



EFECTO DEL CARBONO SOBRE EL COMPORTAMIENTO TÉRMICO DE PRECURSORES DE $ZrO_2-Fe_2O_3$

N. Gamba

Departamento de Química - Facultad de Ingeniería Química
Universidad Nacional del Litoral
Santiago del Estero 2829 (S3000AOM) Santa Fe, Argentina.
E-mail: nadia_28g@yahoo.com.ar

RESUMEN

Se estudió el comportamiento térmico de precursores de ZrO_2 y $ZrO_2-Fe_2O_3$ obtenidos por evaporación a 100 y 200 °C con PVA-Sacarosa, en atmósfera de Ar, H_2/Ar y $CH_4/H_2/Ar$. Para ello se utilizaron técnicas termoanalíticas (TGA/DTA, TPR), técnicas estructurales (XRD, LRS) y microscopía óptica. Se confirmó que el carbono fue determinante en la estabilización de los polimorfos de zirconia de alta temperatura, tetragonal y cúbico, tanto en su forma pura como con agregado de hierro. A diferencia de lo que sucede en aire, estas fases persistieron hasta ~ 1000 °C efecto que se atribuyó a una combinación de condiciones reductoras y de compresión en una matriz carbonosa nanoestructurada, generada por el polímero de PVA y sacarosa. De esta forma se inhibió el crecimiento de los cristalitas (~ 5-20 nm) y por ende la transición hacia el polimorfo monoclinico. La atmósfera de reacción incidió además en el grado de reducción del catión Fe^{3+} y en su segregación como Fe_3O_4 en Ar, Fe en H_2/Ar o Fe + Fe_3C en $CH_4/H_2/Ar$. Derivado del estudio realizado, se encontraron las condiciones de obtención de soluciones sólidas de $ZrO_2-Fe_2O_3$ a baja temperatura y de materiales compuestos en algunos casos nanocristalinos del tipo $t/c-ZrO_2/C$, $t-ZrO_2/Fe/C$ y $m-ZrO_2/Fe$.

Palabras clave: $ZrO_2-Fe_2O_3$, PVA-Sacarosa, Análisis térmico, Carbono, Materiales compuestos.

ABSTRACT

The thermal behavior of ZrO_2 and $ZrO_2-Fe_2O_3$ precursors obtained by evaporation at 100 and 200 °C with Polyvinyl alcohol (PVA)-Sucrose was studied in Ar, H_2/Ar and $CH_4/H_2/Ar$ atmosphere. To do so, thermo-analytical (TGA/DTA, TPR) and structural (XRD, LRS) techniques were applied as well as optical microscopy. It could be confirmed that carbon was a determining factor in the stabilization of zirconia phase at high temperature, tetragonal and cubic both in its pure form as with iron addition. Different from what happens in air, these phases persisted up to ~ 1000 °C, effect attributed to a combination of reducing and compression conditions in a nanostructured carbon matrix, generated by the PVA polymer and Sucrose. In this way, crystallite growth was inhibited (~ 5-20 nm) and hence the transition to the monoclinic phase. The reaction atmosphere also impinged on the reduction degree of the Fe^{3+} cation and on its segregation as Fe_3O_4 in Ar, Fe in H_2/Ar or Fe + Fe_3C in $CH_4/H_2/Ar$. This study also made it possible to find the synthesis conditions of $ZrO_2-Fe_2O_3$ solid solutions at low temperature and of composite materials, in some cases nanocrystallines of the $t/c-ZrO_2/C$, $t-ZrO_2/Fe/C$ and $m-ZrO_2/Fe$ types.