

ESTUDOS DOS PARÂMETROS DE CO-PRECIPITAÇÃO DE PÓS DE NiO-YSZ

Yoshito, W.K.; Cotrim, M.E.B.; Ussui, V.; Lazar, D.R.R.; Paschoal, J.O.A.

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

C.P. 11049 – Pinheiros, CEP: 05422-970, São Paulo, SP - Brasil

e-mail: wyoshito@ipen.br

Pós de NiO-YSZ (óxido de níquel – zircônia estabilizada com 8 mol% de ítria) para fabricação de anodo para célula a combustível do tipo óxido sólido foram sintetizados pela rota de co-precipitação. A proposta deste trabalho foi definir inicialmente as melhores condições de precipitação do hidróxido de níquel pelo controle do pH (7 a 10) e concentração de níquel presente nas soluções de partida (0,01 a 0,2 molar). No processo empregado, busca-se diminuir a formação de complexos solúveis de níquel durante a precipitação, que causam a perda de Ni^{2+} na forma do complexo $[Ni(NH_3)_4]^{2+}$, dificultando o controle da composição do compósito. As reações de precipitação foram conduzidas a 98 ° C, a partir de soluções aquosas do metal precursor, em meio clorídrico, e hidróxido de amônio como agente precipitante. O rendimento de precipitação do componente metálico foi determinado por espectrometria de emissão atômica com fonte de plasma acoplado indutivamente (ICP-AES), analisando-se os sobrenadantes. Verificou-se que a precipitação de hidróxido de níquel é praticamente completa (98-99%), partindo-se de soluções com baixa concentração deste cátion (0,01 molar). O estudo da influência do pH, variando-se a concentração da solução precipitante, mostrou que o máximo rendimento de precipitação do hidróxido de níquel foi atingido em pH 9,3 (98%), rendimento este também obtido para o compósito NiO: YSZ de 77,5:22,5. Em valores de pH mais elevados aumenta a solubilidade do níquel. Os pós de NiO-YSZ obtidos, pela rota de co-precipitação que inclui etapas de lavagens e tratamento dos precipitados com solventes orgânicos (etanol e butanol), secagem, calcinação e moagem foram caracterizados por difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, adsorção gasosa (BET), difração a laser (CILAS) e picnometria de hélio.

Palavras-Chave: óxido de níquel, zircônia estabilizada, co-precipitação, síntese de pós

INTRODUÇÃO

O interesse na utilização da célula a combustível de óxido sólido (SOFC – Solid Oxide Fuel Cell) como fonte alternativa de energia é devido à alta eficiência na conversão de energia e baixa emissão de poluentes. Basicamente, uma célula de combustível é constituída de dois eletrodos (anodo e catodo) separados por um eletrólito condutor de íons. O gás oxidante, que é alimentado no catodo, sofre uma redução liberando íons, que migram através do eletrólito e oxidam o gás combustível no anodo. No anodo, o gás combustível alimentado sofre oxidação liberando elétrons. Estes elétrons migram para um circuito elétrico externo do anodo para o catodo produzindo diretamente corrente elétrica.

Atualmente, o compósito Ni-YSZ (níquel – zircônia estabilizada com ítria) é o material mais utilizado na fabricação do anodo devido a alta atividade catalítica do níquel para oxidação do hidrogênio, alta performance eletroquímica, boa estabilidade química, microestrutura com porosidade controlada e distribuição homogênea entre partículas de níquel e zircônia e expansão térmica compatível com outros componentes da célula [Minh, 1993]. Entre outras características, para o anodo ter uma boa atividade anódica, deve apresentar uma boa aderência ao eletrólito, vários sítios da tripla fase reacional e apresentar percolação eletrônica e iônica. A vantagem na escolha do óxido de níquel (NiO) deve-se a vários fatores: estabilidade a alta temperatura, contribuição na estabilização da fase cúbica da zircônia em conjunto com a ítria, a solubilidade limitada na zircônia e ausência de formação de produtos de reação ou fases intermediárias [Kuzjukevic et al., 1997, Lee et al., 1997; EG & Services, 2000; Park et al., 1999]. O anodo Ni-YSZ geralmente é produzido na forma de compósito NiO-YSZ e reduzido a níquel metálico durante a operação da célula a combustível.

