

SÍNTESE DA PEROVSKITA $Ba_{0,5}Sr_{0,5}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\Delta}$ POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO ASSISTIDA EM MICRO-ONDAS

R. B. Nuernberg*, M. R. Morelli

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, Rod. Washington Luiz, km 235, CEP 13565-905, São Carlos, SP, Brasil.

*Rua Célio Barbosa da Silva 440, CEP 13564-060, São Carlos, SP, Brasil.

* Nuernbergrafael@gmail.com

RESUMO

Pós da perovskita $Ba_{0,5}Sr_{0,5}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$ (BSCF) foram sintetizados utilizando o método de reação combustão assistida em micro-ondas. Em adição, a perovskita BSCF foi também sintetizada por aquecimento convencional para efeito de comparação. O produto da reação foi analisado por calorimetria diferencial exploratória / análise termogravimétrica (DSC/TG) para determinar as temperaturas ótimas de calcinação, uma vez que, a fase não é formada diretamente durante a reação de combustão. Depois de calcinados os pós obtidos foram caracterizados por difração de raios X (DRX), análise da área superficial específica utilizando o método BET, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e dilatometria. Os resultados de DSC/TG apontaram que com temperaturas de calcinação a partir de 880°C é possível obter a fase BSCF. A estimativa da área superficial pelo método BET apontou áreas específicas de até 9,93 m²/g. As análises dilatométricas apontaram a temperatura de 970°C como a temperatura de máxima taxa de densificação.

Palavras-chaves = Perovskita, $Ba_{0,5}Sr_{0,5}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$, síntese, reação de combustão, aquecimento em micro-ondas.

INTRODUÇÃO

O óxido condutor misto $Ba_{0,5}Sr_{0,5}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$ (BSCF) com uma estrutura perovskita tem atraído atenção recentemente como um material promissor em uma variedade de tecnologias avançadas⁽¹⁾. O composto BSCF foi originalmente desenvolvido para aplicação em membranas permeáveis ao oxigênio. Com o intuito de estabilizar a estrutura da perovskita no composto $SrCo_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$ (SCF), 50% dos cátion de Sr^{+2} foram substituídos por cátions Ba^{+2} que possui um maior raio iônico^(1, 2). A perovskita BSCF é caracterizada por uma maior estabilidade de fase e difusividade de oxigênio mais elevada do que a perovskita SCF^(2, 3). Em vários estudos, foi confirmado que o composto BSCF apresenta um desempenho elevado

tanto como uma membrana para permeabilidade ao oxigênio quanto como um catodo para aplicação em células a combustível^(1, 4).

Enquanto a busca por novos materiais com alta permeabilidade ao oxigênio e alta atividade catalítica ainda é constante, os esforços nas pesquisas foram voltados também na otimização da arquitetura dessas membranas^(5, 6, 7, 8). A utilização de um revestimento catalítico apropriado na superfície da membrana pode aumentar a cinética das reações de troca superficiais, aumentando assim, a eficiência da membrana aplicada em um reator de separação de oxigênio ou em uma célula a combustível. O desenvolvimento de um revestimento catalítico de alta superfície específica sugere pós de partidas com tamanhos de partículas nanométricos^(8, 9). Sendo assim, a síntese de pós BSCF se tornou um assunto de extremo interesse e a perovskita BSCF tem sido sintetizada por diversos métodos de síntese, como, reação em estado sólido^(10, 11), reação de combustão^(12, 13), co-precipitação^(9, 14), método de complexação^(8, 10, 15), entre outros⁽¹⁶⁾.

Por outro lado, a síntese assistida em micro-ondas vem emergindo como um novo método para produzir materiais de dimensões nanométricas. Uma vez que, o aquecimento por micro-ondas é um modo *in situ* de conversão de energia, o processo de aquecimento por micro-ondas se torna fundamentalmente diferente dos processos de aquecimento convencionais⁽¹⁶⁾. A micro-onda interage com alguns materiais e substâncias a nível atômico onde esta energia eletromagnética é transferida e rapidamente convertida em calor, através do aumento energia cinética média das espécies atômicas^(17, 18, 19). Dessa forma, o calor é gerado a partir do interior do material, evitando assim um gradiente térmico durante o aquecimento em micro-ondas. Esse efeito resulta em um meio reacional mais uniforme, facilita a formação das fases, propicia a formação de nanopartículas e reduz o tempo de reação para alguns poucos minutos^(20, 21, 22, 23).

No presente trabalho foi empregado o aquecimento por micro-ondas na síntese do óxido condutor misto $\text{Ba}_{0,5}\text{Sr}_{0,5}\text{Co}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$ (BSCF) por reação de combustão utilizando dois diferentes combustíveis, a saber: ureia e glicina. Em adição foi utilizado também o método de aquecimento convencional para efeito de comparação. Os pós obtidos foram caracterizados por, DSC/TG, DRX, MEV, análise de área superficial específica pelo método BET e dilatometria.

