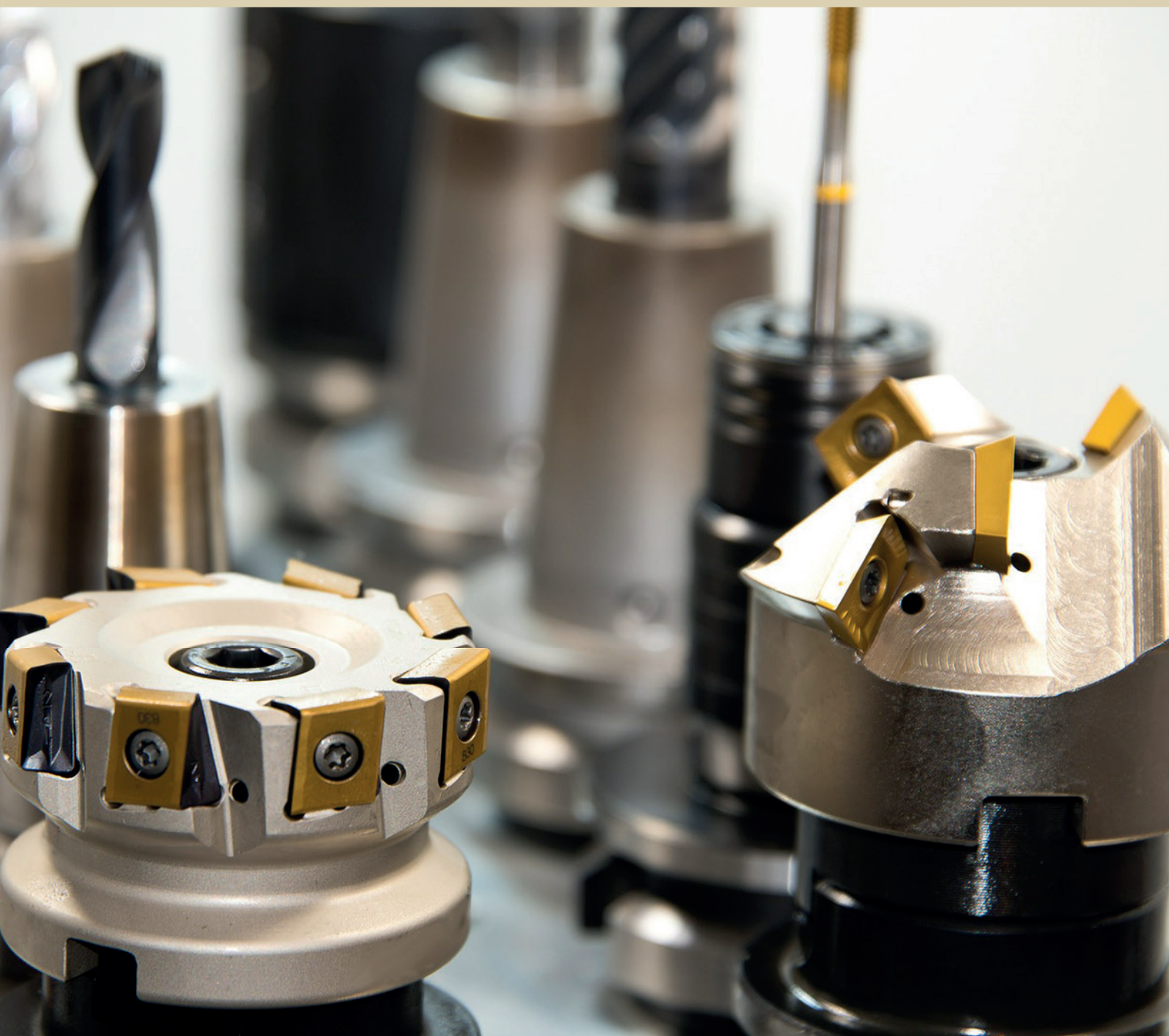


# Ciência e Engenharia de Materiais

Marcia Regina Werner Schneider Abdala  
(Organizadora)



 **Atena**  
Editora

Ano 2018

**MARCIA REGINA WERNER SCHNEIDER ABDALA**

(Organizadora)

# **Ciência e Engenharia de Materiais**

Atena Editora

2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

**Editora Chefe:** Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

**Diagramação e Edição de Arte:** Geraldo Alves e Natália Sandrini

**Revisão:** Os autores

### **Conselho Editorial**

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas  
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília  
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa  
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná  
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista  
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia  
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria  
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia  
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice  
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense  
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins  
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte  
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão  
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará  
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista  
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará  
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas  
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande  
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

