



Síntesis hidrotérmal del sistema $\text{Hf}_{0.975}\text{Eu}_{0.025}\text{O}_{1.975}$

E. Navarro Cerón¹, G. Rodríguez Gattorno¹, J. Guzmán Mendoza¹

¹Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada, Unidad Legaria, del Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

Resumen

En el presente trabajo se aborda el estudio de la síntesis de HfO_2 dopado con Eu, mediante el método de hidrólisis básica asistida de tratamiento hidrotérmal. Variando el tiempo de tratamiento y pH de la solución es posible obtener la fase cristalina monoclinica del HfO_2 .

Introducción

Tratamiento hidrotérmal es uno de los métodos relativamente más eficientes en la síntesis de materiales de óxidos nanocristalinos [1]. Su uso se hace necesario en la preparación en solución para aquellos óxidos con altos valores de supersaturación que precipitan amorfos. La metodología hidrotérmal permite controlar la composición de la fase, la morfología de los productos de la reacción, variando algunos parámetros como la temperatura, presión, duración del proceso, concentración y acides (pH) [2-4]. El control de tamaño es posible como resultado de los procesos de coarsening y redisolución-recristalización que tienen lugar en condiciones de alta presión y temperatura.

Procedimiento experimental

La síntesis de HfO_2 dopado con Eu se realizó a partir de la hidrólisis de las mezclas de $\text{HfOCl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en un medio de (pH=13 y 11) bajo agitación magnética constante. Posteriormente se colocó cierta cantidad de esta suspensión en una autoclave, el resto de la suspensión fue lavada y centrifugada, finalmente puesta a secar a 80 °C.

La suspensión dentro de la autoclave se sometió a tratamiento hidrotérmal a una temperatura de 120 °C, durante 24 y 90 horas. Posteriormente la muestra fue centrifugada, lavada y puesta a secar a 80 °C.

Los productos fueron caracterizados por las técnicas de difracción de rayos-X, microscopía electrónica de transmisión (TEM), microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopia por dispersión de energía (EDS).

Resultados y discusión

De los patrones de difracción de rayos-X se observa que la muestra que no fue sometida a tratamiento hidrotérmal es amorfa, después de darle tratamiento hidrotérmal esta cristaliza a HfO_2 en la fase monoclinica. Figura 1.

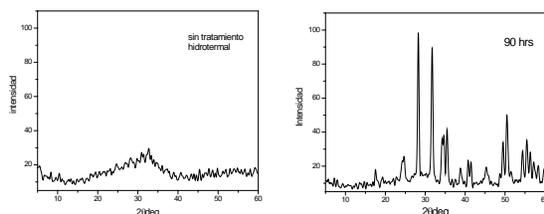


Figura 1. Patrones de difracción de rayos-X de las muestras, a) sin tratamiento hidrotérmal, b) con tratamiento hidrotérmal a 120 C y 90 hrs.

De acuerdo a la caracterización por SEM (figura 2) podemos observar que se obtuvieron partículas esféricas y homogéneas con tamaños aparentes relativamente pequeños alrededor de 50 a 60 nm.

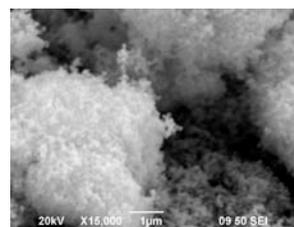


Figura 2. Micrografía de SEM de la muestra preparada con tratamiento hidrotérmal a 120 C y 90 hrs.

Conclusiones

Los resultados parciales obtenidos hasta el momento nos permiten concluir que la hidrólisis de las sales precursoras dan como productos sistemas amorfos que al ser sometidos a tratamiento hidrotérmal se forman estructuras cristalinas en la fase monoclinica de $\text{HfO}_2:\text{Eu}$.

Agradecimientos

Agradecemos al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y a la Secretaria de Investigación y Posgrado (SIP) del Instituto Politécnico Nacional (IPN) por su apoyo a este trabajo.

Referencias

- [1] K. Byrappa, M. Yoshimura, Handbook of Hydrothermal Technology. A Technology for Crystal Growth and Materials Processing, William Andrew Publishing, New York, 2000.
- [2] L. Xiang, Y.P. Yin, Y. Jin, J. Mater. Sci. 37 (2002) 349.
- [3] H. Yin, Y. Wada, T. Kitamura, S. Kambe, S. Murasawa, H. Mori, T. Sakata, S. Yanagida, J. Mater. Chem. 11 (2001) 1694.
- [4] Z. Yanqing, S. Erwei, C. Zhizhan, L. Wenjun, H. Xingfang, J. Mater. Chem. 11 (2001) 1547.