MATERIAIS E MÉTODOS

Síntese dos Pós BSCF

Todos os reagentes foram adquiridos da Synth reagentes analíticos. A síntese foi realizada utilizando como precursores os nitratos metálicos correspondentes à fase BSCF, a saber: $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Dois combustíveis diferentes foram utilizados com o propósito de verificar a influência do combustível nas características dos pós obtidos. O combustível ureia ($(\text{NH}_2)_2\text{CO}$) foi escolhido pelo seu amplo uso em sínteses por reação de combustão de pós cerâmicos^(17, 18, 22). Já o combustível glicina ($\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$) foi utilizado por ter sido relatado em alguns trabalhos na síntese por reação de combustão para a fase BSCF^(12, 13). A quantidade de combustível utilizada foi calculada com base em uma queima estequiométrica e o NOX de cada espécie foi determinado de acordo com a química dos propelentes.

Os nitratos e o combustível foram dissolvidos em água em um cadinho de sílica vítrea, sendo aquecidos em placa de aquecimento a uma temperatura de 80°C para facilitar a dissolução. Foram utilizados dois métodos distintos de aquecimento a fim de avaliar também o efeito do método de aquecimento. O aquecimento convencional foi feito utilizando uma chapa térmica e o aquecimento por micro-ondas foi feito por intermédio de um forno micro-ondas doméstico sob frequência de 2.45GHz. Sendo assim, alternando os dois combustíveis com os dois métodos de aquecimento foram obtidas quatro diferentes condições de síntese de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 – Condições de Síntese para obtenção de pós BSCF.

Amostra	Combustível	Método de Aquecimento
BSCF 1	Ureia	Convencional
BSCF 2	Ureia	Micro-ondas
BSCF 3	Glicina	Convencional
BSCF 4	Glicina	Micro-ondas

Nos dois métodos de aquecimento foi utilizada a potencia máxima do equipamento, 575W para a placa de aquecimento 900W para o forno de micro-ondas. Quando submetido a aquecimento, o meio reacional começa a ferver e desidratar, aumentando a concentração dos reagentes em solução e obtendo

aspecto de um gel viscoso de coloração roxa. O gel segue desidratando até que uma autoignição dá início a reação de combustão e em poucos segundos o gel viscoso se transforma em um pó escuro de aspecto friável.

O produto obtido diretamente da reação de combustão foi analisado por um difratômetro de raios-X Siemens D5005 com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15418 \text{ nm}$) pelo qual foi detectada a não formação da fase BSCF. Na etapa seguinte, os pós foram analisados em um equipamento DSC/TG Netzsch Sta 449c com resolução de $0,1\mu\text{g}$ para TG e $1\mu\text{W}$ para DSC. A análise foi executada sob taxa de aquecimento de 10°K/mim até a temperatura de 1000°C . As amostras foram calcinadas em temperaturas baseadas nas análises DSC/TG e o tempo de calcinação foi fixado em 2 horas de acordo com o que foi utilizado em alguns relatos^(12, 13). Após a calcinação os pós foram submetidos a 12 horas de moagem a úmido em moinho de bolas para desagregação. Posteriormente os pós foram secos e desaglomerados em almofariz e peneira de malha 400 mesh para serem submetidos a etapa de caracterização.

Caracterização

A estrutura cristalina dos pós foi analisada utilizando um difratômetro de raios-X Siemens D5005 com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15418 \text{ nm}$). A morfologia do pó foi examinada por MEV usando o equipamento Fei Inspect s50 (resolução máxima de 3nm) equipado com detector SE. A área superficial específica dos pós foi estimada utilizando o método B.E.T a partir das curvas de adsorção de nitrogênio obtidas em um equipamento Micromeritics Asap 2020. Análises dilatométricas de pastilhas prensadas a 250 MPa foram conduzidas em um dilatômetro de contato Netzsch 402C sob taxa de aquecimento de 5°C/mim até a temperatura de 1050°C a fim de determinar a temperatura de máxima taxa de retração.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Calorimetria Diferencial Exploratória e Análise Termogravimétrica (DSC/TG)

O principal objetivo das análises de DSC/TG é o de identificar a temperatura de calcinação necessária para obter a fase BSCF, uma vez, que a fase não é totalmente formada diretamente pela reação de combustão. A temperatura ideal de calcinação pode ser considerada a menor temperatura possível que haja a formação

da fase em questão. Portanto, através do pico exotérmico de cristalização é possível estimar a temperatura ideal de calcinação.

As análises de DSC/TG mostraram alguns padrões nas curvas DSC de acordo com o combustível utilizado. Na figura 1 pode ser visto as análises DSC para as quatro condições de síntese estudadas. Independente do método de aquecimento, os pós sintetizados utilizando ureia como combustível (Figura 1(a) e 1(b)) apresentam quatro picos endotérmicos resultante da decomposição de alguns produtos da reação, sendo dois na faixa de 550 á 600°C e dois na faixa de 800 á 850 °C. Por outro lado, os pós sintetizados com glicina apresentam apenas dois picos endotérmico (Figura 1(c) e 1(d)). Porém, na mesma faixa de temperatura dos picos endotérmicos dos pós sintetizados com ureia. Em adição, as curvas de TG da Figura 1 apontam as maiores perdas de massa na mesma faixa de temperatura dos picos endotérmicos das curvas de DSC evidenciando, portanto, eventos relacionados a decomposição química.

