

08 a 11 de Outubro de 2018
Instituto Federal Fluminense
Búzios - RJ

EFEITO DA ADIÇÃO DE ÓXIDO DE CÉRIO NA DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA DO BaTiO_3

Sarita de Miranda Rimes¹ – saritamrimes@gmail.com

Mônica Calixto de Andrade¹ – monicalixtoandrade@gmail.com

Leôncio Diógenes Tavares Câmara¹ – diogenescamara@gmail.com

João Gabriel Souza Debossam¹ – jdebossam@iprj.uerj.br

Geysa Negreiros Carneiro² – geysa.negreiros@hotmail.com

¹ Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Instituto Politécnico – Nova Friburgo, RJ, Brazil

² Universidade Estadual do Norte Fluminense, Centro de Ciências e Tecnologia – Campos dos Goytacazes, RJ, Brazil

Resumo. No presente estudo, foram realizados experimentos com o intuito de analisar a distribuição granulométrica do pó de titanato de bário dopado com óxido de cério, em concentrações de 1% e 5% de CeO_2 , comparando os resultados com amostras de titanato de bário sem dopagem, chamadas “puras”. Essas, apesar de não conterem óxido de cério, foram misturadas, anteriormente, a alguns tipos de reagentes, para diminuir a temperatura de calcinação do composto. As amostras foram calcinadas a 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C, formando, então, um total de doze amostras. A análise granulométrica foi feita pelo equipamento Mastersizer 2000E, da Malvern Instruments, e a amostra foi estudada antes e depois do uso do ultrassom. Foi observado que apenas a amostra dopada com 1% de CeO_2 , calcinada a 800 °C, não apresentou diminuição no tamanho de partícula. No entanto, para a amostra com 5% de CeO_2 , calcinada nessa mesma temperatura, houve diminuição. Os resultados sugerem, portanto, que nem sempre a dopagem com óxido de cério acarreta na diminuição do tamanho das partículas, mas que esta depende, ainda, da temperatura na qual a amostra foi preparada e da concentração de dopante no composto.

Palavras-chave: Titanato de bário, Óxido de cério, Análise granulométrica, Difração laser.

1. INTRODUÇÃO

A piezoelectricidade é uma forma alternativa de obtenção de energia, de baixo custo, que consiste na geração de energia elétrica através da aplicação de uma pressão mecânica no material. Os materiais da família do titanato zirconato de chumbo, também conhecidos como PZT, possuem uma alta faixa de aplicabilidade e baixo custo, sendo por isso os materiais piezoelétricos comerciais mais utilizados atualmente. Entretanto, há uma crescente preocupação em termos de saúde e segurança em todo o mundo, levando à necessidade de pesquisas e estudos em busca de cerâmicas piezoelétricas não prejudiciais ao ambiente (Setasuwon *et al.*, 2005). Há ainda o problema relacionado a capacidade de volatilização do chumbo, que dificulta o ajuste estequiométrico (Andrade *et al.*), e sua perda, com a consequente variação na composição, afeta tanto o processo de densificação quanto as propriedades eletromecânicas intrínsecas da peça cerâmica (Kington & Clark, 1981). Esse fenômeno ocorre devido a temperatura de volatilização do óxido de chumbo (~1159K (Weast, 1988), que é menor do que a temperatura convencional de sinterização das cerâmicas piezoelétricas a base de chumbo (~1473K (Kington & Clark, 1981)).

O titanato de bário (BaTiO_3) é o principal constituinte da cerâmica PTC (Positive Temperature Coefficient of Electrical Resistivity) (Gheno *et al.*, 2005), e é a primeira cerâmica ferroelétrica e a primeira perovskita ferroelétrica descoberta. É um material que possui muitos atributos, como sua alta constante dielétrica e propriedades piezoelétricas, além de ser bastante estável química e mecanicamente (Vijatovic *et al.*, 2008). Suas propriedades elétricas e ópticas fazem com que tenha variadas aplicações, em diversas áreas. Pode ser utilizado em capacitores, devido à alta permissividade elétrica, e suas propriedades de birrefringência são o que fazem com que encontre aplicações em dispositivos ópticos (Mancini & Filho, 2007).

Assim como a composição e suas concentrações, a distribuição granulométrica é um fator importante para a modificação da microestrutura do material, o que influenciará diretamente no seu comportamento. Propriedades térmicas e elétricas, tal como a resistência mecânica e a densidade, são afetadas significativamente pela distribuição do tamanho de partícula (Papini & Neto, 2006).

Existem muitas pesquisas em andamento que trabalham em cima da adição de outros compostos ao titanato de bário, com a finalidade de modificar características, como sua granulometria e microestrutura, e melhorar suas propriedades, de acordo com a utilização. A literatura mostra, por exemplo, que o Titanato de Bário (BaTiO_3) dopado com 5,5% de Cério (Ce), em gel seco (100°C) e pós aquecidos (1100 °C), obtido pelo método de sol-gel, exibe tamanhos de grão na escala nano. Os pós cozidos da solução sólida de $(\text{Ba,Ce})\text{TiO}_3$ apresentam, ainda, tendência a aglomeração (Cernea *et al.*, 2006). É observado, também, que a adição de CeO_2 ao BaTiO_3 aumenta significativamente o tamanho de grão, ocasionando um aumento da constante dielétrica da cerâmica. No entanto, acima de uma dada concentração, essa constante começa a diminuir (Yasmin *et al.*, 2011).

Uma das técnicas mais utilizadas para medição da distribuição granulométrica é a Difração Laser. Sua alta utilização se deve a algumas características que essa técnica apresenta, como a possibilidade de medir um grande intervalo de tamanho de partículas, de décimos de micrometros a alguns milímetros; a rapidez com que as medições são feitas, conseguindo gerar

resultados em menos de um minuto; a alta taxa de repetibilidade, sendo possível caracterizar um grande número de partículas em cada medida; a capacidade de monitoramento e controle do processo, entre outras (Malvern Instruments, 2015).

Aqui, serão estudados os resultados de análises da distribuição granulométrica em amostras de BaTiO₃ dopadas com óxido de cério, em concentrações de 1% e 5%, comparando com o titanato de bário chamado puro, ou seja, sem CeO₂ como dopante, sem e com o uso do ultrassom, com o intuito de mostrar o quanto a aglomeração nas amostras pode influenciar nos resultados finais. As amostras foram calcinadas em quatro temperaturas diferentes: 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C, e a análise foi feita através da técnica de Difração Laser.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Para o experimento, foram utilizados três tipos de amostras: titanato de bário (BaTiO₃) sem óxido de cério, chamada de “puro”, e dopadas com 1% e 5% de óxido de Cério (CeO₂). Essas amostras foram calcinadas em diferentes temperaturas: 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C. Tem-se, então, um total de doze amostras.

2.2 Metodologia experimental

Preparação das amostras. O titanato de bário foi produzido de maneira tradicional: os reagentes foram colocados em um moinho de bolas e um tempo de processamento de oito horas foi definido. Foram utilizados 80 corpos moedores (cilindros de zircônia) e 50 ml de álcool isopropílico, como meio de moagem. Os reagentes utilizados foram o carbonato de bário (BaCO₃) e o óxido de titânio (TiO₂), para as amostras “puras”, acrescentando-se o óxido de cério (CeO₂) para as amostras dopadas, em suas devidas concentrações: 1% e 5%. A temperatura de calcinação do titanato de bário puro é muito alta, podendo passar dos 1200 °C (Vijatovic *et al.*, 2008). Foram, então, adicionados o carbonato de sódio (Na₂CO₃) e o carbonato de potássio (K₂CO₃), afim de reduzir a temperatura de calcinação do material. A formação do titanato de bário foi confirmada através das técnicas de difração de raios X, espectroscopia fotoacústica e análise térmica.

A mistura resultante da moagem é úmida e precisa passar por um processo de secagem. Para isso, os pós foram deixados em uma estufa, por um tempo de quatro horas, a temperatura de 80 °C. Depois de secos, os pós foram separados dos corpos moedores por uma peneira de 60 mesh (0,250 mm).