#### **Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)**

C569 Ciência e engenharia de materiais [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 1)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-85107-62-8

DOI 10.22533/at.ed.628183010

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

[www.atenaeditora.com.br](http://www.atenaeditora.com.br)

## APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
COMPÓSITOS AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZRO <sub>2</sub> : PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Luiz Fernando Grespan Setz</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>16</b>
PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>25</b>
AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE ZRO <sub>2</sub> (3%MOL Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	
<i>Caio Marcello Felbinger Azevedo Cossú</i>	
<i>Claudinei dos Santos</i>	
<i>Manuel Fellipe Rodrigues Paes Alves</i>	
<i>Leonardo Queiroz Bueno Campos</i>	
<i>Bruno Galvão Simba</i>	
<i>Roberto de Oliveira Magnago</i>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>42</b>
EFEITO DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE POLIMENTO DE PORCELANATO NAS PROPRIEDADES DE BLOCOS CERÂMICOS	
<i>Geovana Lira Santana</i>	
<i>Manoel da Cruz Barbosa Neto</i>	
<i>Ricardo Peixoto Suassuna Dutra</i>	
<i>Daniel Araújo de Macedo</i>	
<i>Lizandra Fernanda Araújo Campos</i>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>51</b>
ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PROPORÇÃO DO SUBSTITUINTE CÁLCIO NA ATIVIDADE CATALÍTICA NA REDE DA PEROVSKITA LA <sub>(1-x)</sub> CA <sub>(x)</sub> MNO <sub>3</sub> (X=0,2 E 0,4)	
<i>Anderson Costa Marques</i>	
<i>Mariza de Carvalho Montenegro Fernandes</i>	
<i>Cássia Carla de Carvalho</i>	
<i>Ana Karenina de Oliveira Paiva</i>	
<i>Filipe Martel de Magalhães Borges</i>	
<i>Felipe Olobardi Freire</i>	
<i>Alexandre de Sousa Campos</i>	
<i>Juan Alberto Chaves Ruiz</i>	
<b>CAPÍTULO 6</b> .....	<b>61</b>
INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE MAGNÉSIO NA ZEÓLITA MCM-22 UTILIZANDO A TÉCNICA DE IMPREGNAÇÃO POR COMPLEXAÇÃO	
<i>André Miranda da Silva</i>	
<i>Vitória de Andrade Freire</i>	
<i>Caroline Vasconcelos Fernandes</i>	
<i>Franciele Oliveira Costa</i>	
<i>Bianca Viana de Sousa</i>	

**CAPÍTULO 7 ..... 69**

AVALIAÇÃO DA ADIÇÃO DO PÓ DE RESÍDUO DE MANGANÊS EM MATRIZ CERÂMICA PARA REVESTIMENTO

*Ana Claudia Rangel da Conceição*  
*Eval Oliveira Miranda Junior*  
*Helen Fernandes de Sousa*  
*Olímpio Baldoino da Costa Vargens Neto*  
*Victor Antunes Silva Barbosa*  
*Oswaldo Cruz Santos*  
*Mirtânia Antunes Leão*

**CAPÍTULO 8 ..... 81**

ANÁLISE DO CUSTO DE FABRICAÇÃO BASEADO NA GEOMETRIA DE PEÇAS CERÂMICAS USANDO ERP - ESTUDO DE CASO EM MPE

*Suellen de Mendonça Terroso Ferreira Jacoboski*  
*Marcia Silva de Araujo*  
*José Alberto Cerrí*

**CAPÍTULO 9 ..... 93**

SÍNTESE TERMAL DE PENEIRA MOLECULAR DE ÓXIDO DE MN K-OMS-2 A PARTIR DE K-BIRNESSITA OBTIDA PELO MÉTODO SOL-GEL

*Bruno Apolo Miranda Figueira*  
*Dayane dos Santos Rezende*  
*Kássia Lene Lima Marinho*  
*Milena Carvalho de Moraes*  
*Gilvan Pereira de Figueiredo*  
*José Manuel Rivas Mercury*

**CAPÍTULO 10 ..... 99**

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE COBALTO NA PENEIRA MOLECULAR SBA-15

*Franciele Oliveira Costa*  
*Jonas Santana Albuquerque*  
*Bianca Viana de Sousa*

**CAPÍTULO 11 ..... 109**

ATIVAÇÃO POR CALCINAÇÃO DO ÓXIDO DE ZIRCÔNIA UTILIZANDO DIFERENTES TEMPERATURAS INCORPORADO NA PENEIRA MOLECULAR MCM-41

*Maria Rosiane de Almeida Andrade*  
*Carlos Eduardo Pereira*  
*José Jaílson Nicácio Alves*  
*Bianca Viana de Sousa Barbosa*