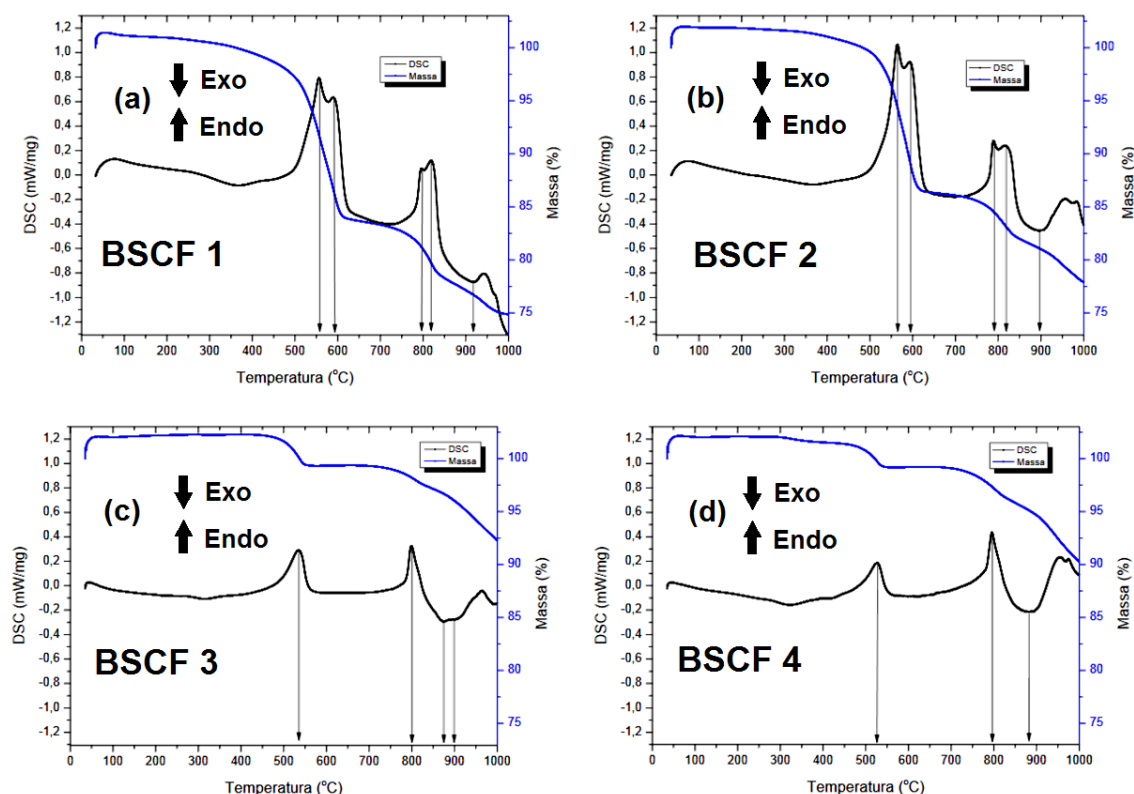


Figura 1 – Análises DSC/TG para as quatro condições de síntese utilizadas: BSCF 1 (a), BSCF 2 (b), BSCF 3 (c) e BSCF 4 (d).

O pico exotérmico referente à reação de cristalização variou em função do combustível e do método de aquecimento utilizado. As temperaturas de cristalização

foram extraídas em função do pico exotérmico e utilizadas na etapa de calcinação. A Tabela 2 mostra as temperaturas utilizadas na calcinação de cada um dos pós.

Tabela 2 – Temperaturas de calcinação dos pós precursores da fase BSCF.

Amostras	Temperatura (°C)
BSCF 1	920
BSCF 2	900
BSCF 3	900
BSCF 4	880

Difração de Raios X

O difratograma de raios X para um dos pós (BSCF 1) obtido diretamente da reação de combustão é mostrado na Figura 2. É possível observar diversas reflexões basais o que torna difícil a identificação das fases; certamente correspondentes à fase principal, fases secundárias e/ou precursores. Esse resultado mostra a necessidade da etapa de calcinação na obtenção da perovskita BSCF pelo método de reação de combustão.

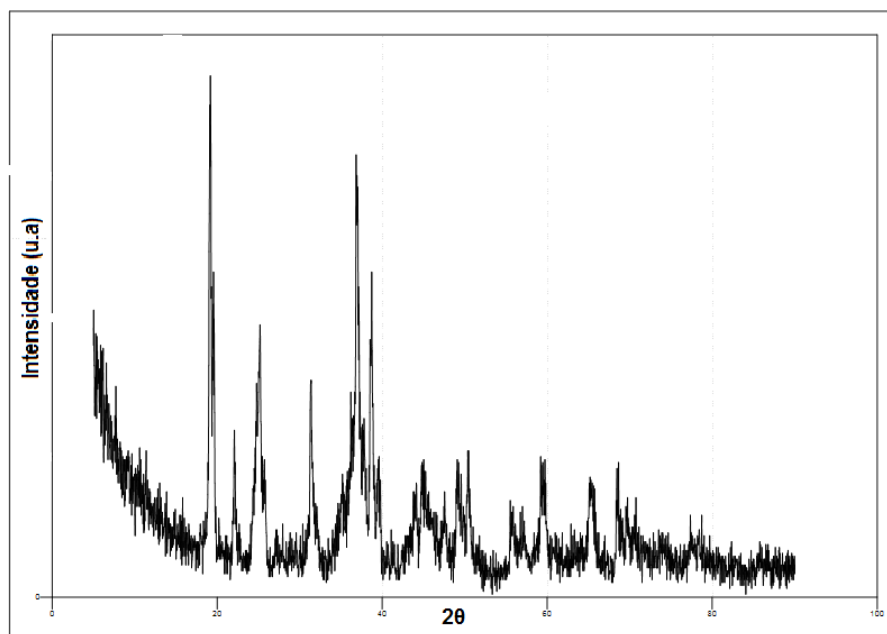


Figura 2 – Difratograma de raios X do produto obtido direto da reação de combustão

Os difratogramas de raios X dos pós depois da etapa de calcinação são mostrados na Figura 3. Os pós sintetizados utilizando ureia como combustível tiveram a formação completa da perovskita BSCF. Os principais planos de difração da perovskita cúbica BSCF estão indicados na Figura 3(a) e 3(b) de acordo com

relatos encontrados na literatura^(13, 14). A formação da fase BSCF nos pós sintetizados com glicina também ocorreu após a calcinação. No entanto, como pode ser visto na Figura 3(c) e 3(d), entre as reflexões basais indicadas, resta ainda a presença de uma pequena quantidade de segunda fase. Uma vez, que a temperatura de calcinação foi definida através das análises DSC/TG, a presença de segunda fase pode ser atribuída a um tempo de calcinação insuficiente.

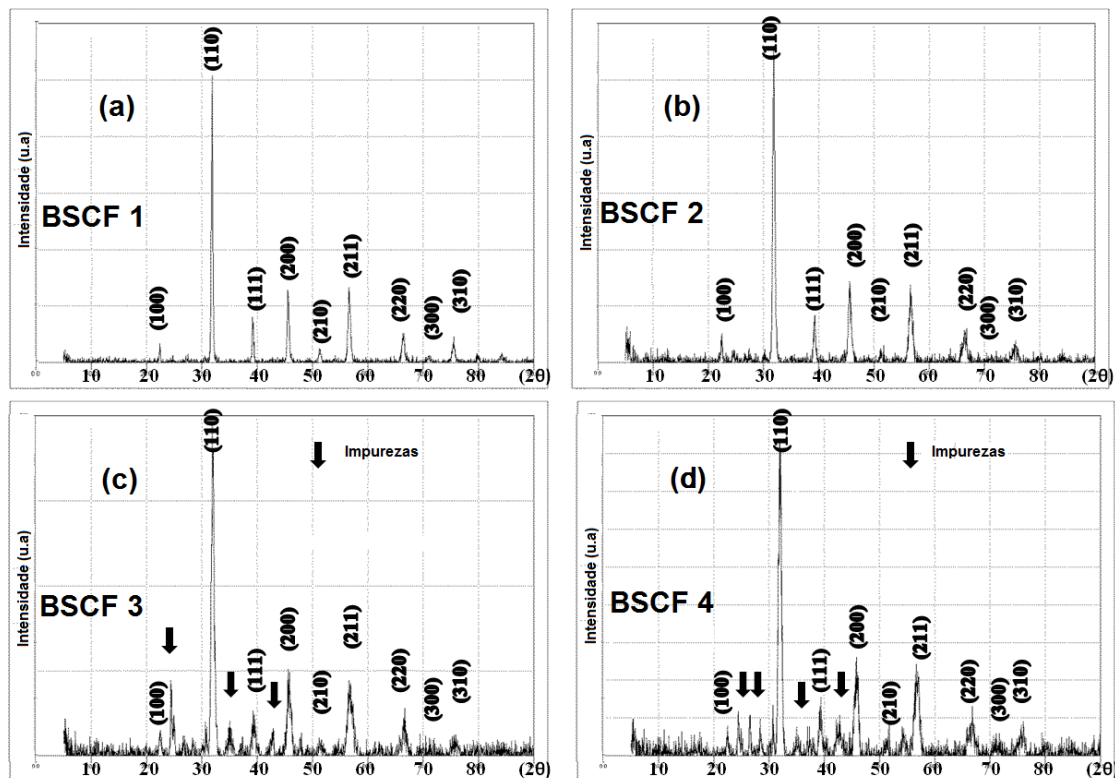


Figura 3 – Difratomogramas de raios X dos pós BSCF após a calcinação.