No anodo, a fase metálica de níquel tem a função de formar uma percolação eletrônica para transportar os elétrons da zona de reação para o coletor de corrente e é também responsável pela porosidade do eletrodo. A porosidade está diretamente relacionada com a concentração de NiO, uma vez que cerca de 41% do volume inicial deste óxido é transformado em poro, durante a redução para níquel metálico. Para obter uma percolação eletrônica no anodo, um mínimo de 30% em volume de níquel deve estar presente após a redução [Kawada et al., 1990; Dees et al., 1990]. A fase cerâmica YSZ, tem a função de formar uma estrutura tridimensional suficientemente rígida para acomodar as tensões de contração, que ocorrem durante a redução do NiO para Ni e servir também de suporte para as partículas de Ni, garantindo dispersão uniforme e, com isto, evitando a coalescência durante a operação [Murphy et al., 1994]. Além disso, deve proporcionar um coeficiente de expansão térmica próximo aos outros componentes da célula, contribuir na formação de percolação para o transporte dos íons oxigênio e aumentar a área ativa para reação no eletrodo.

Baseado nestes fatos, a propriedade elétrica ou atividade eletroquímica do anodo é influenciada não somente pela condutividade elétrica de cada componente constituinte, mas também pelos parâmetros microestruturais tais como tamanho de partícula, forma e dispersão da fase metálica na matriz cerâmica e continuidade de cada fase constituinte.

O procedimento mais freqüentemente utilizado na fabricação deste componente é a mistura de pós de NiO e YSZ na estequiometria desejada, homogeneização e sinterização para formação do compósito NiO-YSZ [Tietz et al., 2000]. Contudo, pode ocorrer uma distribuição não uniforme das partículas de Ni na matriz cerâmica se a homogeneização e moagem não forem realizadas corretamente. Para um melhor controle microestrutural, diversas técnicas tais como combustão [Marinsek et al., 2002; Aruna et al., 2003] e co-precipitação [Macek et al., 1999; Li et al., 2001] têm sido propostas.

Dentre estas técnicas, a rota de co-precipitação surge como uma excelente alternativa pois permite uma mistura dos precursores já na solução inicial, resultando em um gel com um alto grau de homogeneidade química e física que assegura uma distribuição uniforme das partículas de Ni na matriz cerâmica. Nesta técnica o agente precipitante mais freqüentemente utilizado é o hidróxido de amônio devido ao baixo custo e pela possibilidade de remoção dos sub produtos de reação por lavagem com água. Contudo na síntese do compósito NiO-YSZ é necessário um controle rigoroso na adição deste precipitante, pois em baixa concentração o níquel não é precipitado totalmente e, em excesso, leva a formação de complexos solúveis na forma de $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_n]^{2+}$ onde $n = 1 - 6$. Neste sentido, a proposta deste trabalho é estudar a influência dos parâmetros de processo precipitação na formação de hidróxido de níquel e compatibilizar essas condições com as adotadas na técnica de síntese do YSZ.

MATERIAIS E MÉTODOS

Oxicloreto de zircônio (IPEN), cloreto de ítrio (preparado pela dissolução de 99,99% de Y_2O_3 – Aldrich Chemical Co, USA) e cloreto de níquel (obtido pela dissolução aquosa de 98% $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ - Merck) foram utilizados como soluções precursoras desta pesquisa.

Para estudar a influência do pH na precipitação do hidróxido de níquel, preparou-se uma solução aquosa de cloreto de níquel com concentração de cátion níquel fixada em 0,1 M. Em um béquer contendo uma alíquota desta solução, sob agitação mecânica, adicionou-se um volume fixo de solução aquosa de hidróxido de amônio com concentração variando entre 0,1 e 6,0 M. Para cada concentração de hidróxido de amônio mediu-se o pH da solução a temperatura ambiente. A precipitação do níquel foi realizada a partir da adição de uma alíquota da solução, aquecida a 98 °C, em um béquer contendo hidróxido de amônio (0,1 – 6,0 M) sob vigorosa agitação. Ao término da alimentação da solução aquosa de cloreto de níquel foi dobrado o volume final do sobrenadante com água destilada. A suspensão resultante foi reaquecida a 98°C com agitação contínua, resfriada à temperatura ambiente e mantida sem agitação. Após 24 horas mediu-se novamente o pH e uma alíquota foi retirada para determinar a concentração de níquel no sobrenadante. O rendimento da precipitação do hidróxido de níquel foi determinado pela diferença de massa de Ni^{2+} na solução precursora e massa de Ni^{2+} não precipitado presente no sobrenadante.

Adotando o mesmo procedimento descrito acima, foi estudado o efeito da concentração de níquel no rendimento da precipitação. Para este estudo, foram preparadas soluções aquosas de cloreto de níquel com concentração de níquel variando entre 0,01 e 0,2 M e fixado pH inicial em 9,5.