Após a secagem e separação dos pós, foi feito o processo de calcinação, nas temperaturas de 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C. O tempo de calcinação, para todas as temperaturas, foi de quatro horas (Carneiro, 2014).

Método. Para a análise da distribuição do tamanho de partícula das amostras, foi usada a técnica de Difração Laser. O equipamento utilizado foi o *Mastersizer 2000*, da *Malvern Instruments Ltd.*, e os experimentos foram realizados no Laboratório de Fluidos e Fenômenos de Transporte, do Instituto Politécnico/UERJ, localizado em Nova Friburgo, RJ. O equipamento

é composto pela unidade óptica, que é sua parte principal, e pelo *Hydro 2000MU*, que é a unidade dispersante, utilizada para dispersar as partículas no meio líquido.

Esse dispositivo faz uso de duas fontes luminosas: laser HeNe, na cor vermelha, e LED, na cor azul. O comprimento de onda do laser é em torno de 633 nm, enquanto o LED possui comprimento de onda em torno de 455 nm. Aqui, foi utilizada a fonte luminosa de LED, já que esta possui um menor comprimento de onda, o que aumenta a precisão da medida em partículas muito pequenas (Rawle & Kippax, 2010).

A princípio, as medidas da dispersão do tamanho de partícula foram feitas apenas com a mistura das amostras no dispersante. No entanto, muitos materiais na forma de pó possuem tendência a se aglomerar, o que significa que as partículas têm propensão a se juntar em blocos maiores. Para desaglomerar o pó a ser analisado, foi utilizada uma sonda ultrassônica, que é acoplada à unidade dispersante *Hydro 2000 MU*. Após o uso do ultrassom, novas medidas foram feitas, analisando então o tamanho das partículas, e não seus aglomerados.

Procedimentos. Antes de iniciar a análise, é feito, pelo próprio equipamento, o alinhamento do sistema óptico. Depois de alinhado, o equipamento está pronto para ser utilizado. É feito então, inicialmente, o *background*, que consiste em uma medida da intensidade da luz que passa pelo líquido dispersante, sem a presença da amostra, com o intuito de aumentar a precisão dos valores encontrados, compensando a possível presença de alguma impureza no dispersante ou de algum pó residual nas lentes do equipamento, além de reduzir os efeitos de ruídos da parte elétrica.

Em seguida, é necessário definir o índice de refração do pó e do dispersante. O banco de dados do *software* possui os dados tanto para o titanato de bário quanto para a água, que são correspondentes aos da literatura. Os valores utilizados foram: 2,400 para o índice de refração e 0,1 para o de absorção (ou refração imaginário), para o titanato de bário; e, para a água destilada, que foi usada como líquido dispersante, o índice usado foi de 1,330.

Para dar início as análises, colocou-se 400 ml do líquido dispersante no béquer e este foi colocado no equipamento, de forma a ser movimentado pelas pás. O pó da amostra é então adicionado, aos poucos, até atingir a quantidade ideal para a análise. Essa quantidade é controlada pelo *obscuration level*, um parâmetro fornecido pelo próprio equipamento. Quando é atingida a concentração necessária, o próprio *software* indica que a análise pode ser iniciada.

As análises foram feitas em triplicatas, ou seja, a cada três análises, a média dos resultados era considerada como o tamanho das partículas. As amostras passaram por 5 minutos de ultrassom, como recomendado por um dos guias do equipamento. Mais um minuto de ultrassom era aplicado e, em seguida, mais três medições eram feitas. Esse método teve como fim garantir que os resultados obtidos eram realmente o tamanho de partícula, e não uma medida do tamanho dos aglomerados. Quando o resultado era diferente do obtido após os cinco minutos de banho ultrassônico, eram feitas novas aplicações do ultrassom, até atingir-se uma estabilidade nos resultados. Algumas amostras precisaram passar por um maior tempo de ultrassom para que ocorresse a estabilização do tamanho de partícula.

