidas de $Ce_{0,8}Gd_{0,2}O_{1,9}$ foram preparadas com sucesso pela técnica do citrato amorfo.

As resinas obtidas sem e com a adição de Mn apresentam características pouco diferentes quanto à decomposição térmica.

Os difratogramas de raios X não revelam diferenças entre os materiais obtidos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] H. M. Villullas, E. A. Ticianelli, E. R. Gonzales, *Células a combustível: energia limpa a partir de fontes renováveis*, Química Nova 15, (2002) 28-34.
- [2] R. S. Amado, L. F. B. MALTA, F. M. S. Garrido, M. H. Medeiros, *Pilhas a combustível de óxido sólido: materiais, componentes e configurações*, Química Nova, 30 (2007) 189-197.
- [3] P. Courty, B. Delmon, C. Marcilly, A. Sugier, FR Patent n° 1.604.707, 1968.
- [4] D. W. Johnson Jr., *Nonconventional powder preparation techniques*, Am. Ceram. Soc. Bull. 60 (1981) 221-224.
- [5] D. Segal, *Chemical synthesis of ceramic materials*, J. Mater. Chem. 7 (1997) 1297-1305.
- [6] R. A. ROCHA, *Obtenção e caracterização de eletrólitos sólidos de céria-gadolínia*, Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2001.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq