

# INFLUENCIA DE LA CONCENTRACION DE AGUA EN LA SÍNTESIS DE CIRCONA OBTENIDA POR EL MÉTODO SOL-GEL

Nadia Mamana, Ricardo Caruso

Laboratorio de Materiales Cerámicos. FCEIA-UNR/ IFIR-CONICET. Pellegrini 250  
(2000) Rosario. [nadia@fceia.unr.edu.ar](mailto:nadia@fceia.unr.edu.ar)

## Introducción

La circona u óxido de circonio, es un material cerámico de gran interés debido a sus excelentes propiedades, lo cual permite que la circona pueda ser utilizada en diferentes aplicaciones industriales. Por ejemplo, su elevada dureza, tenacidad y resistencia al choque térmico permiten utilizar la circona en componentes para motores, cámaras de combustión y herramientas de corte. Además, sus características de alta resistencia a la corrosión y al choque térmico posibilitan su utilización, en medio ambientes altamente agresivos a altas temperaturas; como ser, recubrimientos anticorrosivos.<sup>1,2</sup> Por otro lado, su conductividad iónica permite la aplicación de la circona como electrolito sólido en celdas de combustible<sup>3</sup> y en sensores de gases.<sup>4</sup> Sin embargo, las excelentes propiedades de la circona dependen de diversos factores como, por ejemplo, su microestructura, porosidad y estructura cristalina.<sup>5,6,7</sup>

La obtención de muestras masivas de circona con estructura tetragonal puede realizarse a partir de la compactación de polvos de  $ZrO_2$ -3% molar de  $Y_2O_3$ , los cuales pueden ser obtenidos por el método sol-gel. El compacto así preparado, comúnmente denominado muestra en verde, es sometido a un tratamiento de sinterización con el fin de lograr la consolidación de los polvos en forma de una pieza compacta.

Parámetros del procesamiento utilizados en la síntesis sol-gel como son la naturaleza y concentración de los modificadores de la síntesis, la concentración de los precursores metálicos y la relación de moles de agua respecto a los moles del precursor metálico, son factores importantes que afectan la cinética de las reacciones involucradas en el proceso sol-gel. Consecuentemente, variaciones de dichos parámetros afectan las características del producto obtenido.

## Resultados

Distintas soluciones fueron preparadas mediante la síntesis sol-gel. Para esto n-propóxido de circonio fue diluído en n-propanol y, posteriormente, fue mezclado con una solución de acetato de itrio en n-propanol para obtener soluciones de circona 3% molar de itria. La obtención de los geles fue realizada por el agregado de agua en diferentes relaciones de moles de agua respecto a los moles de circonio (parámetro h). Los polvos fueron obtenidos por el secado de los geles en estufa a 100°C.

Los polvos preparados con diferentes valores de h (h igual a 2, 3, 4, 5, 6, 8, 10 y 12) fueron analizados por análisis termogravimétrico y análisis termodiferencial (DTA-TG). El comportamiento fue similar en todos los casos, observándose la pérdida de sustancias volátiles, eliminación de sustancias orgánicas y la cristalización de la circona. Una diferencia fue manifestada por la muestra h=2, donde no se observó la

presencia del pico asignado a la eliminación de agua ligada que si estuvo presente en el resto de los casos (muestras obtenidas con h mayor o igual a 3).

Luego de la calcinación de los polvos a 500°C, la presencia y tipo de estructuras cristalinas fueron estudiadas por difracción de rayos X (DRX). La ecuación de Scherrer fue aplicada para calcular el tamaño de cristal de los polvos calcinados. En todos los casos se observó que posterior al tratamiento de calcinación, las muestras se encuentran cristalizadas exhibiendo la estructura tetragonal. Respecto al tamaño cristalino, los resultados revelan que cuando la síntesis es realizada con bajos valores de h, el tamaño de cristal en los polvos a 500°C es menor que los correspondientes a polvos preparados desde soluciones con valores de h más elevados. Por otro lado, también se observa que la influencia del parámetro h sobre el tamaño de cristal en las muestras, se manifiesta para valores de h mayores a 5.

Muestras masivas fueron obtenidas por compresión uniaxial de los polvos a 1200 MPa. Los compactos en verde fueron sinterizados mediante un tratamiento térmico a 1200°C durante dos horas. El grado de densificación alcanzado por las diferentes muestras fue determinado mediante el método de Arquímedes. Los resultados mostraron que los compactos preparados a partir de los distintos polvos presentan diferentes valores de porosidad luego del tratamiento térmico, observándose que al aumentar el valor del parámetro h, la porosidad de los compactos disminuye. Este efecto se produce sólo hasta que h alcanza un valor igual a 10.

Adicionalmente, por difracción de rayos X se determinó que los compactos densificados tienen estructura 100% tetragonal.

## Conclusiones

Los resultados indican que la relación de moles de agua respecto a moles de circonio (h) utilizada en la preparación de las soluciones, tiene influencia sobre las características de los polvos obtenidos. Se observó que los polvos obtenidos desde soluciones con valores de h más elevados poseen una mayor reactividad durante la sinterización y, consecuentemente, a partir de estos se obtienen compactos con menor porosidad.

## Referencias

1. Boch, P., Fauchais, P., Lombard, D., Rogeaux, B., and Vardelle, M.. (1984). Plasma-Sprayed Zirconia Coating. *Advances in Ceramics*, Vol. 12, edited by N. Claussen, M. Rühle, and H. Heuer, The American Ceramic Society, Westerville, 488.
2. Moulzolf, S., Lad, R., Blau, P.. (1999). Microstructural effects on the friction and wear of zirconia films in unlubricated sliding contact. *Thin Solid Films*, 347, 220-225
3. Suzuki, T., Zahir, M., Yamaguchi, T., Fujishiro, Y., Awano, M., Sammes, N., (2010). Fabrication of micro-tubular solid oxide fuel cells with a single-grain-thick yttria stabilized zirconia electrolyte. *Journal of Power Sources*, 195, 7825-7828.
4. Miura, N., Mitsunobu, N., Zhuiykov, S., (2003). Impedancemetric gas sensor based on zirconia solid electrolyte and oxide sensing electrode for detecting total NO<sub>x</sub> at high temperature. *Sensors and Actuators B Chemical*, 93, 221-228.

5. Rühle, M., Claussen, N., and Heuer, A., H., (1984). Microstructural Studies of  $Y_2O_3$  –Containing Tetragonal  $ZrO_2$  Polycrystals (Y-TZP). Advances in Ceramics ,Vol. 12, edited by N. Claussen, M. Rühle, and H. Heuer, The American Ceramic Society, Westerville, p. 352.

6. Tsukuma, K., Ueda, K., Matsushita, K., Shimada, M., (1985). High-Temperature Strength and Fracture Toughness of  $Y_2O_3$ -Partially-Stabilized  $ZrO_2/Al_2O_3$  Composites. Journal of the American Ceramic Society, Volume 68, 2, C-56-C-58

7. Hu, L., Wang, C., (2010). Effect of sintering temperature on compressive strength of porous yttria-stabilized zirconia ceramics. Ceramics International, 36, 1697-1701.