O software do equipamento fornece dados importantes para o estudo do tamanho das partículas do material. Esses dados estão relacionados com a porcentagem de partículas de um dado tamanho na amostra. Os mais significativos para o presente estudo são o D_{50} , o D_{10} , o D_{90} e o $D[4,3]$.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Tabelas 2 e 3 mostram as médias dos resultados obtidos para cada uma das amostras, em cada temperatura de calcinação e em cada concentração, sem e com o uso do ultrassom, respectivamente.

O D_{50} (Rawle, 2002) é a mediana, ou valor médio, e representa o valor que separa o gráfico em duas partes iguais, ou seja, 50% do volume das partículas possuem tamanho menor que a mediana e os outros 50% possuem um valor maior. O D_{10} representa o diâmetro no qual se encontram abaixo 10% do volume das partículas, enquanto o D_{90} indica o tamanho de partícula abaixo do qual está 90% do volume da amostra.

No entanto, a média ou a mediana sozinhas não dão a melhor representação da distribuição, o que torna de interesse, por exemplo, uma outra propriedade que indique a largura da distribuição (Horiba Instruments, 2014). A média do tamanho das partículas poderia ser calculada facilmente somando-se o diâmetro de cada partícula e dividindo-se pela quantidade das mesmas, porém, em processos de caracterização de pós, o número de partículas é desconhecido e inviável de ser calculado (Rawle, 2002).

Devido a essa dificuldade, torna-se necessário o uso do conceito de momento, ou momento de média. O momento mais utilizado para o cálculo de tamanho de partículas é o chamado “diâmetro médio de De Brouckere”, que consiste em uma média ponderada do volume (Carvalho, 2013) e é calculado segundo a Eq. (1).

$$D[4,3] = \frac{\sum d^4}{\sum d^3} \quad (1)$$

Tabela 2 - Valores obtidos sem o uso do ultrassom, para todas as amostras.

		D₁₀ Médio (µm)	D₅₀ Médio (µm)	D₉₀ Médio (µm)	D[4,3] Médio (µm)
500 °C	Puro	7,184	98,727	244,028	114,385
	1%	12,612	112,786	284,229	132,352
	5%	11,857	106,358	245,124	119,978
600 °C	Puro	6,513	97,293	235,082	111,138
	1%	4,518	100,773	259,269	116,479
	5%	7,944	94,7417	274,582	120,477
700 °C	Puro	11,892	77,202	183,295	89,591
	1%	6,358	102,219	250,005	115,482
	5%	11,059	92,265	256,482	115,345
800 °C	Puro	24,861	79,860	188,310	95,448
	1%	25,930	90,353	193,595	101,565
	5%	20,699	81,670	205,85	98,646

Tabela 3 - Valores obtidos com o uso do ultrassom, para todas as amostras.

		D₁₀ Médio (μm)	D₅₀ Médio (μm)	D₉₀ Médio (μm)	D[4,3] Médio (μm)
500 °C	Puro	2,650	10,384	34,271	16,505
	1%	2,623	11,082	35,547	15,561
	5%	2,527	9,210	28,405	12,693
600 °C	Puro	1,960	11,862	39,518	16,842
	1%	1,636	12,946	37,873	16,631
	5%	2,799	12,1513	35,582	16,046
700 °C	Puro	1,822	14,560	65,164	25,536
	1%	2,038	10,374	34,765	14,886
	5%	2,028	13,289	39,705	17,413
800 °C	Puro	2,939	46,526	128,413	57,386
	1%	2,436	57,479	157,306	69,121
	5%	3,013	24,454	103,472	40,526

As tabelas acima facilitam a observação e uma comparação geral dos dados obtidos. Através delas, é possível notar uma grande redução no tamanho de partícula de todas as amostras, o que mostra que o pó se encontrava bastante aglomerado antes do ultrassom.