O tamanho de cristalito (t) foi calculado utilizando a formula de Scherrer dada pela Equação (A)⁽¹⁹⁾:

$$t = \frac{0.9\lambda}{\sqrt{(B^2 - b^2) \cos \theta}} \quad (A)$$

Onde λ é o comprimento de onda do raio-x utilizado, θ é o angulo de difração, B e b são as larguras em meia altura da máxima reflexão basal, do pó BSCF em questão e de cristais BSCF maiores que 100nm, respectivamente. O valor de b foi extraído de um difratograma de raios X da fase BSCF após sinterização. A Tabela 3 mostra os tamanhos de cristalitos encontrados para cada amostra.

Tabela 3 – Estimativa do tamanho de cristalito dos pós BSCF.

Amostra	B (θ)	b (θ)	t (nm)
BSCF 1	0.30	0.26	55
BSCF 2	0.45	0.26	22.5
BSCF 3	0.55	0.26	17
BSCF 4	0.64	0.26	14

Morfologia dos pós BSCF

As micrografias obtidas por MEV apresentadas na Figura 4 mostram diferentes tamanhos de partículas, morfologias e graus de aglomeração para as diferentes condições de síntese; magnificação de 60.000X.

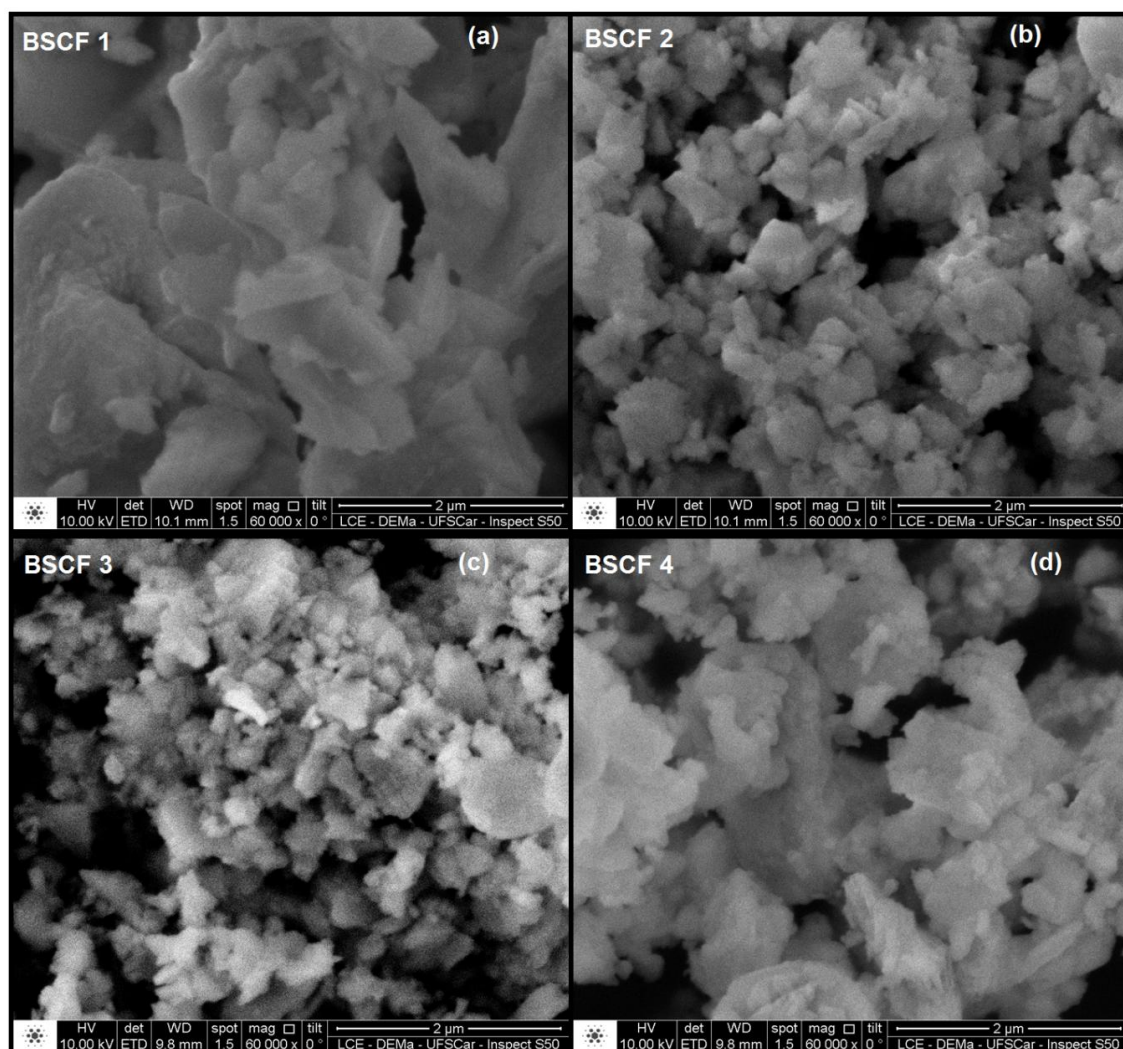


Figura 4 – Micrografias obtidas por MEV dos pós BSCF.