**CAPÍTULO 12 ..... 119**

PROCEDIMENTOS NA SIMULAÇÃO MATEMÁTICA PARA DETERMINAÇÃO DE VALORES E MAXIMIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE NOVOS MATERIAIS CERÂMICOS

*José Vidal Nardi*  
*Aline Souza Lopes Ventura Nardi*

**CAPÍTULO 13 ..... 136**

PRODUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO A PARTIR DE RESÍDUO DA PEDRA CARIRI VISANDO SUA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS

*Tiago Maia Esmeraldo Alves*  
*Ana Cândida de Almeida Prado*

**CAPÍTULO 14..... 148**

SÍNTESE DE NANOCATALISADORES CERÂMICOS DE COMPOSIÇÃO  $ZR_{1-x}CE_xO_2$  PARA PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEL GASOSO ECOLOGICAMENTE CORRETO

*Pedro Henrique Pinheiro Lima*  
*Gislayne Rayane Alves da Silva*  
*Francisco Natanael Félix Barbosa*  
*Maria Isabel Brasileiro*  
*Laédna Souto Neiva*

**SOBRE A ORGANIZADORA ..... 159**

## PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTHERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

**João Domingos Covello Carregosa**

Universidade Federal de Sergipe - Departamento  
de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristóvão – SE

**Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira**

Universidade Federal de Sergipe - Departamento  
de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristóvão – SE

**RESUMO:** Neste trabalho, pós de óxido de cério ( $\text{CeO}_2$ ) foram obtidos via síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas em tempos de síntese extremamente rápidos. A morfologia dos pós foi observada por MEV. Além disso, foram realizadas análises de dilatométrica, TG-DTA e DRX. Os resultados apontaram picos característicos da estrutura cúbica tipo fluorita, referente ao óxido de cério, sem presença de picos secundários. Observou-se também que as amostras processadas em patamares de 10 e 20 minutos apresentaram comportamentos distintos quanto às propriedades térmicas e cristalinidade.

**PALAVRAS-CHAVE:** óxido de cério, síntese, micro-ondas.

**ABSTRACT:** In this work, cerium oxide powders ( $\text{CeO}_2$ ) were obtained via microwave-assisted hydrothermal synthesis in extremely fast synthesis times. The morphology of the post

was observed by MEV. In addition, dilatometric analyses, TG-DTA and DRX were carried out. The results pointed to characteristic peaks of the fluorite type cubic structure, pertaining to cerium oxide, without the presence of secondary peaks. It was also observed that samples processed at 10 and 20 minute levels showed distinct behaviors regarding thermal and crystallinity properties.

**KEYWORDS:** cerium oxide, synthesis, microwave.

### 1 | INTRODUÇÃO

Dentre vários óxidos de terras raras o óxido de cério ( $\text{CeO}_2$ ) é o óxido mais importante devido a sua extraordinária estabilidade química e térmica. Óxido de cério tem múltiplas aplicações, tais como, eletrólito sólido para células a combustível de óxido sólido, bloqueador de radiação ultravioleta, catalisador, materiais luminescentes, polimento químico e mecânico, e sensor de gás oxigênio (Trovarelli 1996, Steele and Heinzl 2001, Xijuan, Pingbo et al. 2001). Apresenta-se em uma estrutura cúbica tipo fluorita em que cada átomo de cério é cercado por oito átomos de oxigênio em um arranjo cúbico de faces centradas.

Nos últimos anos, a irradiação de micro-



ondas tem sido explorada como uma nova fonte de aquecimento para a síntese de nanopartículas (Wang and Nann 2009). Ao contrário do tradicional aquecimento convectivo que gera calor através de correntes convectivas e condutividade térmica, irradiação de micro-ondas transfere diretamente a energia ao solvente, precursor ou estabilizador do sistema de síntese. A principal vantagem desta forma de aquecimento é que a mistura de reação pode ser rapidamente e uniformemente aquecida a uma temperatura determinada, levando a um maior rendimento da síntese, menor tempo de reação, menor temperatura de reação, menor quantidade de subprodutos e melhor distribuição de tamanho de partícula (Baghbanzadeh, Carbone et al. 2011, Muthuswamy, Iskandar et al. 2012, Liang, Zhang et al. 2016, Singireddy, Pedireddi et al. 2016).

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Pós de  $\text{CeO}_2$  foram obtidos conforme adaptação de metodologia descrita por Gonjal *et al.* (Prado-Gonjal, Schmidt et al. 2012). Nitrato de cério (III) hexahidratado  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99,9% (Sigma-Aldrich), e hidróxido de sódio  $\text{NaOH}$ , 97% (Sigma-Aldrich) foram utilizados como precursores de partida.