As amostras calcinadas a 500 °C e 600 °C tiveram comportamentos semelhantes, com um tamanho de partícula ligeiramente maior, após o uso do ultrassom, para as referentes ao segundo grupo. A amostra pura calcinada a 700 °C e todas as três amostras calcinadas a 800 °C precisaram passar por mais tempo de ultrassom, pois se mostraram muito aglomeradas e resistentes a desaglomeração. Aquela do grupo de 700 °C, foi submetida a mais um minuto de ultrassom, além dos 5 iniciais, sendo percebida uma diferença sensível no tamanho das partículas, então foram feitos sucessivos usos do ultrassom, até que se atingisse a estabilização dos resultados. Foram utilizados, no total, 20 minutos de ultrassom, além dos cinco primeiros. Para o grupo de amostras calcinadas a 800 °C, foram utilizados 19 minutos a mais para o pó puro, 27 minutos para o pó dopado com 1% de óxido de cério e 22 minutos para o dopado com 5%. Para assegurar os valores encontrados, todas as amostras tiveram triplicatas de resultados analisadas entre intervalos de um minuto do uso do ultrassom.

Comparando os resultados obtidos, nota-se que as amostras calcinadas a 800 °C apresentaram os maiores tamanhos de partícula. Inicialmente, antes do uso do ultrassom, os pós não se encontravam tão aglomerados, quando se observa as Tabelas 2 e 3. No entanto, mesmo após longo tempo de uso do ultrassom, os dados encontrados não foram drasticamente reduzidos, como aconteceu para as outras temperaturas.

Ao analisar a concentração de dopante, nota-se uma redução de aproximadamente 4 μm no D[4,3] entre a amostra pura e a dopada com 5% de óxido de cério, nas amostras calcinadas a 500 °C. Para o pó calcinado a 600 °C, apesar do D₅₀, que é o valor da mediana, ter sido maior para as amostras dopadas, o D[4,3], que é a média com relação ao volume, apresentou uma diminuição com a dopagem. Para o grupo de 700 °C, também é possível observar uma redução do tamanho de partícula nas amostras dopadas, no entanto, diferentemente do que ocorreu para

as amostras calcinadas a 500 °C e 600 °C, a maior redução se dá na amostra com 1%, em vez de se dar na amostra com 5%. De forma distinta, no grupo de 800 °C, a amostra com 1% de dopante apresentou dimensões maiores até do que o pó puro. No entanto, essa mesma amostra apresentou o menor D₁₀ desse grupo. Em compensação, o pó dopado com 5% de CeO₂ teve uma redução de quase 30% do seu valor médio, em relação ao pó puro.

Com relação a coloração dos pós, todos os calcinados a temperatura de 500 °C e 600 °C apresentavam uma cor branca, não importando a concentração de óxido de cério da mistura. As amostras dopadas com 1% e 5%, calcinadas a 700 °C, apresentaram coloração alaranjada. O mesmo pode ser observado no grupo de amostras calcinadas a 800 °C, porém com as amostras dopadas estando em um tom mais acentuado.

Como o D[4,3] é o dado mais importante quando se trata de distribuição granulométrica, é conveniente dar um maior foco para a análise dele. Quando referente a este, a partir da Tabela 3, nota-se que o tamanho de partícula aumentou quando houve aumento da temperatura de calcinação. Além disso, pode-se perceber a não-linearidade dos resultados do tamanho das partículas com relação a concentração de CeO₂ contida na amostra, ou seja, uma maior concentração de dopante não vai necessariamente induzir uma maior redução na distribuição granulométrica das partículas. Essa característica é observada também no trabalho de Yasmin *et al.* (2011), onde foi estudado o efeito da dopagem do cério no titanato de bário e o menor tamanho de partícula ocorreu na concentração de 2% de cério, mostrando a não-dependência direta da concentração de dopante em amostras calcinadas em altas temperaturas.

Para testar a reprodutibilidade do equipamento, foram feitos, ainda, cálculos dos desvios padrões para os diâmetros D[4,3] encontrados. A Tabela 4 mostra o resultado desses cálculos.

Tabela 4 – Desvios padrões para o D [4,3].