De acordo com os melhores resultados obtidos nos experimentos anteriores, foram adotadas as seguintes condições para avaliação do rendimento de precipitação do cátion níquel em presença dos cátions zircônio e ítrio: $[Ni^{2+}] = 0,1 \text{ M}$; $[NiO]_{YSZ} = 29$ a 79% em massa; $[Y_2O_3] = 8 \text{ mol\%}$ em relação a zircônia.

A reação foi iniciada pela introdução dos precursores, previamente aquecidos a $98 \text{ }^\circ\text{C}$, por pulverização, em uma solução aquosa de hidróxido de amônio 4,0 M, sob vigorosa agitação. Ao término da alimentação da solução, foi dobrado o volume final do sobrenadante com água destilada. A suspensão resultante foi reaquecida a 98°C com agitação contínua e resfriada à temperatura ambiente e mantida em repouso por 24 horas. Após este período foi retirada uma alíquota do sobrenadante para determinar a concentração de Ni^{2+} .

A suspensão foi então filtrada a vácuo, lavada com água destilada para remover os íons cloreto. Para evitar a formação de aglomerados fortes, os precipitados foram lavados com álcool etílico e submetido a uma destilação azeotrópica com butanol. A destilação, que tem como objetivo remover a água residual, inicia-se a $92,25 \text{ }^\circ\text{C}$, quando ocorre a formação da mistura azeotrópica butanol – água. A água é totalmente removida do precipitado antes que todo solvente seja evaporado, pois o ponto de ebulição do butanol é $117,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Os pós resultantes foram secos em estufa a 80°C por 24 horas, calcinados a 800°C por 1 hora e submetidos à moagem em etanol por 15 horas, em moinho de bolas com meio de moagem de zircônia e novamente seco em estufa a 80°C por 8 horas.

A composição química dos produtos obtidos foi determinada pela técnica de espectrometria de emissão atômica com fonte de plasma de argônio induzido (ICP-AES – Spectro Flame M 120 E – Spectro Analytical). A estrutura cristalina de hidróxido de níquel foi analisada por difração de raios X (D8 Advance, Bruker-AXS). Os pós calcinados e moídos foram caracterizados por difração de raios X para identificação de fases, microscopia eletrônica de varredura (MEV) (XL30, Phillips) para observação da morfologia das partículas e aglomerados, microscopia eletrônica de transmissão (MET) para observação do tamanho e morfologia do cristalito, difração a laser (granulometer 1064, Cilas) para determinação da distribuição de tamanho dos aglomerados, absorção gasosa (Nova 1200, Quantachrome) para medidas da área superficial pelo método BET e picnometria de Hélio (Micromeritics, AccuPyc 1330) para medidas da densidade.

RESULTADO E DISCUSSÃO

Na rota de co-precipitação de zircônia estabilizada com ítria o procedimento normalmente adotado consiste na adição de excesso de agente precipitante para assegurar o máximo rendimento na precipitação dos cátions na forma de hidróxido uma vez que a precipitação, em meio clorídrico dos cátions zircônio e ítrio, na forma de hidróxido, ocorre em pH entre 1,9 e 4,2 para o zircônio e pH 6,78 para o ítrio. Contudo quando o cátion níquel é adicionado para síntese do compósito NiO-YSZ, este excesso de agente precipitante, neste caso o hidróxido de amônio, geralmente contribui para um menor rendimento na precipitação do hidróxido de níquel devido a formação de complexo de níquel na forma de

$[\text{Ni}(\text{NH}_3)_n]^{2+}$ onde $n = 1 - 6$. Assim sendo, para definição das melhores condições de precipitação dos hidróxidos mistos, torna-se necessário um estudo individualizado da precipitação do níquel, em meio clorídrico.

Na Fig.1 (a) são apresentadas as curvas de titulação, determinadas a temperatura ambiente e a 98°C , com adição de soluções de hidróxido de amônio com concentração entre 0,1 a 6,0 M. Observa-se que em solução de cloreto de níquel, o pH final da solução após aquecimento (98°C) e resfriamento variou de 7,05 a 9,21. Na Fig. 1 (b) observa-se a concentração de níquel no sobrenadante em função da concentração molar do agente precipitante do hidróxido de níquel, que corresponde ao níquel não precipitado a temperatura ambiente. Nota-se que a concentração mínima de níquel, ou seja o máximo rendimento de precipitação, foi obtido em pH final de 8,79.

