

**Tratamento Estatístico de Dados em Física Experimental**

**Determinação do Tamanho Médio de Grãos de uma Cerâmica Policristalina**

**Professor Zwinglio Guimarães**

|              |                |               |                 |
|--------------|----------------|---------------|-----------------|
| <b>André</b> | <b>Deborah</b> | <b>Elaine</b> | <b>Vinícius</b> |
| 8092526      | 8940852        | 10314916      | 10263552        |

**Instituto de Física da Universidade de São Paulo**  
**Novembro de 2018**

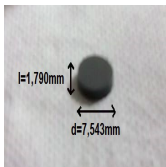
# Sumário

- Objetivos
- Cerâmica BCTO
- Descrição Teórica
- A Microscopia de Força Atômica
- Análises e Resultados
- Conclusão e Considerações Finais

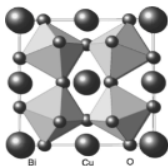
# Objetivos

- Determinar com a microscopia de força atômica o tamanho médio dos grãos de uma cerâmica policristalina BCTO
- Análise das distribuição de dados

# $\text{Bi}_{2/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (BCTO)



*BCTO*



*Forma estrutural do  
BCTO (Ref.1)*

→ Cerâmica proposta em 1990 por Ingrid Bryntse e Per-Erik Werner

→ Estrutura Perovskita → Permissividade elétrica gigante (2290 a 25°C e 1kHz)

- Aplicações (Supercapacitores, Dispositivo de armazenamento de energia, Atuadores piezoelétricos)

# $\text{Bi}_{2/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ (BCTO)

## IBLC - Internal Barrier Layer Capacitance

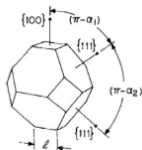
- *Sinclair, et al (2002)*
- Cerâmicas eletricamente heterogêneas que consistem de grãos semicondutores e contorno de grãos isolantes
- Permisividade elétrica gigante atribuída a barreira interna capacitiva do contorno de grão ao invés de propriedade intrínseca da estrutura do cristal

# Descrição Teórica

## Método de Mendelson

- Modelo para especificação do tamanho médio de grãos:
- Forma dos grãos: Tetrakaidecahedron (octaedro truncado)
  - Seis faces quadradas  $\{100\}$  e oito faces hexagonais  $\{111\}$
  - Parâmetro:  $S_v$  (Área superficial do contorno de grão em relação ao volume do grão)

$$S_v = 2,3675 \frac{l^2}{l^3}$$



*Esquema do Octaedro Truncado (Ref.2)*

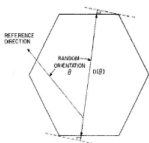
# Descrição Teórica

## Método de Mendelson

- Parâmetro:  $D(\theta)$  (distância perpendicular média entre dois planos tangentes paralelos, definida para qualquer orientação  $\theta$  no grão)

$$D = \frac{1}{4} \sum l_i (i - \alpha_i)$$

- Calculou-se  $D = 3l$  (Ref.2)



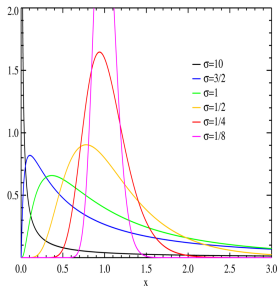
*Grão convexo mostrando a dimensão de calibre  $D(\theta)$  como função da orientação (Ref.2)*

# Descrição Teórica

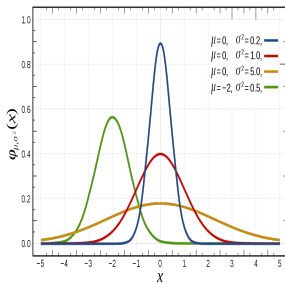
## Método de Mendelson

→ A distribuição de dos tamanhos dos grãos na cerâmica é **Log-Normal**

$$f(D) = Ke^{-\frac{1}{2} \left( \frac{\ln D - \ln \bar{D}}{\ln \sigma} \right)^2}$$



*Log-Normal*



*Normal*



# Descrição Teórica

## Método de Mendelson

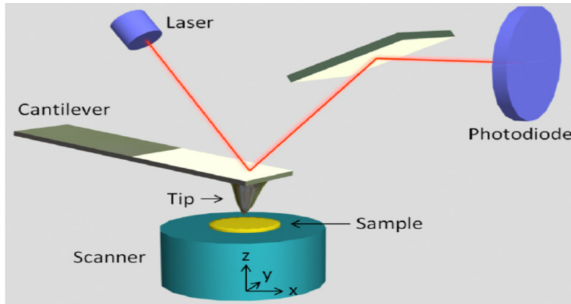
→ A FDP nos dá que  $S_v = \frac{7,1025}{\bar{D}} (e^{-2,5 \ln^2 \sigma})$ , e conseguimos disso chegar que (onde  $\bar{L}$  é o tamanho médio de intercepto)

$$\frac{1}{\bar{L}} = \frac{1}{4} S_v$$

→ A partir do tamanho dos interceptos na estrutura do BCTO, temos que o tamanho médio  $\bar{D}$  dos grãos são dados por

$$\bar{D} = 1,7756 \cdot e^{-2,5 \cdot \ln^2 \sigma} \bar{L}$$

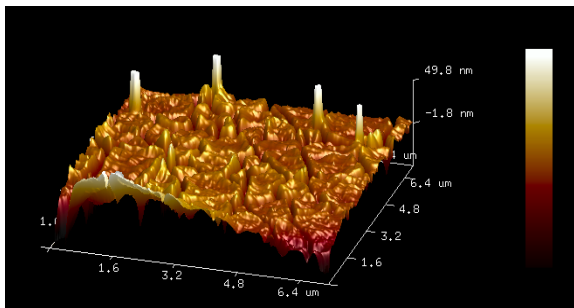
# A Microscopia de Força Atômica



*Ilustração da microscopia de força atômica*

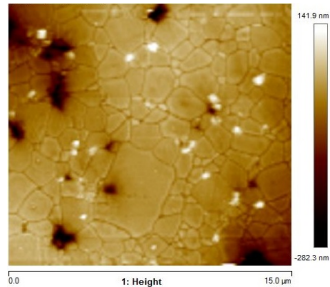
**Vídeo Ilustrativo**

# A Microscopia de Força Atômica



*Esquemático da Imagem Tridimensional do BCTO obtido com NanoScope 8A*

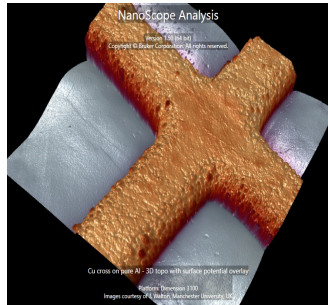
# Método Experimental



*Topografia do BCTO obtida pelo NanoScope*

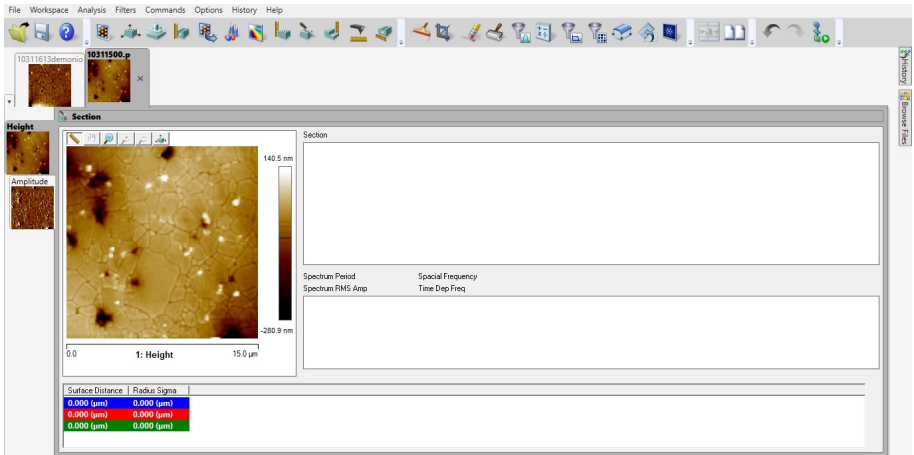
# Método Experimental

→ Utilizamos o NanoScope Analysis para realização das tomadas de dados



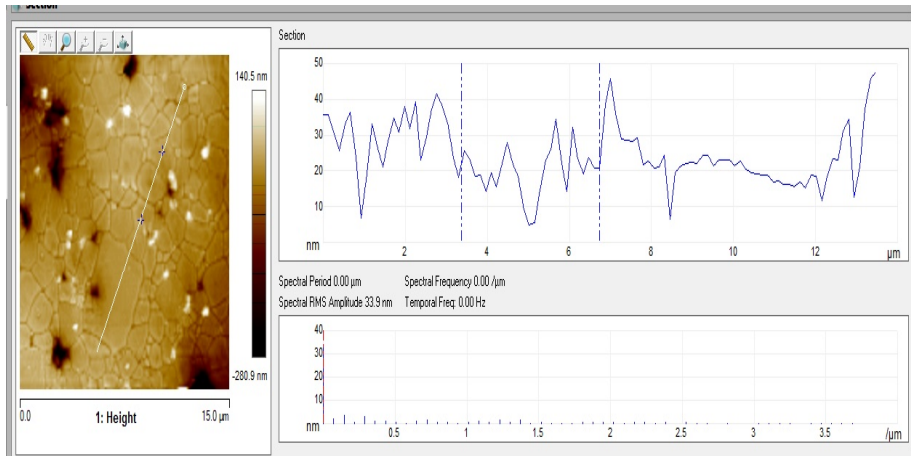
*Software*

# Método Experimental



*Software*

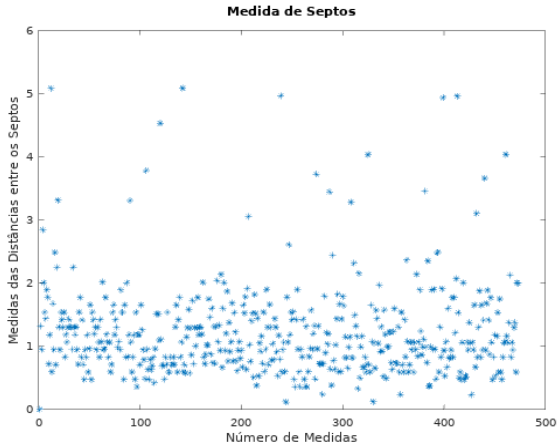
# Método Experimental



*Software*

# Planejamento Experimental

- Cada um de nós medimos 100 vezes distâncias e séptos aleatórios e independentes e obtivemos inicialmente a distribuição





# Planejamento Experimental

## Parâmetros da Distribuição

- Número de Dados: 400
- Média ( $\bar{L}$ ):  $1,221 \mu\text{m}$
- Desvio Padrão:  $0,739 \mu\text{m}$
- Desvio Padrão da Média:  $0,034 \mu\text{m}$

→ A incerteza estatística da média é muito maior que a incerteza do aparelho  $\sim 0,002\mu\text{m}$

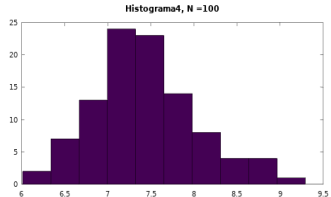
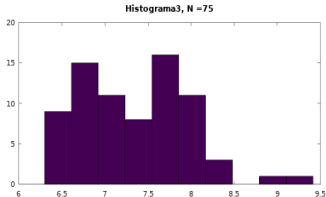
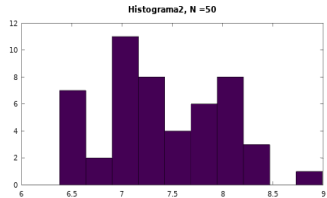
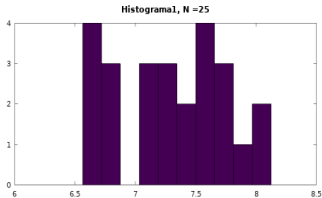
# Planejamento Experimental

→ Distribuição teórica é **Log-normal**

→ Fizemos simulações com método Monte-Carlo para saber quantos N experimentos com 100 dados cada seriam necessários para se chegar ao teorema central do limite