	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C
Puro	0,504	0,040	0,143	0,305
1%	0,005	0,030	0,011	0,437
5%	0,031	0,041	0,033	0,445

A Fig. 1 apresenta todos os gráficos de distribuições granulométrica, após o uso do ultrassom. Nos eixos das abscissas tem-se o Tamanho de Partícula (µm) e no das ordenadas o Volume (%). Na primeira linha estão os gráficos referentes as amostras calcinadas a 500 °C, enquanto na segunda, terceira e quarta linhas estão os gráficos relativos às amostras calcinadas a 600 °C, 700 °C e 800 °C, respectivamente. Desse modo, a primeira coluna mostra as curvas para as amostras puras, a segunda, para as amostras com concentração de 1% de CeO₂ e a terceira, com 5% de CeO₂. A partir dessa figura, é possível ver com clareza como a concentração do óxido de cério e a temperatura de calcinação alteram o tamanho das partículas do titanato de bário.

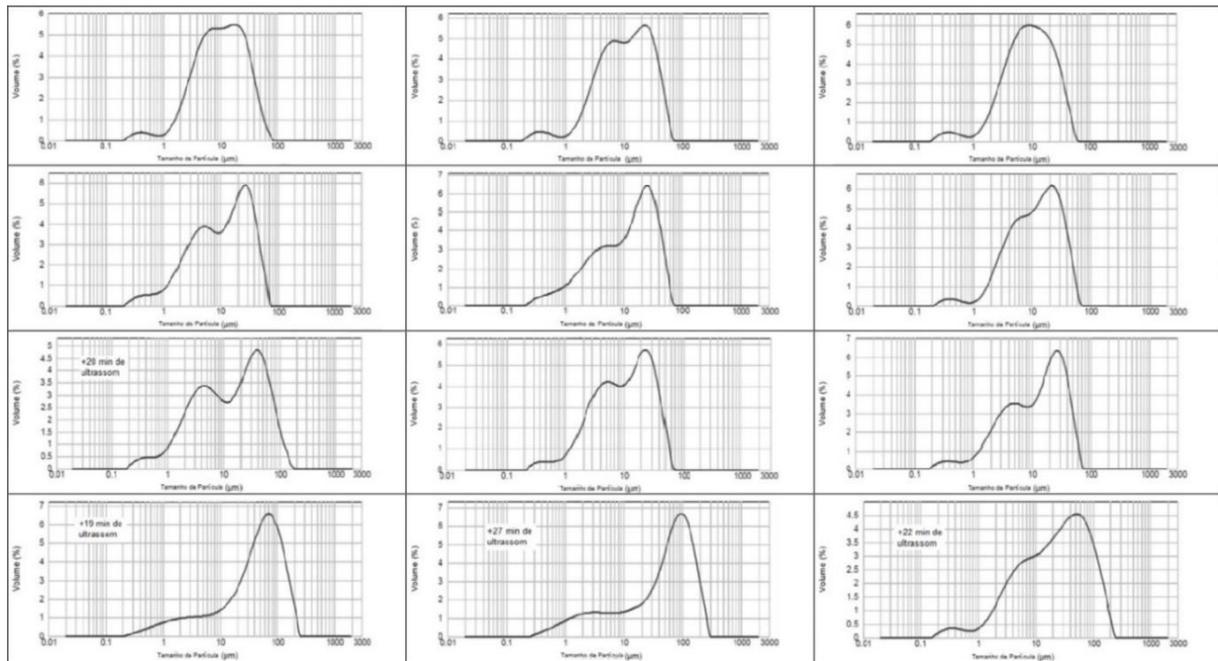


Figura 1 – Compilação dos gráficos de distribuição granulométrica para todas as amostras.

Na Fig. 1 é possível observar que o pó puro e o dopado com 1% de CeO_2 , na temperatura de 500 °C, apresentaram uma distribuição trimodal, sendo que a amostra com 1% exibiu picos mais acentuados. No entanto, a amostra com 5% de CeO_2 apresentou apenas dois picos. As três distribuições apresentaram um pequeno pico abaixo de 1 μm . A distribuição de tamanho de partícula para as amostras calcinadas a 600 °C também apresentou comportamento similar ao das amostras a 500 °C. Mesmo com a amostra de 1% apresentando apenas um pico, a distribuição, no geral, ficou próxima as outras, visto que os picos menores não são muito acentuados.