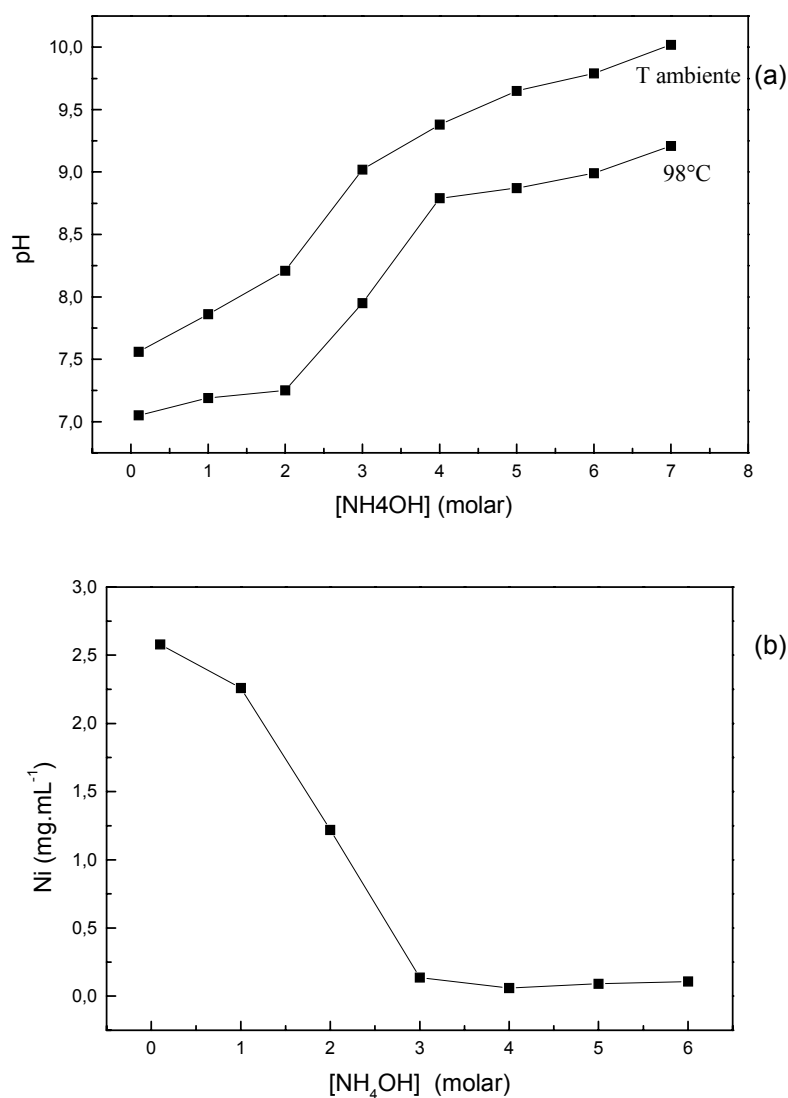
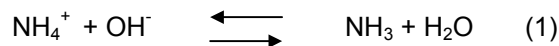
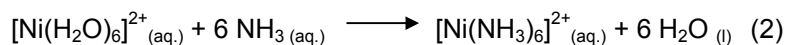


Figura 1. pH (a) e concentração de níquel no sobrenadante (b), em função da concentração molar de hidróxido de amônio empregado como agente precipitante do hidróxido de níquel.

Na obtenção do hidróxido de níquel, o rendimento da precipitação depende das concentrações dos íons hidroxilas e amônio, segundo o equilíbrio do agente precipitante:



Em solução aquosa de cloreto de níquel hexahidratado, a adição de hidróxido de amônio inicialmente atua como uma base fraca, fornecendo o íon hidroxila, para precipitar o níquel na forma de hidróxido de níquel. Como pode ser observado nas curvas apresentadas na Fig. 2 (a) e (b), para baixos valores de pH a concentração de íon hidroxila é insuficiente para atingir o valor do produto de solubilidade do hidróxido de níquel, conseqüentemente o rendimento da precipitação é baixo. Para valores de pH entre 8,79 e 8,87 o rendimento da precipitação do hidróxido de níquel atinge o seu valor máximo. Em pH superior a pH 8,87, o aumento na concentração de amônia conduz à formação de complexos entre o níquel e a amônia. Como as moléculas de água são fracamente ligadas ao Ni^{2+} , as moléculas de amônia começam a competir e sucessivamente vão substituindo as moléculas de água formando complexos solúveis de níquel conforme reação (2). Os resultados de rendimento de precipitação, apresentado na fig 2 confirmam este comportamento.



A influência da concentração de níquel no rendimento da precipitação, foi avaliada variando sua concentração entre 0,01 e 0,2 M. Em todos os experimentos o pH foi ajustado em 9,5 e em seguida a solução foi aquecida a 98°C. Os resultados obtidos são apresentados na Fig. 3. Há um decréscimo de aproximadamente 3% na precipitação com o aumento da concentração de níquel entre 0,01 e 0,1 M, decréscimo este acentuado para 20%, quando a concentração é aumentada para 0,2 M.