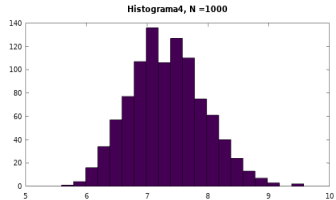
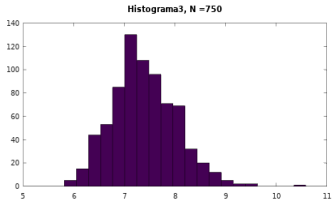
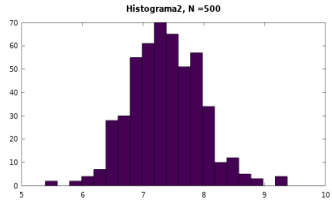
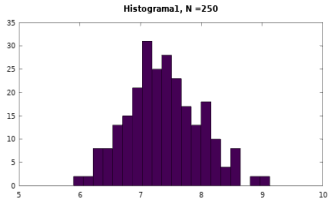
# Planejamento Experimental

N = 25 até 100



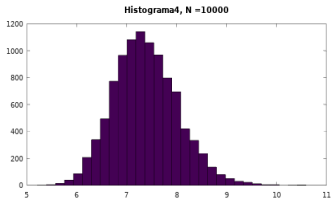
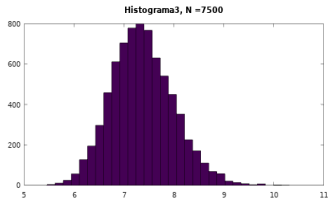
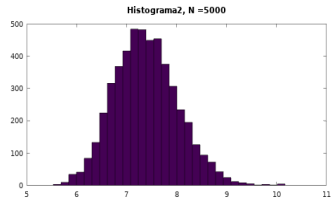
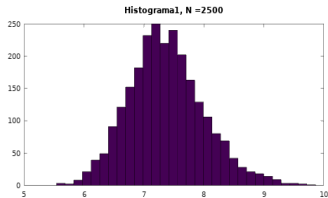
# Planejamento Experimental

N = 250 até 1000



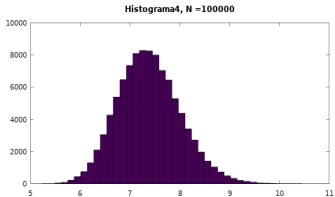
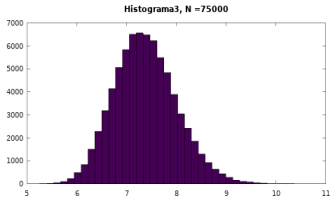
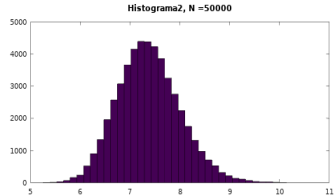
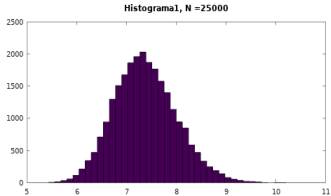
# Planejamento Experimental

**N = 2500 até 10000**



# Planejamento Experimental

**N = 25000 até 100000**



# Planejamento Experimental

- Impraticável trabalhar com a quantidade de experimentos demandada
- Trabalharemos em cima da distribuição teórica

# Planejamento Experimental

→ Da distribuição **Log-Normal** temos que os parâmetros de kurtosis  $k$  e skewness  $s$  serão dados por

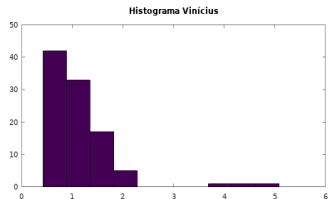
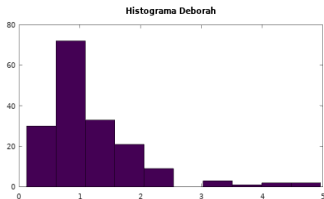
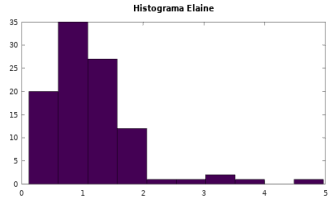
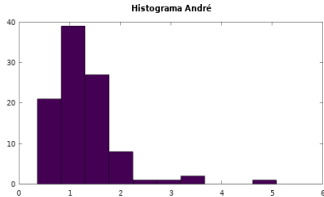
$$k = \frac{\mu_4^0}{\sigma^4} = 24 \pm 5$$

