

Estudo da cristalização de ZrO_2 no material carbono cerâmico $SiO_2/ZrO_2/C$ -grafite preparado pelo método sol-gel

Eduardo Marafon (PG)* e Yoshitaka Gushikem (PQ)

E-mail: marafon@iqm.unicamp.br

Laboratório de Química de Superfície, Instituto de Química, Unicamp, C. P. 6154, 13084–971, Campinas, SP - Brasil

Palavras Chave: sílica-zircônia-grafite, método sol-gel, cristalização de ZrO_2

Introdução

O método sol-gel é um importante método de síntese de materiais cerâmicos, uma vez que permite obter materiais com elevado grau de pureza e homogeneidade¹. O óxido de zircônio apresenta propriedades cerâmicas tal como resistência química, estabilidade térmica e mecânica e alta condutividade iônica a altas temperaturas². Dependendo dos fatores como método de preparação, pH e temperatura, a zircônia apresenta três fases cristalinas: monoclinica, tetragonal e cúbica³. Quando zircônia é preparado pelo método sol-gel, a fase tetragonal pode ser estabilizada a baixas temperaturas dependendo do pH e catalisador da hidrólise utilizado na síntese⁴. O objetivo deste trabalho foi estudar a cristalização de ZrO_2 no material carbono cerâmico $SiO_2/ZrO_2/C$ -grafite aquecido em diferentes temperaturas.

Resultados e Discussão

O processo de cristalização de ZrO_2 foi analisado utilizando difratometria de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM).

A Figura 1 mostra o difratograma de raios-X para a amostra contendo 50 % SiO_2 , 20 % ZrO_2 e 30 % C-grafite, onde % estão em m/m.

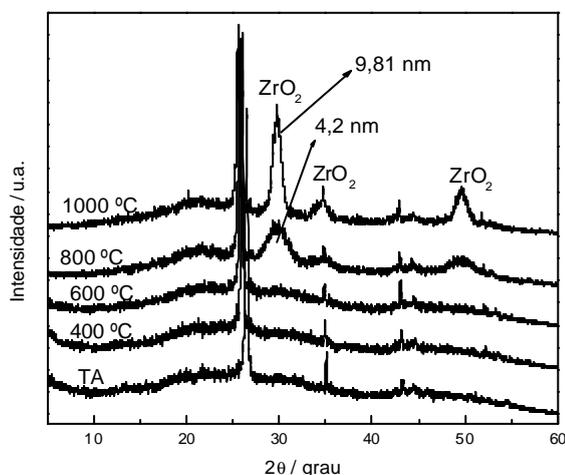


Figura 1. Difratograma de raios-X para $SiO_2/ZrO_2/C$ -grafite aquecido a diferentes temperaturas.

O tamanho das partículas de ZrO_2 cristalinas, fase tetragonal, mostrado na figura 1, foi calculado através da equação de Scherrer.

A Figura 2 mostra a imagem obtida por contraste de massa através de HRTEM para o material aquecido à 1000 °C em atmosfera de N_2 . Como podemos observar na Figura 2(A), o material apresenta partículas de ZrO_2 cristalinas (partículas escuras) que foram formadas durante o processo de aquecimento do material, e também partículas de C-grafite (partículas claras) dispersas no interior do material, que foram inseridas durante a síntese. Na imagem de alta resolução (Figura 2(B)) podemos observar a diferença na distância interplanar entre a partícula de ZrO_2 e partícula de C-grafite.

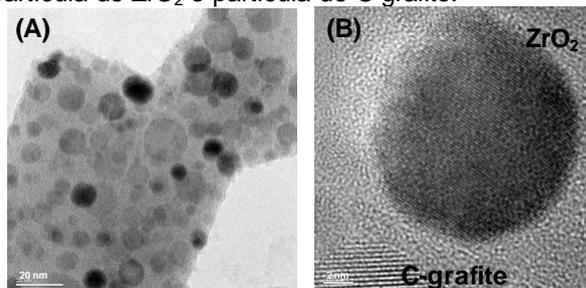


Figura 2. Imagens de HRTEM (A) obtida por contraste de massa, e (B) alta resolução, do material carbono cerâmico $SiO_2/ZrO_2/C$ -grafite aquecido a 1000 °C.

Conclusões

Foi possível observar o início do processo de cristalização de ZrO_2 (fase tetragonal) no material em 800 °C, sendo que em 1000 °C essas partículas atingem um grau maior de cristalinidade. Através das imagens de HRTEM, foi possível observar que foram formadas partículas esféricas de ZrO_2 no interior do material com diâmetro médio de aproximadamente 10 nm.

Agradecimentos

LNLS e FAPESP (Processo 04/00919-5)

¹ Marafon, E.; Lucho, A.M.S.; Francisco, M.S.P.; Landers, R.; e Gushikem, Y. *J. Braz. Chem. Soc.* **2006**, 17, 1605.

² Aguilar, D.H.; Torres-Gonzalez, L.C. e Torres-Martinez, L.M. *J. Solid State Chem.* **2000**, 158, 349.

³ Lopez, T.; Navarrete, J.; Gómez, R.; Novaro, O.; Figueras, F. e Armendaris, H. *Appl. Catal. A* **1995**, 125, 217.

⁴ Gomez, R.; Lopez, T.; Bokhimi, X.; Muñoz, E.; Boldu, J.L. e Novaro, O. *J. Sol-Gel Sci. Tech.* **1998**, 11, 309.