Para a síntese do  $\text{CeO}_2$ , inicialmente, foi utilizado como reagente o nitrato de cério diluído em água destilada, em uma concentração de 5% em massa (0,2302mol/L). A solução contida em um becker de 150 mL foi submetida à agitação magnética durante 10 minutos. Em seguida, foi adicionado 50 mL de hidróxido de sódio [ $\text{NaOH}$  (5mol/L)] à solução, de modo que o pH da mesma atingisse o valor básico de 14. Após a basificação da solução, a mesma foi transferida para um recipiente de teflon autoclavado e, então, inserida em um equipamento hidrotermal de micro-ondas, reator MARS 6 – CEM, operando a 2,2 GHz, potência máxima de 800 Watts, sobre uma taxa de aquecimento de 25°C/min até 120°C e patamares de 10 e 20 min.

Ao final do processamento via micro-ondas, o produto obtido foi resfriado de forma espontânea, gradativamente, até atingir a temperatura ambiente. O precipitado formado foi filtrado e lavado com água destilada várias vezes com o objetivo de se reduzir a condição básica desse produto e remoção completa dos íons  $\text{Na}^+$  e  $\text{NO}_3^-$  até pH próximo de 7,0. O produto final foi submetido a um processo de secagem em estufa a 120°C por 24 horas, apresentando-se na forma de um pó de coloração amarelada, característica do hidróxido de cério. Posteriormente os pós foram macerados em almofariz de ágata e peneirados (325 mesh). Dois tempos de síntese foram estudados neste trabalho (10 e 20 min).

A análise termogravimétrica (TG) e térmica diferencial (DTA) foram feitas simultaneamente (NETZSCH STA 449 F1 Jupiter) utilizando a alumina como material de referência. As condições experimentais utilizadas foram: atmosfera de  $\text{N}_2$ , razão de aquecimento igual a 10 °C/min, temperatura máxima de 1000 °C e massa fixa de

35,5mg de amostra. Os resultados obtidos foram fundamentais para determinação da temperatura de calcinação dos pós, que foi de 700 °C. Após a calcinação, as amostras foram compactadas por prensagem uniaxial em um molde metálico Ø 6 mm com o auxílio de uma prensa hidráulica aplicando-se 100 MPa de tensão por aproximadamente 60 segundos. Os compactados apresentaram densidade a verde de aproximadamente 53% da densidade teórica da céria pura (7,22 g/cm<sup>3</sup>)

Foram realizados ensaios dilatométricos para orientar a curva de sinterização, os ensaios foram realizados utilizando amostras no formato de pastilhas em dilatômetro, modelo Netzsch DIL 402PC, sob fluxo de 130 mL/min de ar sintético, sob uma taxa de aquecimento e resfriamento constante de 5 °C/min. Após avaliação da curva de retração as amostras CeO<sub>2</sub> foram sinterizadas à 1200 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, forno EDG modelo F1700-I, e patamar de 4h para ambas amostras.

As amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX) pelo método do pó, em equipamento LabX 6000 da Shimadzu com fonte de radiação Cu- $\alpha$  (1,54 Å), operando em 40 kV/ 30 mA, com 2 $\theta$  variando de 20° a 85°, em modo de varredura contínua com o passo de 1° min<sup>-1</sup>. Os difratogramas foram tratados com o auxílio do software *X'Pert HighScorePlus*, a identificação das fases presentes foi feita através da observação dos planos cristalinos característicos das amostras através da comparação com difratogramas constantes do PDF2 – ICDD. Com os dados obtidos foi estimado o valor do tamanho de cristalito das amostras, utilizando-se como referência seu respectivo pico de difração mais intenso, pela equação de Scheerrer.

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente a difratometria de raios X foi utilizada para investigar as características e a pureza dos pós precursores obtidos pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas (HMO). Os picos de difração apresentados na Figura 1 foram indexados com base nas cartas JPCDS 34.0394, grupo espacial Fm3m, sistema cristalino cúbico (fluorita). A ausência de fases secundárias atesta a pureza dos pós sintetizados via HMO.

