

DETERMINACIÓN DE LA MORFOLOGÍA Y EL TAMAÑO DE POLVOS CERÁMICOS DE OXIDO DE ZINC

J. León-Téllez^a, J. E. Rodríguez^a, C. Moure^b y J.F. Fernandez^b

^aDepartamento de Física, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia

^bInstituto de Cerámica y Vidrio-CSIC, Arganda del Rey, Madrid, España

Resumen

Dada la importancia actual en la obtención de polvos cerámicos con características predeterminadas, aparece el interés científico e industrial de determinar de manera confiable tamaño, distribución y morfología de las partículas. Los métodos ópticos son un importante medio para obtener dicha información. Para resaltar su potencialidad se han aplicado al estudio de polvos cerámicos de óxido de zinc (ZnO). En este trabajo se presenta un análisis cuyo sistema de medida se basa en la difracción que experimenta el haz láser al interaccionar con las partículas sólidas. Igualmente se presentan resultados de espectroscopía FT-IR que dan información sobre el estado de agregación de las partículas y su morfología.

Abstract

In this work an alternative procedure to determinate the size distribution and morphology of ceramic dust of ZnO is shown. The technique is based in diffraction analysis, performed in the Láser Goulter LS 130 and Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy.

INTRODUCCIÓN

Los polvos cerámicos han sido utilizados ampliamente durante las diferentes etapas de la humanidad, para fabricar objetos que han permitido mejorar su condición de vida. La materia prima natural posee una gran cantidad de impurezas que han dificultado el uso de minerales naturales en la producción de materiales cerámicos con propiedades específicas. Sin embargo, si bien se han logrado avances en las técnicas de molienda, los polvos obtenidos presentan pocas expectativas con relación al tamaño y forma de la partícula. Por otra parte los polvos

cerámicos obtenidos mediante el uso de métodos químicos se utilizan en la fabricación de materiales cerámicos avanzados de propiedades especiales y específicas debido a sus características especiales de morfología, tamaño, uniformidad química y pureza. Dos de las áreas principales de uno de esos polvos son: (1) Los materiales electro-cerámicos, que incluyen substratos, condensadores multicapas, aisladores, piezas eléctricas, ferritas, varistores y superconductores. (2) Los materiales cerámicos estructurales, que incluyen piezas que sufren desgaste (sello mecánico, válvulas, etc.), herramientas de corte, aplicaciones energéticas (intercambios de calor, etc.) y bio-cerámicas.

Concretamente el óxido de zinc, ZnO, sobre el que se concentra este trabajo, tiene una gran cantidad de aplicaciones tecnológicas: En el campo de la cerámica tradicional, en las industrias del caucho y adhesivos, en la de recubrimiento y pintura; dada sus propiedades semiconductoras, fotoconductoras y piezas eléctricas se usa como transductores, sensores, material transparente para electrodos. Empleado como elemento principal en la fabricación de ferritas y varistores. La obtención de polvos cerámicos de ZnO se da mediante el proceso denominado Método de precipitación controlada^[1] a través del cual se obtienen partículas de ZnO con morfología y tamaño determinado. La caracterización de estos polvos cerámicos se realiza bajo técnicas experimentales (ópticas y no ópticas), desde la disolución hasta la fase sólida. Es nuestro interés presentar las características de las partículas obtenidas, mediante la Espectroscopia Infrarroja con FT-I.R y mediante un sistema analizador de partículas en la fase sólida.

METODOS DE CARACTERIZACION

1. **Espectroscopía Infrarroja:** Aplicando espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) al estudio de moléculas adsorbidas sobre la superficie de las películas se puede obtener información básica sobre: (1) la estructura geométrica de las especies adsorbidas y (2) la constante de fuerza de los enlaces entre especies adsorbidas y átomos de la superficie y de los enlaces entre las especies adsorbidas. La técnica que se utiliza mas frecuentemente para examinar los polvos cerámicos es la espectroscopia de transmisión. Hablando estrictamente esta espectroscopia no es un método de análisis superficial ya que en ella no

se puede realizar una selectividad superficial. Sin embargo, si los polvos cerámicos presentan una superficie específica^[2] elevada, la concentración relativa de las especies superficiales es lo suficientemente alta como para producir un espectro en el cual estas especies pueden ser identificadas. Por otro lado, una monocapa de especie absorbida no tiene un espesor adecuado para producir un espectro IR, si la partícula que absorbe es transparente al infrarrojo y su tamaño es pequeño comparado con la longitud de onda de la radiación infrarroja, el haz debe atravesar muchas monocapas absorbidas permitiendo la obtención del espectro de la especie.

