



Síntesis de nanocristales de zirconia mediante el método Sol-Gel: Mecanismo de la transformación de fase mediante la ecuación LSW.

Resumen

Introducción

Las nanopartículas de Oxido de Zirconio usando el método Sol-Gel se sintetizaron ajustando 2 diferentes parámetros de síntesis con el objetivo de obtener el menor tamaño de partícula posible y la estabilización de las fases de alta temperatura, la zirconia tetragonal y/o la zirconia cubica a condiciones normales de presión y temperatura.

La primera condición ajustada fue el uso de 2 diferentes alcoholes como medio solvente de reacción para el método Sol-Gel buscando mejorar la estabilidad de las partículas coloidales de oligómeros de zirconia en suspensión manipulando la constante dieléctrica del medio, ya que alcoholes de cadena corta tienen mayor constante dieléctrica lo cual promueve la suspensión de los oligómeros, sin embargo en previos estudios los alcoholes de cadena corta promueven la desestabilización de las fases de alta temperatura de la zirconia, para mitigar esto se agrega el alcohol de cadena larga.

La segunda consideración es el uso de 2 catalizadores distintos para evaluar el efecto del pH en la evolución de la de polvos de zirconia obtenida

Metodología.

La relación molar de propóxido de zirconio (IV) (TPOZ), agua y alcoholes, utilizada fue de 1: 8: 20.

Los alcoholes utilizados como solventes son el metanol y el isopropanol, se adicionaron en una relación molar 1:1 hasta llegar en conjunto a la proporción 20:1 en relación al propóxido de zirconio. Se emplearon relaciones molares de 0.2 y 0.8 de catalizador respecto al propóxido de zirconio, para ambas vías catalíticas para obtener geles con concentraciones altas y bajas de los catalizadores.

Los polvos obtenidos del método Sol-Gel se sometieron a tratamiento térmico de envejecimiento a 400, 600 y 800°C, en una mufla con atmósfera de aire y con tiempos de permanencia de entre 5 minutos hasta las 500 horas

Los materiales tratados térmicamente fueron caracterizados utilizando Difracción de Rayos X, Microscopia Electrónica de Barrido y Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier.

A partir de los datos de Difracción de Rayos X se calculó el tamaño de cristalito y el porcentaje de fases para realizar un análisis cinético.

Resultados

Los resultados obtenidos mediante la síntesis de la zirconia muestran claramente un efecto considerable del catalizador en la estabilidad de la transformación de la fase tetragonal, meta estable a temperatura ambiente, hacia la fase estable a temperatura ambiente monoclinica.

El sistema sintetizado con la mayor concentración de catalizador ácido mostro la mayor estabilidad de la fase tetragonal durante los tratamientos térmicos. En el extremo opuesto se encuentra el sistema con mayor concentración de catalizador básico, en el cual la fase tetragonal transformo en el menor tiempo.

La utilización de los 2 diferentes alcoholes permitió la obtención de partículas de tamaños menores a 5 nanómetros directamente del Sol-Gel, las cuales crecieron hasta un tamaño máximo de ~50 nanómetros en los tiempos máximos analizados.

Conclusión.

El efecto de la naturaleza ácido-base del catalizador en la cinética de transformación observada revela que las condiciones acidas promueven la resistencia a la transformación de zirconia tetragonal a la zirconia monoclinica.