

SINTEZA HIDROTERMALA ȘI STUDIUL SISTEMULUI DE NANOPARTICULE $x\text{Cr}_2\text{O}_3-(1-x)\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$



L. Diamandescu, D. Tarabasanu-Mihaila, F. Vasiliu, M. Feder, I. Mercioniu, T. Popescu

Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Fizica Materialelor – INCFDM, Str. Atomistilor nr. 105 bis, MG-7, București - Magurele, Romania

INTRODUCERE

Sistemul binar $x\text{Cr}_2\text{O}_3-(1-x)\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$

*Aplicatii: filme pasive, catalizatori, materiale pentru inregistrare magnetica, materiale refractare si abrazive.

Rezultatele neconcordante in literatura [1, 2] se refera la:

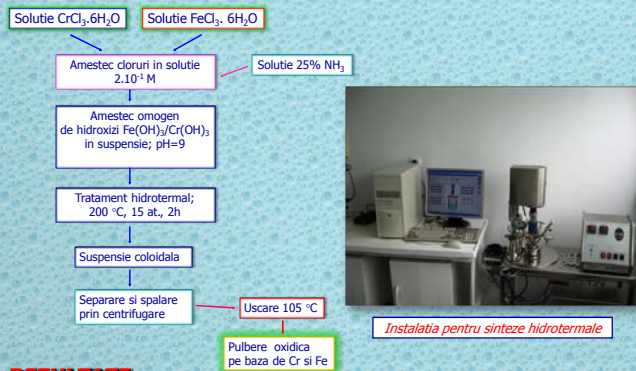
- * Limitele de solubilitate si aparenta nemiscibilitate
- * Condițiile de formare a solutiilor solide monofazice
- * Domeniile de concentratie in care are loc separarea de faze
- * Parametrii de retea
- * Rolul determinant al conditiilor de sinteza
- * Comportarea la cristalizare a solutiilor solide amorse

Lucrarea prezenta:

- * S-a abordat in premiera sinteza hidrotermala a sistemului $x\text{Cr}_2\text{O}_3-(1-x)\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, *pe tot domeniul de concentratii $0 \leq x \leq 1$* ;
- * Produsul obtinut au fost caracterizati prin difractie de raze X, Spectroscopie Mössbauer și microscopie electronica de transmisie (TEM), cu evidentiarea limitelor de solubilitate.

EXPERIMENTAL

Sinteza hidrotermala



REZULTATE

- * Identificarea fazelor cristaline in produsii sintetizati, determinarea parametrilor de retea, a dimensiunilor de particula si a limitelor de solubilitate s-au realizat prin rafinarea Rietveld a difractogramelor de raze X (XRD), analiza spectrelor Mössbauer si a imaginilor TEM.

Imagini TEM

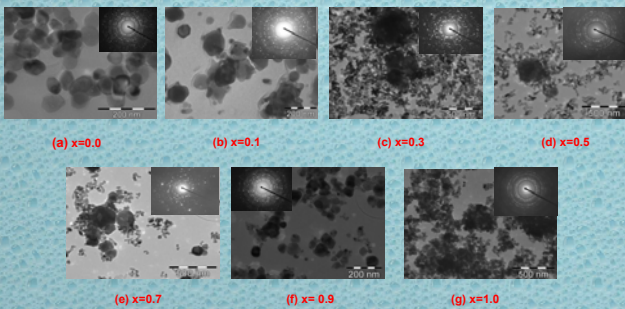


Fig. 1. Imagini TEM reprezentative pentru probe hidrotermale dupa tratament termic la 600 °C, 2h.

DIFRACTIE DE RAZE X si SPECTROMETRIE MOSSBAUER

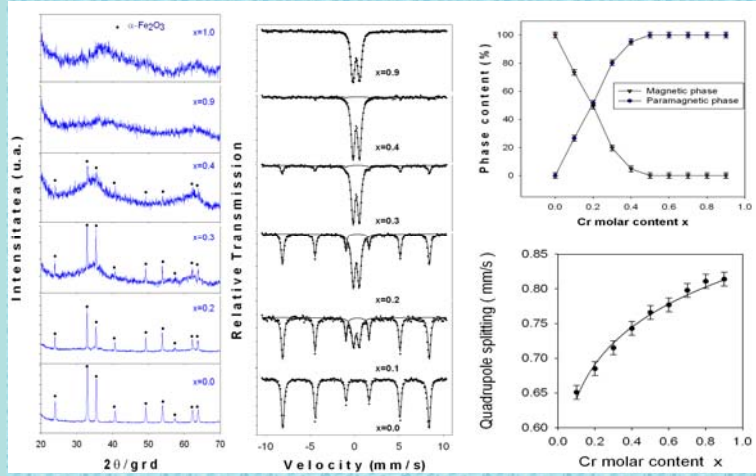


Fig. 2. Difractograme de raze X ale probelor hidrotermale (stanga) și spectrele Mössbauer (dreapta), la diferite concentratii molare x.