A Figura 4 (a), correspondente ao pó BSCF 1 sintetizado com ureia em placa, mostra partículas bem desenvolvidas e unidas, algumas com tamanhos maiores que

2µm. Já o pó BSCF 2 (Figura 4(b)) sintetizado com ureia em micro-ondas apresenta partículas mais individualizadas com tamanhos abaixo de 1 µm. Isso se deve provavelmente a diferença nas temperaturas de calcinação. Quanto aos pós BSCF 3 e BSCF 4 sintetizados com glicina (Figura 4(c) e 4 (d) também mostram tamanhos de partículas a baixo de 1 µm. A amostra BSCF 4 sintetizada em micro-ondas na Figura 4 (d), aparenta ter um tamanho partícula menor do que a amostra BSCF 3 na Figura 4 (c), porem parece apresenta um estado de aglomeração maior.

As análises de área superficial específica são apresentadas na tabela 4. De uma forma geral, os resultados de área superficial confirmaram de forma quantitativa as análises qualitativas feitas com relação às imagens de MEV. A amostra BSCF 1 que apresentou maior tamanho de partícula apresentou a menor área específica. Por outro lado, a amostra BSCF 2 que demonstrou o menor tamanho de partícula apresentou a maior área superficial específica. A estimativa do tamanho de partícula pela área superficial específica foi calculada através Equação (B)⁽²⁰⁾:

$$D_{BET} = \frac{6}{\rho \cdot S} \quad (B)$$

Onde D_{BET} é o diâmetro BET, ρ é a densidade da fase e S é a área superficial específica. Na Tabela 4 está também apresentada a estimativa do tamanho de partícula calculada pela área superficial específica. A amostra BSCF 2 apresentou menor diâmetro BET sendo a que mais se aproximou de um pó de dimensões nanométricas.

Tabela 4 – Área superficial específica e estimativa de tamanho de partícula dos pós BSCF.

Amostra	Área Superficial Específica (m²/g)	Estimativa do tamanho de partícula pela área superficial (nm)
BSCF 1 (920°C)	3.000	360,4
BSCF 2 (900°C)	9.927	107,8
BSCF 3 (900°C)	7.943	136,1
BSCF 4 (880°C)	5.515	196,0

Dilatometria

O intuito das análises dilatométricas é o de determinar a temperatura de máxima taxa de retração para cada um dos pós sintetizados a fim de definir as condições ideais de sinterização para os pós sintetizados. A figura 5 mostra a curva

dilatométrica dos quatro pós sintetizados e a derivada de primeira ordem para cada uma das curvas. Na figura 5 pode ser visto por meio da derivada da curva de retração que os pós BSCF 1 (a), BSCF 2 (b) e BSCF 3 (c) apresentaram temperatura de máxima taxa de retração por volta de 970°C enquanto o pó BSCF 4 (Figura 5 (d) por volta de 995°C.