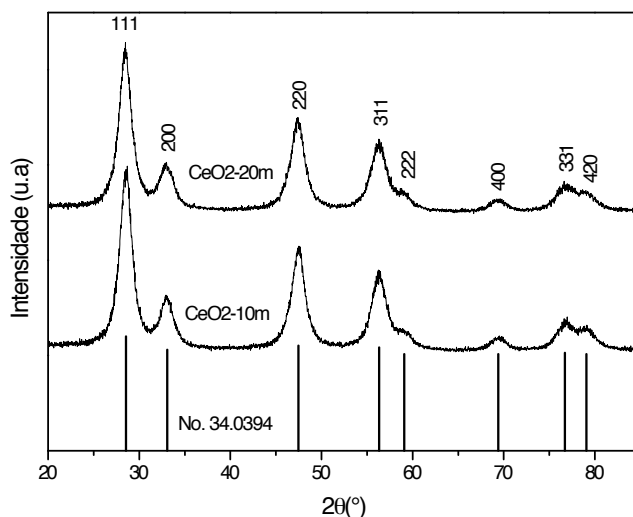


Figura 1 - Difratomogramas de raios X dos pós obtidos via HMO

Os valores estimados para o tamanho de cristalito foram de 34,7nm para a céria sintetizada a 10 min (CeO<sub>2</sub>-10m), e 8,7nm para a sintetizada a 20 min (CeO<sub>2</sub>-20m). Em um ambiente de hidrotermalização sob pressão e temperatura, as partículas de céria são formadas pelo processo de nucleação e crescimento dos cristais, e com o passar do tempo crescem até tal ponto chamado de tamanho crítico, partículas com alta energia e alta área superficial, e então se redissolvem na solução alcalina até recrystalizarem, não havendo um comportamento linear no que diz respeito à redução do tamanho de cristalito e a redução do parâmetro tempo de síntese [17].

As Figuras 2 a) e b), mostram a morfologia analisada por microscopia eletrônica de varredura dos pós obtidos via síntese HMO. Analisando as micrografias, observa-se que as partículas são relativamente pequenas, esse pequeno tamanho de partícula gera uma força motriz para aglomeração das mesmas, isto corroborou para que apresentassem uma forte tendência a um estado de aglomeração entre si, formando uma estrutura perceptivelmente porosa. Também foi possível observar a formação de aglomerados de partículas relativamente grandes, constituídos por pequenas partículas fracamente ligadas por forças de Van de Waals, ou seja, agregados de partículas de fácil desaglomeração.

Os aglomerados apresentaram morfologia e tamanho uniformes, para ambas as composições. A importância da análise da morfologia dos pós deve-se a influência que a forma e o tamanho dos aglomerados exercem na densificação dos corpos de prova sinterizados. Sabe-se, por exemplo, que pós constituídos de cristalitos nanométricos e com baixo nível de aglomeração, favorecem a densificação dos sinterizados (Prasad, Son et al. 2010).

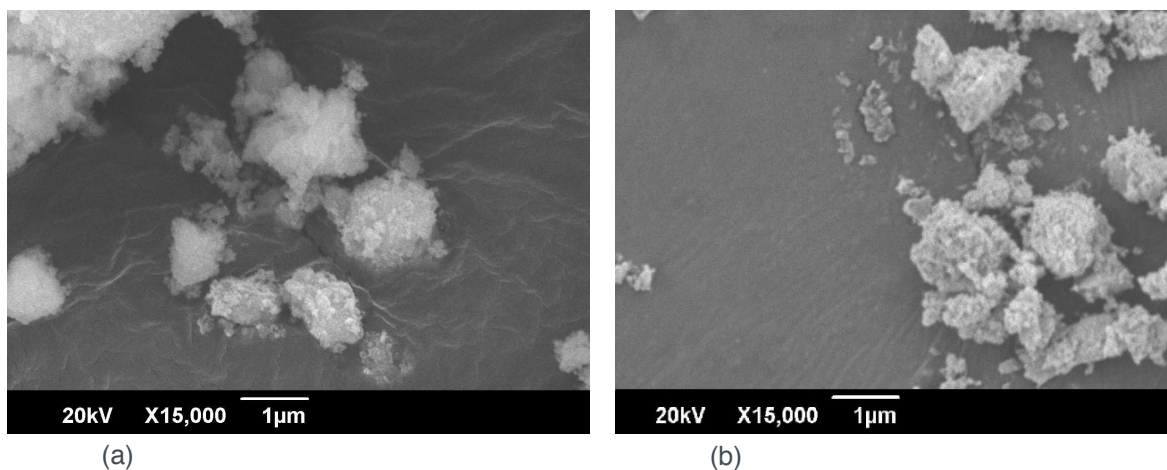


Figura 2 - Micrografias MEV dos pós sintetizados de (a) CeO<sub>2</sub> - 10m e (b) CeO<sub>2</sub> - 20m