No perfil das distribuições das amostras calcinadas a 700 °C, percebe-se um destoamento, quando comparado com as amostras das temperaturas anteriores. No entanto, a pequena concentração na faixa menor que 1 μm permanece. As três amostras apresentaram duas faixas maiores de concentração de volume, em torno do mesmo valor, uma em torno de 5 μm e outra em torno de 30 μm .

Já no grupo de amostras calcinadas a 800 °C, as distribuições de tamanho de partícula encontradas se diferem bastante das encontradas para os grupos anteriores, exceto pela amostra dopada com 5% de CeO_2 , que possui perfil de distribuição bastante parecido com os perfis obtidos anteriormente, diferenciando-se em seu deslocamento para a direita, tendo o maior pico em torno de 50 μm e mostrando os maiores valores de partícula encontrados. O pó puro e com concentração de 1% de óxido de cério, no entanto, apresentaram um pico próximo a 100 μm , em suas distribuições, o que comprova a concentração de partículas grandes nessas amostras, assemelhando-se as amostras antes do ultrassom. Entretanto, seguindo o padrão dos outros grupos, uma pequena concentração de partículas menores que 1 μm foi encontrada nas três amostras.

4. CONCLUSÕES

Os dados obtidos mostram que o titanato de bário é um material com grande tendência a formar aglomerados. Essa observação pode ser feita através da comparação do tamanho de partícula dos materiais antes e depois do uso ultrassom, usado exatamente para desaglomerar o pó.

Os grupos de amostras calcinadas a 500 °C e 600 °C apresentaram uma diminuição direta no tamanho de partícula, com relação a concentração de dopante no pó, ou seja, quanto maior a concentração de CeO₂, maior foi a redução. No entanto, as amostras calcinadas a 700 °C e 800 °C não tiveram o mesmo comportamento.

O pó calcinado a 700 °C apresentou a menor distribuição granulométrica na concentração de 1% de dopante, sendo observada também uma redução na amostra com 5% de CeO₂. No material calcinado a 800 °C observou-se distribuição granulométrica com D[4,3] maiores, quando comparado com os grupos anteriores. Os pós desse grupo apresentaram comportamentos diversos. A amostra com concentração de 1% de CeO₂ apresentou maior distribuição granulométrica, comparado ao pó de titanato de bário puro, enquanto a amostra com 5% apresentou diminuição, com relação ao mesmo.

Esse aumento na distribuição, constatado nas amostras a 800 °C, pode ser devido a aglomeração do titanato de bário em altas temperaturas. Em um estudo, Li & Shih (1997) mostram que, quando tratado a altas temperaturas, o BaTiO₃ tende a formar aglomerados que mesmo com o uso do ultrassom não conseguem ser dispersados, enquanto que, em temperaturas mais baixas, o uso do ultrassom é eficiente na desaglomeração.

As curvas de distribuição granulométrica das amostras puras e com 1% de CeO₂, calcinadas a 800 °C, foram monomodais, ou seja, apresentaram apenas um pico, em torno de 100 µm, o que evidencia a distribuição de partículas com D₅₀ maiores. A amostra com 5% de CeO₂, no entanto, teve comportamento similar ao das demais, apresentando uma distribuição bimodal.

Nota-se, então, que a redução no tamanho de partícula não é diretamente proporcional a concentração do dopante na amostra, dependendo, também, da temperatura na qual a amostra foi calcinada.

REFERÊNCIAS

- Andrade, M.C.; Araújo, J.C.; Moreira, E.L.; Moraes, V.C.A.; Lopes, A.R.; Assis, J.T.; Pereira, F.R., “Caracterização do pó de titanato de bário dopado com íons sódio e potássio com o Refinamento de Rietveld”. Disponível em: <http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/42/105/42105311.pdf>. Acesso em: 16 ago. 2018.
- Carneiro, G.N. (2014), “Identificação da formação de titanato de bário a partir de pós cerâmicos calcinados em diferentes temperaturas via difração de raios X, espectroscopia fotoacústica e análise térmica”. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Instituto Politécnico, Universidade do Estado do Rio de Janeiro.
- Carvalho, E.A. (2013), “Utilização da técnica da fluorescência UV-VIS para medição online da concentração de óleo em emulsões de óleo/água”. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia da Energia) – Universidade Federal e Itajubá.