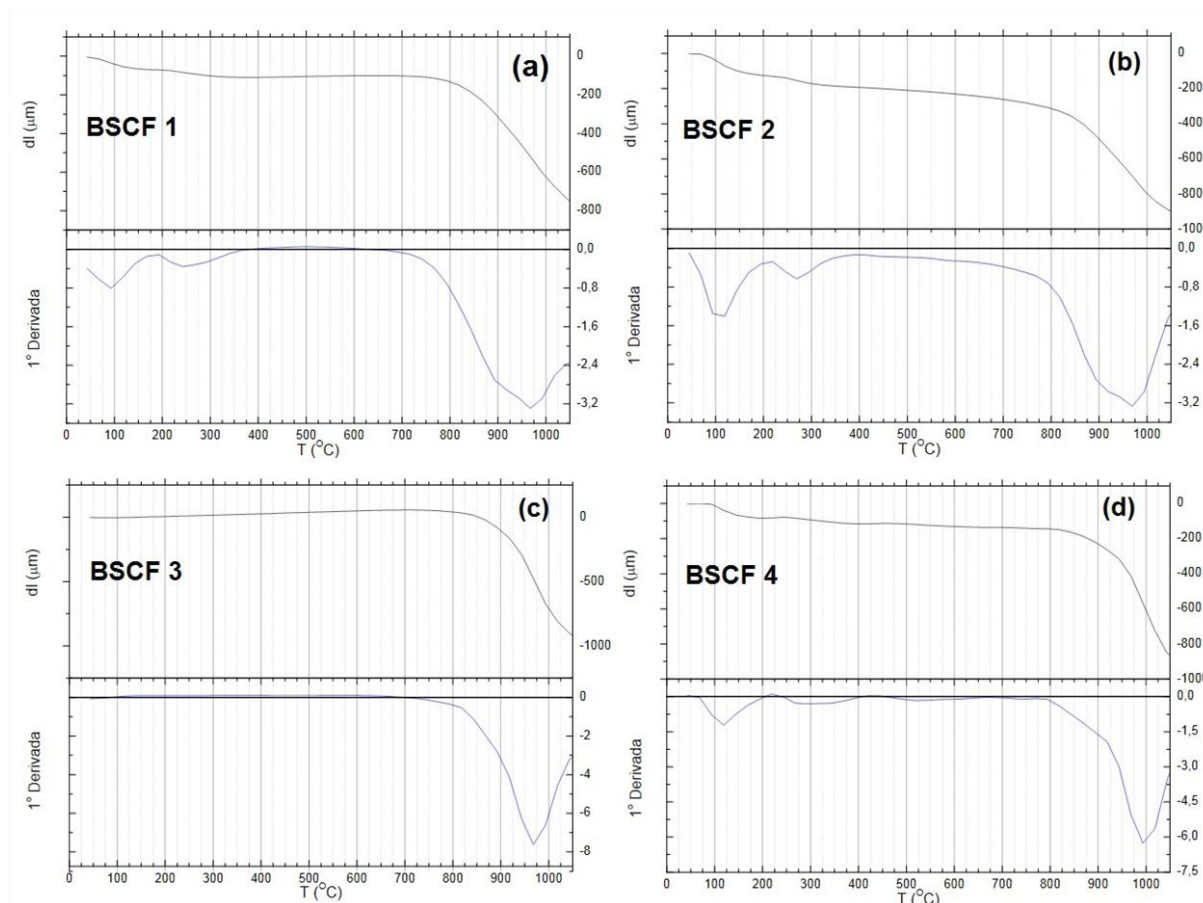


Figura 5 – Análises dilatométricas para os quatro pós de BSCF.

CONCLUSÃO

A perovskita BSCF foi sintetizada com sucesso utilizando o método de combustão assistido em micro-ondas. A ureia se demonstrou um combustível mais eficiente do que a glicina, pois permitiu obter a perovskita BSCF como fase única após a calcinação. O pó sintetizado em micro-ondas utilizando ureia como combustível foi o que apresentou o melhor conjunto de características como, homogeneidade de fase, alta área superficial específica, tamanho de cristalito nanométrico e tamanho de partícula submicrométrico. Os resultados demonstraram que os pós sintetizados podem ser sinterizados a partir de 970°C.

BIBLIOGRAFIA

- (1) W. Zhou, R. Ran, Z. Shao, "Progress in understanding and development of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ - based cathodes for intermediate-temperature solid-oxide fuel cells: A review," *Journal of Power Sources*, vol. 192, pp. 231-246, 2009.
- (2) Z. Shao, W. Yang, Y. Cong, H. Dong, J. Tong, G. Xiong, "Investigation of the permeation behavior and stability of a $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ oxygen membrane," *Journal of Membrane Science*, vol. 172, pp. 177-188, 2000.
- (3) P. Zenga, Z. Chena, W. Zhoua, H. Gua, Z. Shao, S. Liu, "Re-evaluation of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ perovskite as oxygen semi-permeable membrane," *Journal of Membrane Science*, vol. 291, pp. 148-156, 2007.
- (4) J. Sunarso, S. Baumann, J. M. Serra, W. A. Meulenbergh, S. Liu, Y. S. Lin, J. C. D. Costa, "Mixed ionic-electronic conducting (MIEC) ceramic-based membranes for oxygen separation," *Journal of Membrane Science* 320, vol. 320, pp. 13-41, 2008.
- (5) A.V. Kovalevsky, V.V. Kharton, F.M.M. Snijkers, J.F.C. Cooymans, J.J. Luyten, F.M.B. Marques, "Oxygen transport and stability of asymmetric $\text{SrFe}(\text{Al})\text{O}_{3-\delta}$ - SrAl_2O_4 composites membranes," *Journal of Membrane Science*, vol. 301, pp. 238-244, 2007.
- (6) C. Xianfeng, Z. Chun, H. Yanjun, D. Xueliang, J. Wangqin, X. Nanping, "A Comparative Study of the Performance of Symmetric and Asymmetric Mixed-conducting Membranes," *Chinese Journal of Chemical Engineering*, vol. 17, pp. 562-570, 2009.
- (7) Q. Jiang, K. J. Nordheden, S. M. Stagg-Williams, "Oxygen permeation study and improvement of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ perovskite ceramic membranes," *Journal of Membrane Science*, vol. 369, p. 174-181, 2011.
- (8) W. K. Hong, G. M. Choi, "Oxygen permeation of BSCF membrane with varying thickness and surface coating," *Journal of Membrane Science*, vol. 346, pp. 353-360, 2010.
- (9) M. Ahmadrezaei, A. Muchtar, N. Muhamad, C.Y. Tan, E. H. Majlan, "Electrochemical and microstructural characteristics of nanoperovskite oxides $\text{Ba}_{0.2}\text{Sr}_{0.8}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ (BSCF) for solid oxide fuel cells," *Ceramics International*, vol. 39, pp. 439-444, 2013.
- (10) L. Tan, X. Gua, L. Yanga, W. Jin, L. Zhang, N. Xu, "Influence of powder synthesis methods on microstructure and oxygen permeation performance of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ perovskite-type membranes," *Journal of Membrane Science*, vol. 212, pp. 157-165, 2003.
- (11) M. Burrie, C. Niedrig, W. Menesklou, S. F. Wagner, J. Santiso, E. Ivers-Tiffée, "BSCF epitaxial thin films: Electrical transport and oxygen surface exchange," *Solid State Ionics*, vol. 181, pp. 602-608, 2010.
- (12) A. V. Kovalevsky, A. A. Yaremchenko, V. A. Kolotygin, A. L. Shaula, V. V. Kharton, F. M. M. Snijkers, A. Buekenhouda, J. R. Frade, E. N. Naumovich, "Processing and oxygen permeation studies of asymmetric multilayer $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ membranes," *Journal of Membrane Science*, vol. 380, pp. 68-80, 2011.
- (13) B. Liu, Y. Zhang, L. Zhang, "Characteristics of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ - $\text{La}_{0.9}\text{Sr}_{0.1}\text{Ga}_{0.8}\text{Mg}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ composite cathode for solid oxide fuel cell," *Journal of Power Sources*, vol. 175, pp. 189-195, 2008.
- (14) M. S. Toprak, M. Darab, G. E. Syvertsen, M. Muhammed, "Synthesis of nanostructured BSCF by oxalate co-precipitation - As potential cathode material for solid oxide fuels cells," *International Journal Hydrogen Energy*, vol. 35, pp. 9448-9454, 2010.
- (15) S. Baumann, F. Schulze-Küppers, S. Roitsch, M. Betz, M. Zwick, E. M. Pfaff, W. A. Meulenbergh, J. Mayer, D. Stöver, "Influence of sintering conditions on microstructure and oxygen permeation of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ (BSCF) oxygen transport membranes," *Journal of Membrane Science*, vol. 359, pp. 102-109, 2010.
- (16) Z. Sha, W. Zhou, Z. Zhu, "Advanced synthesis of materials for intermediate-temperature solid oxide fuel cells," *Progress in Materials Science*, vol. 57, pp. 804-874, 2012.
- (17) L.H. Ai, J. Jiang, "Rapid synthesis of nanocrystalline Co_3O_4 by a microwave-assisted combustion method," *Powder Technology*, vol. 195, pp. 11-14, 2009.
- (18) N. C. S. Selvam, R. T. Kumar, K. Yogeenth, L. J. Kennedy, G. Sekaran, J. J. Vijaya, "Simple and