A Figura 3 apresenta o resultado da termogravimetria dos pós precursores da céria sintetizados à 10 e 20 min. De acordo com esses resultados, as maiores perdas de massa ocorrem abaixo de 600 °C, resultado da decomposição térmica. No intervalo de temperatura entre 30 e 130 °C é observada uma pequena perda de massa (< 3%) associada com a desidratação dos pós. A maior perda de massa ocorre entre 30 e 230 °C para as duas amostras, resultado da eliminação de água adsorvida e correspondeu a uma perda de massa de ~4%. De 250 a 450 °C a perda de massa é referente à decomposição de nitratos que não foram totalmente eliminados na lavagem. Observa-se também que as perdas de massa estabilizam a aproximadamente 700 °C, os pós precursores foram então calcinados à esta temperatura, com 1h de patamar, a fim de cristalizar a fase CeO<sub>2</sub> na forma de partículas com alta reatividade (área superficial) e sinterabilidade. Com base nestes resultados de termogravimetria, essa temperatura de calcinação pode ser entendida como um limite máximo, uma vez que pós mais finos e reativos são susceptíveis de serem obtidos a temperaturas de calcinação mais baixas.

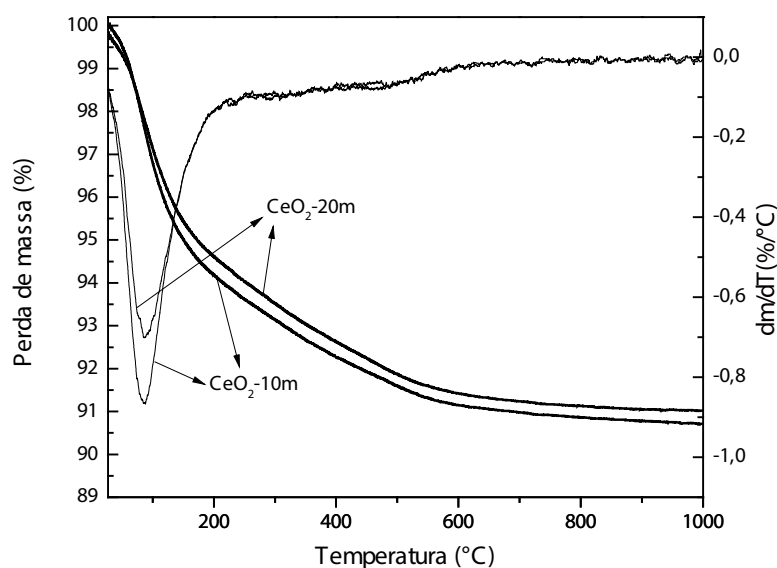


Figura 3 - Curva TG e DTG para pós de céria sintetizados via HMO

A análise térmica diferencial (DTA) dos pós precursores é apresentada na Figura 4. Uma banda endotérmica é observada com máximo em cerca de 100 °C em ambas as amostras, e corresponde à eliminação da água superficial. A banda endotérmica por volta de 230 °C representa a decomposição de nitratos (residual). Observa-se também uma banda exotérmica com máximo entre 312 e 340 °C que é seguido por um evento endotérmico entre 690 e 715 °C, provavelmente associado com a desidratação do hidróxido de cério para o óxido de cério.

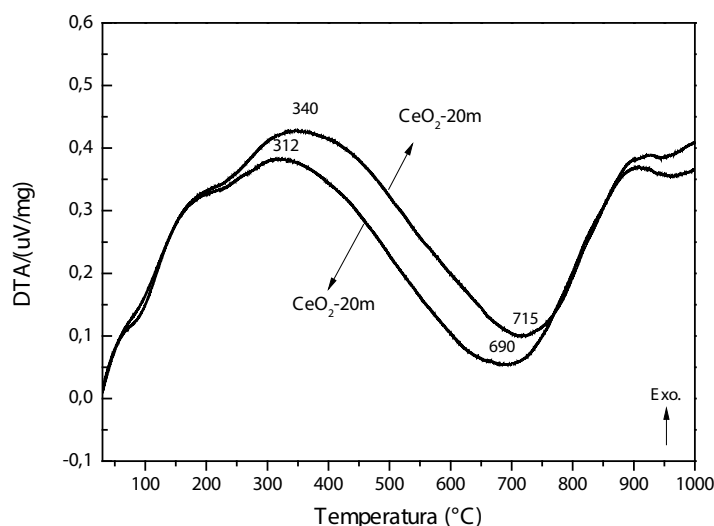


Figura 4 - Curvas de DTA para pós de céria sintetizados via HMO

As curvas de retração linear obtidas através de dilatometria são mostradas na Figura 5. Para  $\text{CeO}_2$ -10m e  $\text{CeO}_2$ -20m observa-se uma curva típica de retração linear onde a fase inicial do processo de sinterização ocorre em aproximadamente 900 °C. O estágio intermediário de sinterização, onde a retração do compacto é mais acentuada está entre 950 e 1150 °C. A retração cessa à aproximadamente 1200 °C, indicando o estágio final de sinterização, onde há predominância do crescimento de grãos. Observa-se claramente a dependência do tempo síntese na retração linear dos corpos de prova, de maneira que todas as amostras sintetizadas à 20 min apresentaram maior retração e conseqüentemente, como ilustrado na Figura, apresentaram densidades relativas superiores às amostras sintetizadas à 10min.