O difratograma de raios X (Fig. 4) confirma a formação de $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$, que cristaliza no sistema hexagonal com a estrutura do tipo “brucita”, devido a ausência da reflexão de (001) em $2\theta = 11^\circ$.

As formações do complexo solúveis de níquel podem ser comprovadas pela mudança da cor da solução, que é uma propriedade característica dos elementos de transição, devido à transferência da energia da luz para o átomo. Em soluções aquosas de níquel, em presença de excesso de hidróxido de amônio, ocorre a seguinte transformação: em água, o níquel (II) apresenta-se como um complexo $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ de cor verde, ao adicionar NH_3 as estruturas de vários complexos de $\text{Ni}^{2+} / \text{H}_2\text{O} / \text{NH}_3$ são formadas e co-existem em solução aquosa. As proporções relativas das espécies dependem da quantidade NH_3 adicionada à solução aquosa de Ni^{2+} . Quando NH_3 concentrado é adicionado em excesso, o íon complexo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ de cor azul é formado. Isto ocorre pois a absorção de luz é um processo subtrativo de cor e sendo vermelho e laranja cores complementares das cores verde e azul, respectivamente.

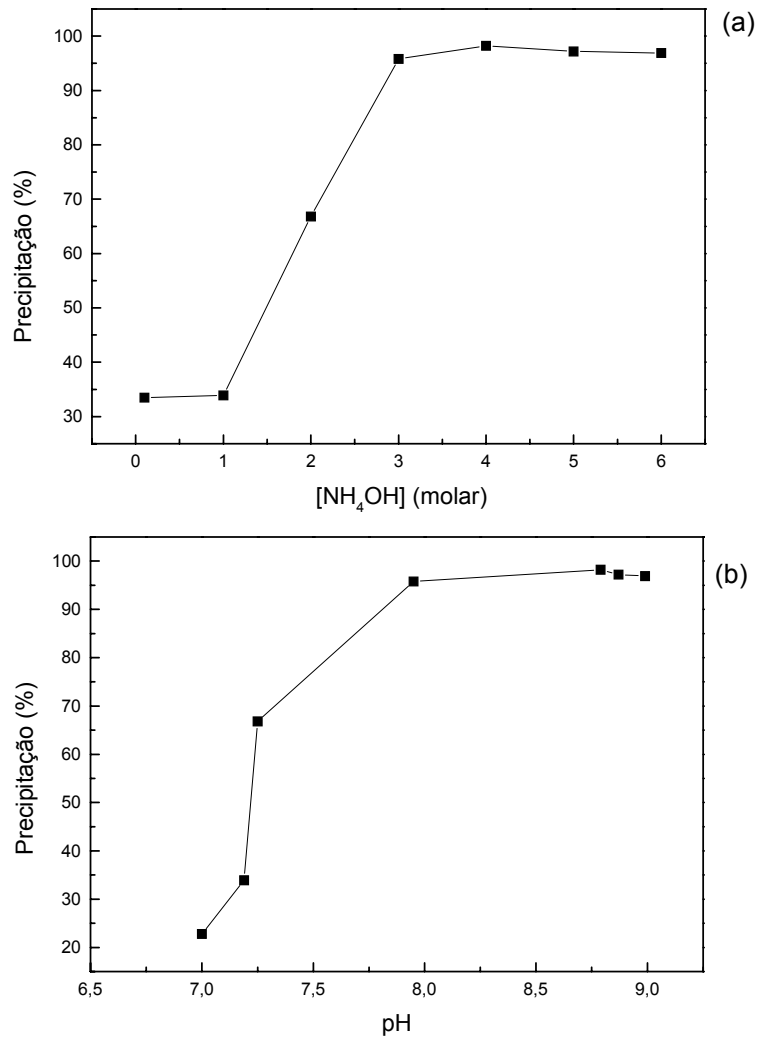


Figura 2. Rendimento da precipitação de Ni em função da concentração de NH_4OH (a) e pH (b).

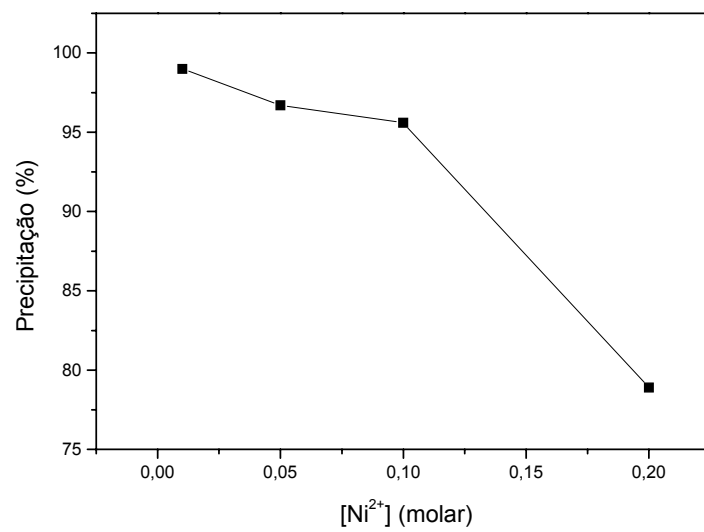


Figura 3. Rendimento da precipitação de Ni em função da concentração deste cátion na solução precursora