rapid synthesis of Cadmium Oxide (CdO) nanospheres by a microwave-assisted combustion method," *Powder Technology*, vol. 211, pp. 250-255, 2011.

- (19) H. Mohebbi, T. Ebadzadeh, F.A. Hesari, "Synthesis of nano-crystalline NiO-YSZ by microwave-assisted combustion synthesis," *Powder Technology*, vol. 188, pp. 183-186, 2009.
- (20) S. Farhadi, Z. Momeni, M. Taherimehr " Rapid synthesis of perovskite-type LaFeO₃ nanoparticles by microwave-assisted decomposition of bimetallic La[Fe(CN)₆].5H₂O compound," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 489, pp. L5-L8, 2009.
- (21) M. Zawadzki, "Microwave-assisted synthesis and characterization of ultrafine neodymium oxide particles," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 451, pp. 297-300, 2008.
- (22) M. Sertkol, Y. Koseoglu, A. Baykal, H. Kavas, M. S. Toprak, "Synthesis and magnetic characterization of Zn_{0.7}Ni_{0.3}Fe₂O₄ nanoparticles via microwave-assisted combustion route," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 322, pp. 866-871, 2010.
- (23) R. Dwivedi, A. Maurya, A. Verma, R. Prasad, K.S. Bartwal, "Microwave assisted sol–gel synthesis of tetragonal zirconia nanoparticles," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 6848-6851, 2011.

SYNTHESIS OF PEROVSKITE-TYPE $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O_{3-\delta}$ BY MICROWAVE-ASSISTED COMBUSTION METHOD

ABSTRACT

$Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O_{3-\delta}$ (BSCF) perovskite powders were synthesized using microwave-assisted combustion method. In addition, perovskite BSCF was also synthesized by conventional heating for comparison. The reaction product was analyzed by differential scanning calorimetry / thermogravimetric analyses (DSC/TG) to determine the optimum calcination temperatures, since the phase is not formed directly during the combustion reaction. After calcined, the powders were characterized by X-ray diffraction (XRD), BET surface area measurement, scanning electron microscopy (SEM) and dilatometry. The results of DSC / TG showed that with calcination temperatures from 880 ° C it is possible to obtain the phase BSCF. The BET surface area measurement showed specific areas of up to 9.93m²/g. The dilatometric analyses showed temperature of 970°C as the temperature of maximum rate of densification.

Key-Words = Perovskite, $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O_{3-\delta}$, synthesis, combustion method, microwave heating.