$$s = \frac{\mu_3^0}{\sigma^3} = 1,52 \pm 1,23$$



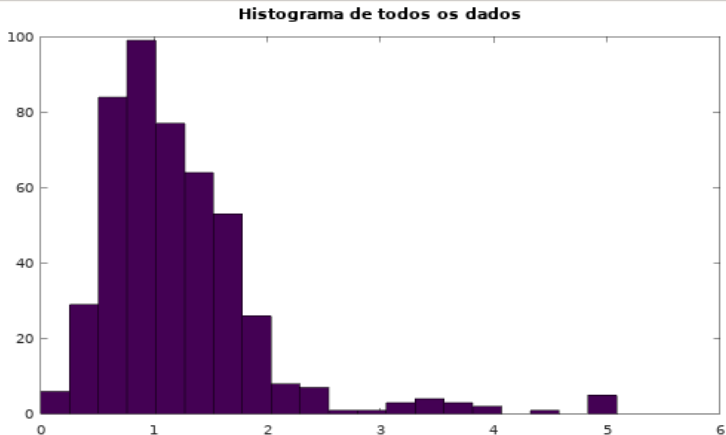
# Análises e Resultados

- Foram feitas quatro tomadas de dados pelos integrantes do grupo. Segue abaixo os histogramas de cada uma das tomadas de medidas



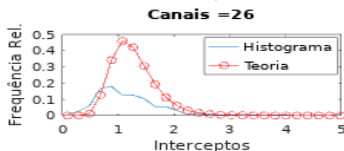
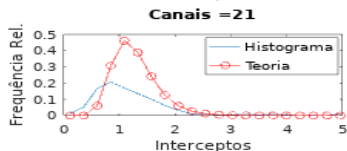
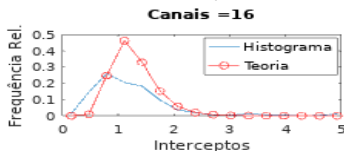
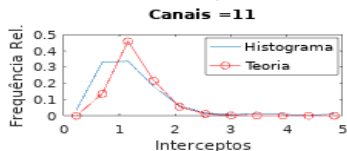
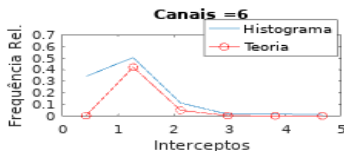
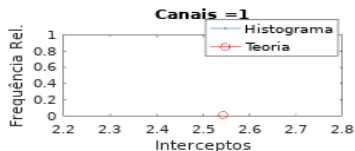
# Análises e Resultados

- Juntamos todas as medidas num mesmo histograma e obtivemos



# Análises e Resultados

- Verificamos qual o melhor número de canais para conseguirmos ajustar a a função FDP ao histograma da frequência relativa



# Análises e Resultados

- Em especial, para o histograma com 6 canais, e tirando o logaritmo natural dos dados para aplicar o teste normal, conseguimos o  $\chi^2 = 2,373$ . Pela calculadora do WebRoot, achamos, que para nossa distribuição,

$$0,001 \leq \chi^2 \leq 5,694$$

e o nosso valor está dentro, o que indica confiabilidade do ajuste.

## Conclusão e Considerações Finais

- Chegamos assim que, a partir de propagação de incerteza que




$$\bar{D} = (2,07 \pm 0,47)\mu\text{m}$$

- O ajuste apresentou um comportamento log-normal dentro do  $\chi^2$  obtido
- A quantidade dados, embora não suficiente para atender as condições do teorema central do limite, foi adequado para o desenvolvimento das análises

# Agradecimentos

→ Agradecemos ao Laboratório de Filmes Finos pelo uso do equipamento de microscopia de força atômica no qual obtivemos as imagens para análise

# Referências

-  [1] LIU, Jianjun et al. Large dielectric constant and Maxwell-Wagner relaxation in  $\text{Bi}_{2/3}\text{Cu}_3\text{Ti}_4\text{O}_{12}$ . Physical review B, v. 70, n. 14, p. 144106, 2004.
-  [2] MENDELSON, Mel I. Average grain size in polycrystalline ceramics. J. Am. Ceram. Soc., v. 52, n. 8, p. 443-446, 1969.
-  [3] MultiMode NanoScope 8 Manual. Disponível em:  
[https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/AFM/Brochures/B072-RevC0-MultiMode\\_8-Brochure\\_\\_LoRes\\_.pdf](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/AFM/Brochures/B072-RevC0-MultiMode_8-Brochure__LoRes_.pdf)