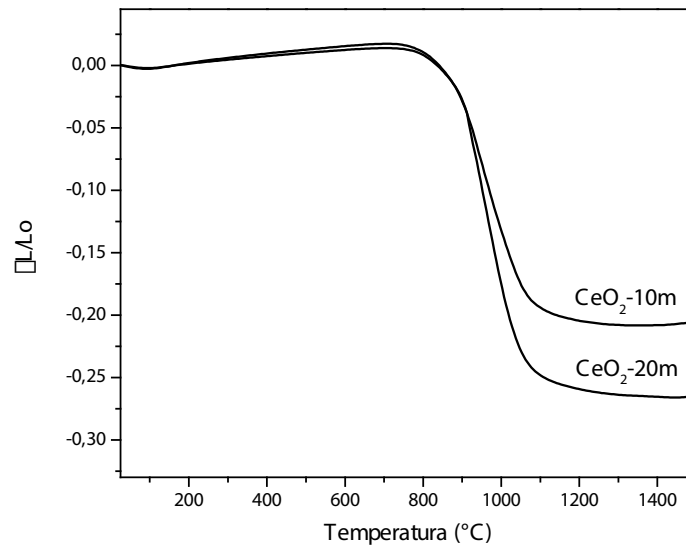


Figura 5 - Retração linear dos corpos de prova compactados

A Figura 6 mostra morfologia das amostras (a)  $\text{CeO}_2$ -10m e (b)  $\text{CeO}_2$ -20m respectivamente, sinterizadas à 1200 °C por 4h, a integração dos grãos pode ser verificada por estas imagens, sem presença de poros aparentes, além disso, é possível observar que, aparentemente, não existe uma relação direta entre o tempo de síntese dos pós (10 e 20 min) no tamanho médio dos grãos. Estas amostras são bastantes densas, e corroboram com os valores obtidos pelo método de Arquimedes, onde foi obtida uma densidade relativa de 96 e 97 % respectivamente.

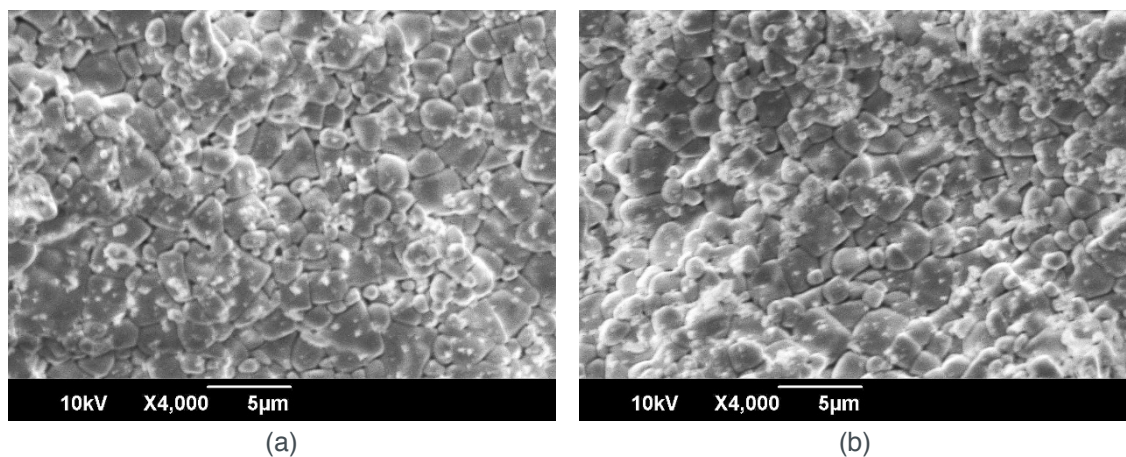


Figura 6 - Micrografias obtidas por MEV das amostras sinterizadas a 1200 °C por 4h, (a)  $\text{CeO}_2$  - 10m e (b)  $\text{CeO}_2$  - 20m

Na Figura 7 pode-se observar os difratogramas das amostras sinterizadas, com as respectivas cartas-padrão indexadas. A formação da fase fluorita é confirmada em todos os casos. Os picos estão em conformidade com o óxido de cério. Todos os picos podem ser atribuídos aos planos cristalinos (111) (200) (220) (311) (222) (400) (331) e (420).