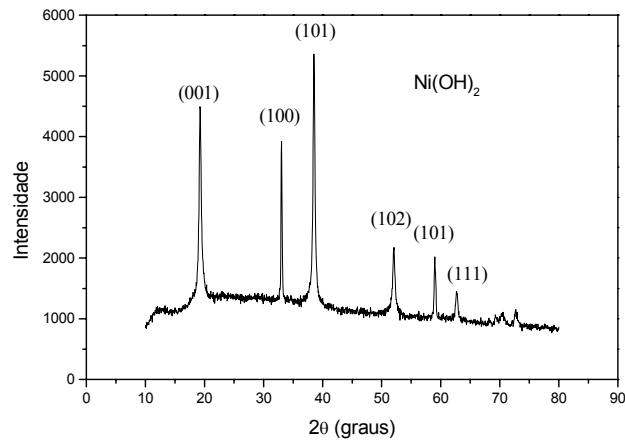


Figura 4. Espectro de difração de raios X da amostra β - $\text{Ni}(\text{OH})_2$

Na Fig. 5 é apresentada a variação na cor da solução em função da concentração de amônia presente na solução. A solução que contém o íon complexo $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, que é verde, indica que está absorvendo a luz vermelha, o íon complexo $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ de cor azul, indica a absorção da luz laranja. Como a luz vermelha (650 nm) tem um comprimento de onda mais longo, e portanto menor energia, que a luz laranja (600nm), a amônia substitui a água e forma uma ligação mais forte. A intensidade do comprimento de onda absorvido depende da natureza do ligante associado ao complexo. Os ligantes mais comuns podem ser colocados numa ordem de força crescente, obtendo-se uma série chamada de série espectroquímica. A classificação varia levemente com o metal e estado de oxidação e é apresentado da seguinte maneira [Lee,1980].

(Ligações fracas) $\text{I}^- < \text{Br}^- < \text{Cl}^- < \text{NO}_3^- < \text{F}^- < \text{OH}^- < \text{H}_2\text{O}$ e oxalato $< \text{EDTA} < \text{NH}_3$ e piridina $< \text{etilenodiamina} < \text{dipiridila} < \text{o-fenantrolina} < \text{NO}_2^- < \text{CN}^-$ (Ligações fortes)

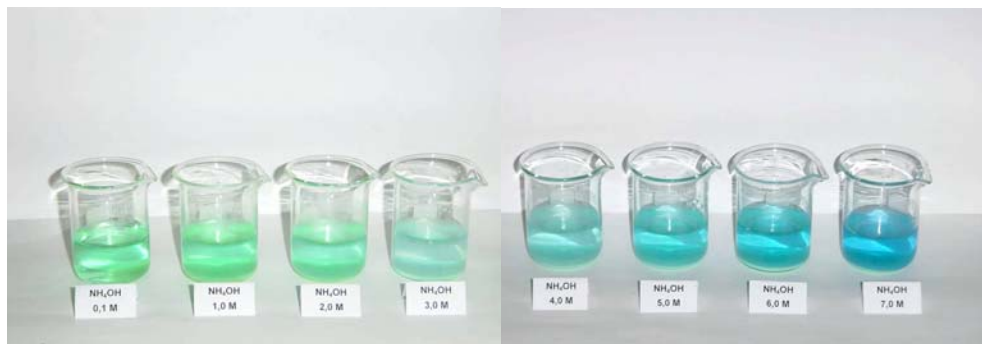


Figura 5. Variação na coloração das soluções em função da concentração de NH_4OH

Para avaliar o rendimento da precipitação do cátion níquel em presença dos cátions zircônio e ítrio, visando para obtenção do compósito NiO-YSZ adotou-se as condições otimizadas no estudo individualizado da precipitação do hidróxido de níquel ou seja: $[Ni^{2+}] = 0,1 \text{ M}$; $T = 98^\circ\text{C}$; $\text{pH} = 9,5$ e $[Y_2O_3] = 8 \text{ mol\%}$ em relação a zircônia utilizadas. Em toda composição estudada houve um decréscimo no rendimento da precipitação do níquel com a diminuição da concentração de NiO no compósito, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1. Rendimento da precipitação de níquel no compósito NiO-YSZ e composição química das Amostras.