Los discos que se utilizan en espectroscopia de Infrarrojo se obtuvieron por la técnica de prensado. Se mezclaron 0.5 de 1 mg de polvo con aproximadamente 100 mg de KBr. El mezclado se realizó mediante una suave molienda en un mortero de ágata. La mezcla fue posteriormente prensada utilizando un troquel especial bajo una presión de 10 000 a 15 000 Psi. Los espectros de FT-IR fueron registrados utilizando un equipo Perkin Elmer FT-IR Spectrometer 1760x en un rango de radiación infrarroja entre 400 y 4000 cm^{-1} .

2. El tamaño de la partícula: Es una de las características mas importantes de un polvo cerámico. La influencia de la interacción entre las partículas llega a ser importante cuando se reduce el tamaño de la partícula, de tal manera, que las partículas mantienen una configuración estable generando una estructura porosa . El tamaño medio y la distribución de tamaño de partícula se han determinado utilizando un analizador de partículas Láser Goulter LS 130 cuyo sistema de medida se basa en la difracción que experimenta un haz láser al interaccionar con las partículas de sólido. Este método permite determinar tamaño de partículas entre 0.5 y 800 μm .

RESULTADOS EXPERIMENTALES

Morfología de las partículas: La forma de las partículas dependen del efecto de la concentración, del efecto de la temperatura y de la velocidad de agitación. Es así que se obtienen formas cuasiesféricas tipo “donuts”, pseudo-plaquetas y con forma de aguja. Las partículas se observaron mediante microscopía electrónica de transmisión. La Figura 1a,1b y 1c muestran las diferentes micrografías.

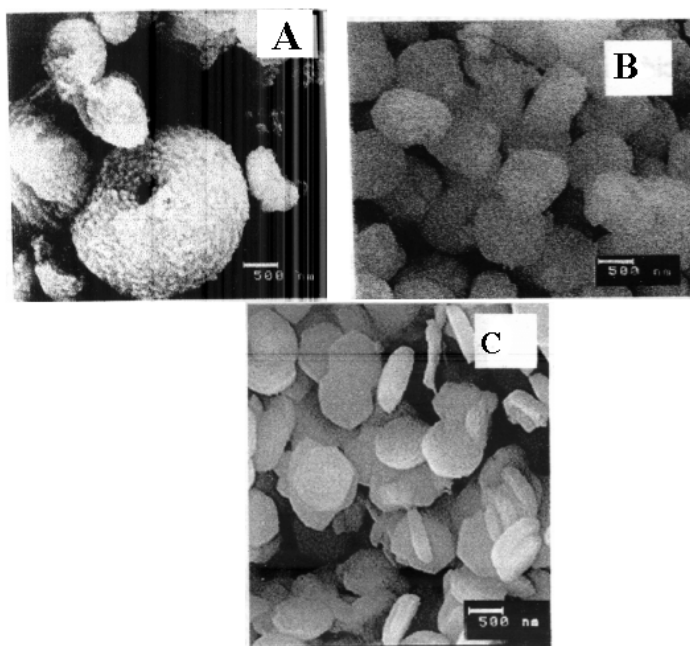


Fig 1. Micrografías de la partículas de ZnO que muestran el efecto de la a) concentración 0.1 mol, b) temperatura 25°C c) velocidad de agitación 100 r.p.m.

Los espectros infrarrojos, correspondientes a los polvos de ZnO obtenidos por el método de precipitación controlada y que se han utilizado para determinar la forma de las partículas se presentan en la figura 2a, 2b y 2c.

Por otra parte, el uso de la difracción láser para determinar el tamaño de la partícula no permite distinguir entre aglomerados y partículas primarias y/o determinar el número de partículas que conforman el aglomerado^[3]. La estructura de los aglomerados (partículas secundarias). Con base en los resultados previos de microscopía, el valor medio de tamaño de partícula obtenido a través de esta técnica da idea del tamaño de los aglomerados más que de las partículas primarias. En la Figura 3 se muestran las distribuciones de tamaño de partículas correspondientes a las diferentes morfología de las partículas de ZnO obtenidas. (Eje x: longitud de onda 300 a 900 nm, eje y: Absorción)