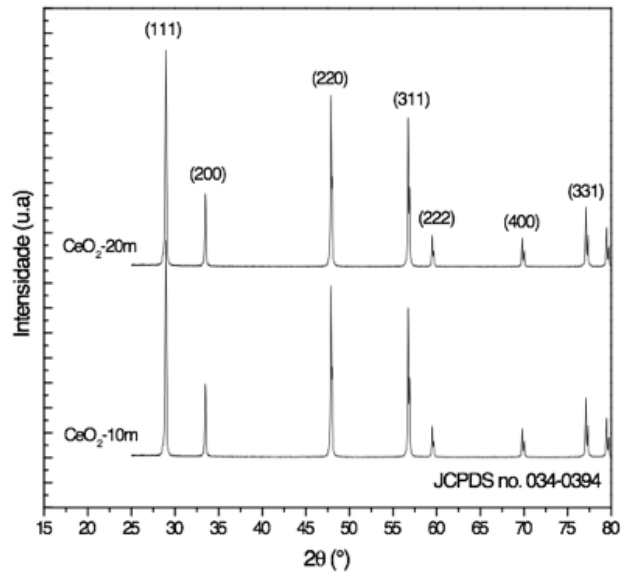


Figura 7 - Difratogramas de raios X das amostras sinterizadas à 1200 °C por 4h

## CONCLUSÃO

Pós com composições de  $\text{CeO}_2$  foram obtidos via síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas em temperatura e tempos e temperaturas de síntese baixos. Para ambas as formulações, os difratogramas dos pós precursores apresentam picos característicos da estrutura cúbica tipo fluorita, referente ao óxido de cério ( $\text{CeO}_2$ ), sem presença de picos secundários. A amostra sintetizada em patamar de 20 minutos apresentou tamanho de cristalito inferior a sintetizada em patamar de 10 minutos.

De acordo com as análises termogravimétricas as maiores perdas de massa ocorrem abaixo de 600 °C, referentes à eliminação de água adsorvida e decomposição de nitratos residuais, e se estabiliza em torno 700 °C.

As curvas de retração linear mostraram que a retração cessa à aproximadamente 1200 °C para as amostras de  $\text{CeO}_2$ , além disso a amostra  $\text{CeO}_2$ -20m apresentou uma maior retração corroborando com os dados obtido pelo método de Arquimedes para densidade relativa.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq e a CAPES pelo auxílio financeiro.

## REFERÊNCIAS

Baghbanzadeh, M., et al. (2011). “**Microwave-assisted synthesis of colloidal inorganic nanocrystals.**” *Angewandte Chemie International Edition* **50**(48): 11312-11359.

Liang, Y. J., et al. (2016). “**Ultrafast Preparation of Monodisperse  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Nanoparticles by Microwave-Assisted Thermal Decomposition.**” *Chemistry-A European Journal* **22**(33): 11807-11815.

Muthuswamy, E., et al. (2012). **“Facile synthesis of germanium nanoparticles with size control: microwave versus conventional heating.”** Chemistry of Materials **25**(8): 1416-1422.

Prado-Gonjal, J., et al. (2012). **“Increased ionic conductivity in microwave hydrothermally synthesized rare-earth doped ceria  $Ce_{1-x}RE_xO_{2-(x/2)}$ .”** Journal of Power Sources **209**: 163-171.

Prasad, D. H., et al. (2010). **“A significant enhancement in sintering activity of nanocrystalline  $CeO_2$  powder synthesized by a glycine-nitrate-process.”** Journal of Ceramic Processing Research **11**(2): 176-183.

Singireddy, A., et al. (2016). **“Beneficial effects of microwave assisted heating versus conventional heating in synthesis of cyclodextrin based nanosponges.”** Materials Today: Proceedings **3**(10): 3951-3959.

Steele, B. C. and A. Heinzl (2001). **“Materials for fuel-cell technologies.”** Nature **414**(6861): 345-352.

Trovarelli, A. (1996). **“Catalytic properties of ceria and  $CeO_2$ -containing materials.”** Catalysis Reviews **38**(4): 439-520.

Wang, H.-Q. and T. Nann (2009). **“Monodisperse upconverting nanocrystals by microwave-assisted synthesis.”** Acs Nano **3**(11): 3804-3808.

Xijuan, Y., et al. (2001). **“Size-dependent optical properties of nanocrystalline  $CeO_2:Er$  obtained by combustion synthesis.”** Physical Chemistry Chemical Physics **3**(23): 5266-5269.



## **SOBRE A ORGANIZADORA**

**Marcia Regina Werner Schneider Abdala:** Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação lato sensu; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-85107-62-8