- Cernea, M.; Monnereau, O.; Llewellyn, P.; Tortet, L.; Galassi, C. (2006), “Sol-gel synthesis and characterization of Ce doped-BaTiO₃”. Journal of European Ceramic Society 26, 3241-3246.
- Ghen, S.M.; Hasegawa, H.L.; Paulin Filho, P.I. (2005), “Caracterização do titanato de bário por microscopia de força atômica”. 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica.
- Horiba Instruments (2014), “A guidebook to particle size analysis”. Irvine: Horiba.
- Kington, A.I.; Clark, J.B. (1981), “Sintering of PZT Ceramics: I, Atmosphere Control”. Journal of the American Ceramic Society, vol. 66, no. 4.
- Li, X.; Shih, W. (1997), “Size effects in barium titanate particles and clusters”. J. Am. Ceram. Soc., 80 [11] 2844-52.
- Malvern Instruments (2015), “A basic guide to particle characterization”. Worcestershire: Malvern.
- Mancini, M.W.; Paulin Filho, P.I. (2007), “Barreiras de potencial mapeadas por microscopia de força atômica em cerâmicas à base de BaTiO₃ dopadas com lantânio”. Cerâmica 53, 147-152.
- Papini, C.J.; Neto, R.M.L. (2006), “Análise Granulométrica de pós metálicos por difração de laser via seca”. 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais.
- Rawle, A. (2002), “The importance of particle sizing to the coatings industry Part 1: Particle size measurement”. Advances in Colour Science and Technology, vol 5, no 1.
- Rawle, A.; Kippax, P. (2010), “Setting new standards for laser diffraction particle size analysis”. Reprinted from International Scientific Communications, Inc.
- Setasuwon, P.; Vaneesorn N.; Kijamnajsuk S.; Thanaboonsombut A. (2005), “Nanocrystallization of Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃ piezoelectric material”. Science and Technology of Advanced Materials 6, 278-281.
- Vijatovic, M.M.; Bobic, J.D.; Stojanovic, B.D. (2008), “History and Challenges of Barium Titanate: Part I”. Science of Sintering, 155-165.
- Weast, R.C. (1988), “Handbook of Chemistry and Physics”. Florida: CRC Press Inc..
- Yasmin, S.; Choudhury, S.; Hakim, M.A.; Bhuiyan, A.H.; Rahman, M.J. (2011), “Effect of Cerium Doping on Microstructure and Dielectric Properties of BaTiO₃ Ceramics”. J. Mater. Sci. Technol, 27(8), 759-763.

EFFECT OF THE ADDITION OF CERIUM OXIDE ON THE GRANULOMETRIC DISTRIBUTION OF BaTiO₃

Abstract: *In the presente work, experiments were carried out to analyze the granulometric distribution of cerium-doped barium titanate power at concentrations of 1% and 5% CeO₂ and results were compared with samples of barium titanate without doping, which are called “pure”. These, although not containing cerium oxide, were previously mixed with some types of reagents to decrease the calcination temperature of the compound. The samples were calcined at 500 °C, 600 °C, 700 °C e 800 °C, which gives a total of twelve samples. The granulometric analysis was done by the Mastersizer 2000E equipment from Malvern Instruments, and the sample was studied before and after the use of ultrasound. It was observed that only the sample doped with 1% CeO₂, calcined at 800 °C, showed no decrease in particle size. However, for the sample with 5% CeO₂, calcined at the same temperature, there was a decrease. The results suggest, therefore, that doping with cerium oxide does not always lead to decrease in particle size, but that this also depends on the temperature at which the sample was prepared and the dopant concentration on the compound.*

Keywords: *Barium titanate, Cerium oxide, Granulometric analysis, Laser diffraction.*