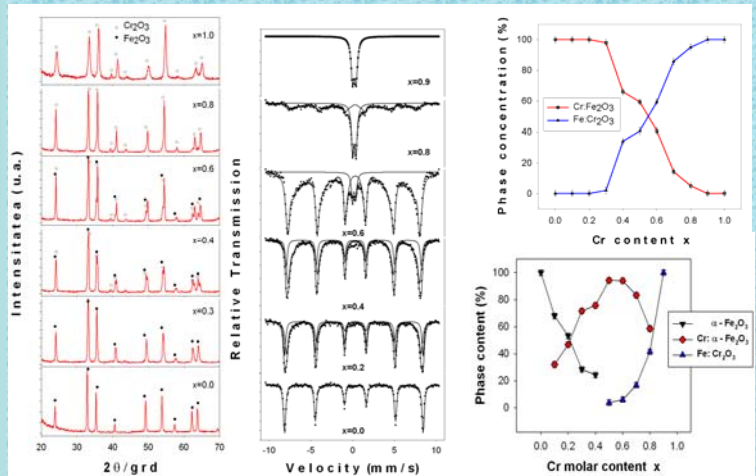


Fig. 4. Difractograme de raze X și spectre Mössbauer reprezentative ale probelor hidrotermale tratate termic la 600 °C, 2 ore, la diferite concentratii molare x.

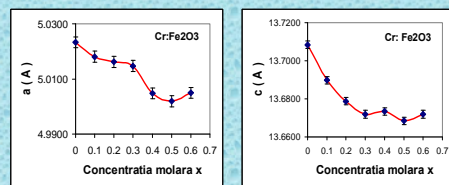


Fig. 6. Parametrii de retea a și c în sistemul hidrotermal $x\text{Cr}_2\text{O}_3-(1-x)\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, după tratamentul termic la 600 °C.

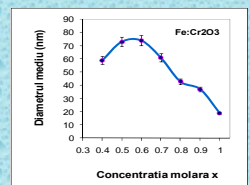


Fig. 7. Dimensiunea medie de particula a fazei Fe:Cr₂O₃ după tratament termic la 600 °C, 2 ore.

CONCLUZII

Sinteza hidrotermala la temperatura moderata (~200 °C), a sistemului de oxizi $x\text{Cr}_2\text{O}_3-(1-x)\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, a fost investigata in premiera pe tot domeniul de concentratii molare x. Analizele XRD, TEM și prin spectroscopie Mössbauer releva:

- ✓ Pentru probele hidrotermale la concentratie mica de crom ($x < 0,3$) datele XRD indica prezenta unei faze cristaline izostructurale cu $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Spectrele Mössbauer releva și aparitia unei faze amorse inca de la $x=0,1$, indicand prezenta complexilor hidratati de fier și crom; gradul de amortizare creste cu marea continutului de crom în sistemul hidrotermal;
- ✓ In probele tratate termic la 600 °C, 2 ore, in domeniul de concentratii molare x cuprins între 0 - 0,3, cristalizeaza solutii solide izostructurale cu $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ în care ionii Cr^{3+} substituie izomorf o parte din ionii Fe^{3+} ; $x=0,3$ este limita de formare a solutiilor solide izomorfe cu $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$;
- ✓ In domeniul de concentratii $0,3 < x < 0,7$ cristalizarea este insotita de o separare de faze, Cr_2O_3 dopat cu Fe^{3+} și $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dopat cu Cr^{3+} ;
- ✓ La concentratii mari de crom, $0,8 \leq x \leq 1,0$, prin tratament termic la 600 °C, 2 ore, cristalizeaza solutii solide izostructurale cu Cr_2O_3 în care ionii Fe^{3+} substituie izomorf o parte din ionii Cr^{3+} ;
- ✓ Parametrii de retea (a și c) scad cu cresterea continutului de crom ca urmare a razei ionice mai mici a ionilor Cr^{3+} în comparatie cu raza ionica a ionilor de Fe^{3+} ; particulele sunt nanometrice și dimensiunea medie scade cu cresterea concentratiei de crom pana la ~ 19 nm.
- ✓ Pentru viitoarele aplicatii, sunt în curs de desfasurare teste de senzori de gaze toxice și de cataliza pentru oxidarea propanului.

Bibliografie

1. T. Grygar, P. Bezdică, J. Dedecek, E. Petrovsky, O. Schneeweiss, Ceramics-Silikaty, 47(1) (2003) 32-39.
2. Y. Murakami, A. Sawata, Y. Tsuru, K. Akiyama, J. Mater. Sci., 38 (2003) 2723-2725.

Multumiri

Cercetarile au fost realizate cu suportul financiar al Ministerului Educatiei Cercetarii și Tineretului, în cadrul Programului Nucleu PN09-450102/2009.

Autor pentru corespondenta :
CS J. Dr. Lucian Diamandescu
e-mail: diamand@infim.ro