Solução precursora	Precipitado	Rendimento da precipitação (%)
Composição nominal	Composição Real	Ni^{2+}
em massa (%)	em massa (%)	
29 % NiO : YSZ	27% NiO : YSZ	90,2
57 % NiO : YSZ	52 % NiO : YSZ	90,2
79 % NiO :8YSZ	77 % NiO : YSZ	97,8
NiO	NiO	98,2

Na Tabela 2 e Fig. 5 são apresentadas às características físicas do pó 52 % NiO : YSZ, obtido por co-precipitação a 800°C e moagem.

Tabela 2. Tamanho médio dos aglomerados, área de superfície específica, densidade da mistura de pós de 52 % NiO : YSZ, obtida por co-precipitação, calcinação a $800^\circ\text{C}/1 \text{ h}$ e moagem em moinho de bolas.

Tamanho médio do aglomerado (μm)	Área de superfície específica (m^2g^{-1})	Densidade (g.cm^{-3})	Tamanho do cristalito (nm)
0,3	23,2	6,00	20

Como pode ser observado na micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura, (Fig. 6 a), as partículas encontram-se na forma de aglomerados com tamanho submicrométrico por sua vez, na imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão, (Fig. 6 b), observa-se que as partículas apresentam formato arredondado e com dimensões de 20 nm.

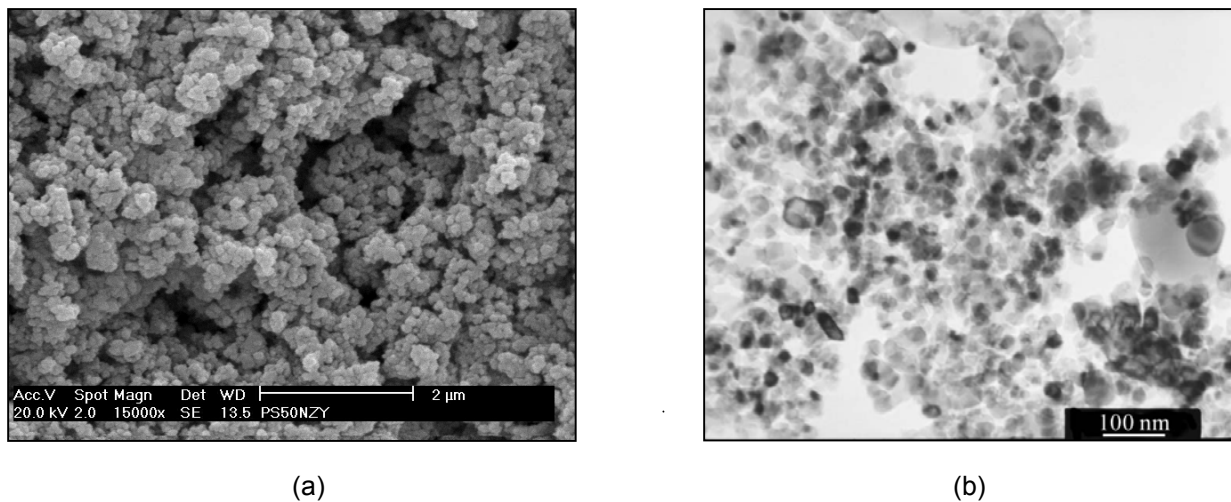


Figura 6. Micrografia obtida por MEV (a) e MET (b) da mistura de pós de 52 % NiO-YSZ obtida por co-precipitação, calcinação a 800°C/1 h e moagem em moinho de bolas.

O espectro de difração de raios X da amostra de pó obtida pela rota de co-precipitação (Fig. 7) indica a formação de uma mistura de óxido de níquel com estrutura ortorrômbica e zircônia estabilizada com ítria com estrutura tetragonal e/ou cúbica.