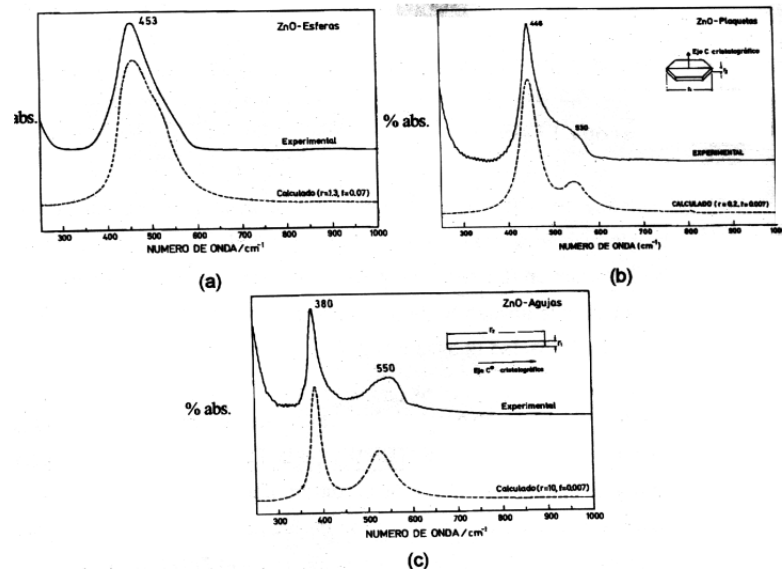


Fig. 2. Espectros de FT-IR de polvos de Zinc con diferentes morfologías longitud de onda V.S. absorción para: a) aglomerados esféricos, b) plaquetas y c) agujas.

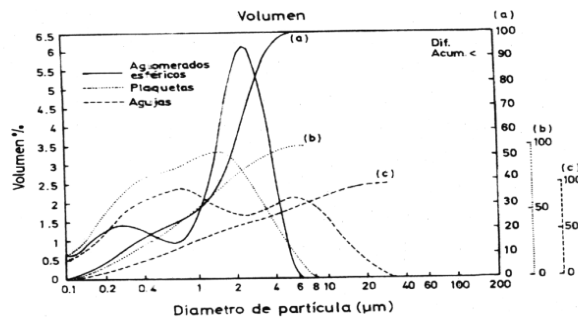


Fig. 3 Distribuciones de tamaño de partícula correspondientes a polvos de ZnO con diferente morfología (aglomerados, plaquetas y agujas)

- En la distribución correspondiente a las partículas morfológicas esféricas se observan dos máximos, uno a $0.3 \mu\text{m}$ y otro a $2 \mu\text{m}$, indicando una naturaleza bimodal del tamaño de aglomerado. El

diámetro de aglomerado para el 50% del volumen de la muestra está dado por debajo del 1.8 μm y para el 10% por debajo de $\sim 3.5 \mu\text{m}$.

- La distribución correspondiente a los polvos que contienen de ZnO con forma de aguja también presenta una naturaleza bimodal. En este caso los máximos están centrados en $\sim 0.7 \mu\text{m}$ y $\sim 6 \mu\text{m}$, el 50% de la muestra tiene un diámetro menor de $\sim 1.4 \mu\text{m}$ y el 90% por debajo de $9 \mu\text{m}$, para esta última morfología donde la razón de aspecto es grande se observa como los máximos coinciden bastante bien con las dimensiones promedio, diámetro y largo de las agujas.
- Las aglomeraciones de ZnO son morfología tipo plaqueta presentan una distribución de tamaños en la que aparentemente se solapan dos máximos muy próximos entre si. El 50% de la muestra tiene un diámetro menor de $\sim 0.88 \mu\text{m}$ y el 90%, menor de $\sim 2.98 \mu\text{m}$. De acuerdo con estos resultados, las plaquetas son las que presentan un tamaño promedio menor y las agujas el mayor.

OBSERVACIONES GENERALES

Con base en lo anteriormente expresado, en el seno de las disoluciones y en el análisis de la microestructura de los polvos cerámicos existen dos aspectos importantes que requieren de un estudio muy cuidadoso:

- El primero es tecnológico y se relaciona con el interés industrial de las partículas con tamaño, distribución de tamaño y morfología determinadas.
- El segundo aspecto es un tema de ciencia básica y este relacionado con los mecanismos que actúan durante la formación de las partículas.

Agradecimientos a la Vicerectoría de Investigaciones de la Universidad del Cauca por el apoyo para la presentación de este proyecto

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] J. Rodríguez, Monografía Tesis doctoral, 1999

- [2] S. Brunauer, P.H. Emmet y E. Teller, " Absorption of gases in multi-molecular layers" J. Am. Chem, Soc., 60, 309-314. (1938)
- [3] O. Sohnel, "some factors influencing the rate of heterogeneous nucleation of strontium sulphate", crystal Res. & Technol., 16(6), 651-654, (1981).