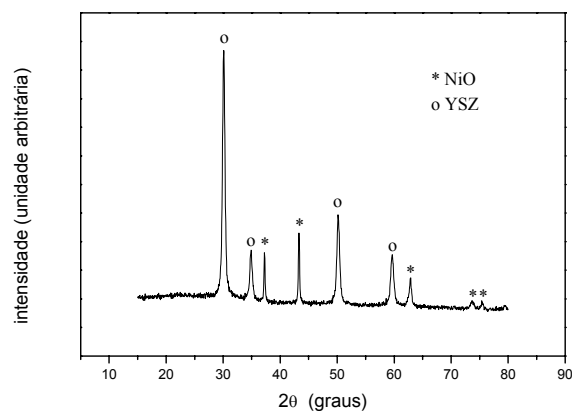


Figura 7. Espectro de difração de raios X da mistura de pós 52 % NiO-YSZ obtida por co-precipitação, calcinação a 800°C/1 h e moagem em moinho de bolas

CONCLUSÕES

A técnica de co-precipitação mostrou-se eficiente para síntese de pós de NiO-8YSZ de dimensões nanométricas com boa dispersão dos óxidos que constituem este compósito. Para superar as dificuldades relatadas quanto à formação de complexos solúveis de níquel, e portanto obter compósitos com a composição desejada, é necessário que na mistura inicial seja considerado o rendimento de precipitação de cada íon metálico. Na próxima etapa deste trabalho prevê o processamento dos pós de forma a confirmar a eficiência desta rota na obtenção de anodos de célula a combustível do tipo SOFC.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Aruna, S. T., K. S. Rajam, Scripta Materialia 48 (2003), p. 507
- Dees D.W., Claar, T.D., Easler, T.E., Fee, D.C., and Mrazek, F.C., J. Electrochemical Society 134 (9) (1990) p. 2141
- EG & Services. Fuels cells handbook. US Department of Energy, Morgantown, 2000
- Kawada, T., Saai, N., Yokokawa, H., Dokiya, M., Mori, M. and Iwata, T., J. Electrochemical Society 137 (10) (1990) p. 3042
- Kuzjukevich, A., Linderoth, S., Solid State Ionics 93 (1997), p. 255
- Lee J.D.– Química Inorgânica –Tradução da 3ª edição inglesa - Ed. Edgard Blücher, 1980.
- Lee, C.H., Lee, C.H., Lee, H.Y., Oh, S.M., Solid State Ionics 98 (1997), p. 39
- Li Y., Y. Xie, J. Gong, Y. Chen, Z. Zhang, Mater. Sci. Eng. B86 (2001), p. 119.
- Macek J., M. Marinsek, NanoStructured Mater. 12 (1999), p. 499.
- Marinsek M., K. Zupan, J. Maèek, J. Power Sources 106 (2002), p. 178.
- Murphy, M.M., Van herle, J., McEvoy, A. J. and Thampi, K.R. J. Electrochemical Society 141 (8) (1994) p.L94-96
- Minh, N.Q. Ceramic fuel cells, J.Am. Ceram. Soc., v. 76, n 3, (1993) p. 563
- Park, Y.M., Choi, G.M., Solid State Ionics 120 (1999), p. 265
- Tietz, F., Dias, F.J., Simwonis, D., Stöver, D., J. Eur. Ceram. Soc. 20 (2000), p. 1023

AGRADECIMENTOS: Os autores agradecem a FAPESP pelo suporte financeiro (Projeto 96/09604-9 para análise de difração de raios X), Celso V. Moraes, Nildemar A. M. Ferreira, Jorge C. Santos e MSc. Yone Vidotto França, pela assistência na caracterização do compósito NiO-9YSZ.

ABSTRACT

STUDY OF COPRECIPITATION PARAMETERS OF NiO-YSZ POWDERS

NiO-YSZ (nickel oxide – 8 mol% yttria stabilized zirconia) powders for manufacturing Solid Oxide Fuel Cells anode were synthesized by coprecipitation method. In the first part of this study it was optimized the conditions of precipitation of nickel hydroxide by control of pH (7.0 to 10.0) and nickel ion concentration in the solutions precursors (0.01 to 0.2). This study is important to avoid the formation of the soluble nickel amino-complex during precipitation process, that induces the lost of Ni^{2+} changing the composite initial composition. The precipitation reactions were carried out at 98 ° C, using an aqueous solutions metal precursor, in hydrochloric medium, and ammonium hydroxide solution as precipitation agent. The yield of precipitation of metallic component was determined by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy analysis (ICP-AES), by analyzing the mother liquids. The results show almost complete nickel hydroxide precipitation (98-99%) when the starting solution containing a lower concentration of this cation (0,01 M). The influence of the pH studied, by varying the concentrations of precipitation agent, showed that the great yield of precipitation of nickel hydroxide was obtained at pH 9,3 (98%). This yield was also obtained for the composite of 77,5 wt% NiO : 22,5wt% YSZ. The solubility of the nickel is increased in higher value of pH. The NiO-YSZ powders, prepared by coprecipitation route that induces washing steps and treatment with organic liquor (ethanol and butanol), drying, calcinations and milling, were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, gas adsorption (BET), laser diffraction (CILAS) and helium picnometry.

Keywords: Nickel hydroxide, yttria stabilized zirconia, coprecipitation, synthesis of powders