

APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA EN LA CARACTERIZACIÓN DE CARBUROS DE VANADIO. Yraida Diaz¹, Mayra Cabezas², Freddy Arenas², Alberto Albornoz¹, Joaquín L. Brito^{*1}. (1) Centro de Química. Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas. Apartado 21.827, Caracas 1020-A, Venezuela. (2) Departamento de Tecnología de Materiales, Instituto Universitario de Tecnología “Dr. Federico Rivero Palacio”. Apartado 40347, Caracas 1040-A, Venezuela. E-mail: joabrito@ivic.ve, aalbornoz@ivic.ve

Grandes progresos se han alcanzado en las últimas décadas en la preparación de carburos de metales de transición con un elevado grado de pureza. Todo este interés es motivado a los cambios que sufren las propiedades fisicoquímicas de estos materiales con relación a la de sus parientes metálicos debido a la incorporación del carbón en su estructura⁽¹⁻³⁾. En este sentido, estudios realizados⁽⁴⁻⁵⁾ en el área de la catálisis muestran al VC como uno de los potenciales sustitutos de los metales nobles del grupo VIII en los catalizadores usados industrialmente. Adicionalmente, la aplicabilidad de estos sólidos no se limita a la catálisis ya que también han mostrado comportarse como materiales superduros, refractarios y resistentes a la corrosión⁽⁶⁾, confiriéndole una potencial aplicación en otras áreas como la metalúrgica y la electrónica. Este trabajo se presenta como un aporte en la caracterización de la morfología de los carburos de vanadio empleando técnicas de microscopia electrónica para contribuir a dilucidar las características estructurales de estos materiales. Una serie de catalizadores máxicos de carburo de vanadio han sido sintetizados a partir de la sal monovanadato de amonio (NH_4VO_3) empleando el método de reducción a temperatura programada, bajo una mezcla 20% CH_4 /80% H_2 , velocidades de calentamiento de 5°C/min hasta 980°C y tiempos de permanencia 60 minutos. La pureza de sus fases, composición y morfología han sido establecidas por difracción de rayos-X (DRX), espectroscopia fotoelectrónica de rayos-X (XPS), microscopia electrónica de barrido (MEB), microscopia electrónica de transmisión (MET) y difracción de electrones, mientras que sus propiedades superficiales se determinaron mediante el método de B.E.T. por adsorción de N_2 . Los difractogramas de los polvos se obtuvieron en un difractómetro Siemens D-5005 y los análisis de XPS se realizaron en un espectroscopio Escalab 220i-XL, su área superficial específica se determinó en un Micromeritics ASAP 2010. Para los análisis de MEB los sólidos fueron sometidos a un recubrimiento con oro en un cobertor iónico Baltec SCD-050 y analizados en un microscopio electrónico de barrido Phillips XL-30, para los estudios por MET las muestras fueron embebidas en una resina epoxi, cortadas en un ultramicrotomo y analizadas en un microscopio HITACHI H-600. Los difractogramas de DRX realizados confirman la formación del carburo de vanadio en fase pura, identificada con el número de tarjeta PDF 35-0786 (V_8C_7), en las muestras sintetizadas a mayores velocidades espaciales (4.8 y 2.6 h^{-1}). Los espectros obtenidos de la superficie de los carburos por XPS en la región del V2p y mostrados en la Figura N°1 (a) y (b) están referidos a la señal del C1s a 284.6 eV; en los mismos se puede apreciar la señal del V2p_{5/2} alrededor de 512.6 eV atribuible a VC⁽⁷⁾ y otra más pequeña que se encuentra relacionada con el satélite de la señal del O1s. Las medidas de área superficial específica para estos sólidos se encuentran en el rango de 19 a 25 m^2/g . Las microfotografías obtenidas por MEB muestran que estos catalizadores presentan un tamaño de partícula de orden micrométrico, con cristalitas cúbicas distintivas de los carburos de vanadio, las cuales se ven más definidas en el catalizador sintetizado a mayor velocidad espacial como puede observarse en la figura N°2. Características que les confieren una potencial aplicación como materia prima en las áreas catalítica y metalmeccánica. De los análisis realizados por MET y ED se desprende que la estructura cúbica de estos carburos permite la conformación en láminas visualizadas en las figuras N° 3 (a) y (b), adicionalmente por la indexación de los planos en las ED mostradas en las mismas figuras se confirma la presencia de una estructura cúbica simple y por ende la pureza de las fases de los carburos de vanadio obtenidos bajo las condiciones experimentales moderadas propuestas en el presente trabajo. De los resultados obtenidos se puede desprender que a mayores velocidades espaciales es posible obtener sólidos de una elevada pureza y con tamaños de partículas micrométricos, características que le confieren un gran potencial para que sea considerado su uso en otras áreas además de en catálisis. Los análisis de MEB muestran que estos sólidos presentan morfologías características de VC. Las microfotografías de MET muestran la conformación en láminas de los VC.

Agradecimientos

Los autores desean expresar su agradecimiento al Ministerio de Ciencia y Tecnología por el apoyo dado mediante el Proyecto FONACIT N°G-2000001537 y el apoyo técnico de José Cáceres (DRX) -a través del Laboratorio Nacional de Análisis Químico (Lab-1998003690)-, Domingo Da Silva (MEB) y a la IIBCA ubicado en la UDO-Cumaná (MET).

Referencias

1. Chol, L.G. y col., J. Catal., 146 (1994) 218.
2. Meunier, F. Y col., J. Catal., 169 (1997) 33.
3. Nersisyan, H. H. y col., J. Mater. Res., 17 (2002) 2859.
4. Oyama, S.T., Catal. Today 15: 179 (1992).
5. Levy y col., Science, 181: 547 (1973).
6. Cotton y col., Inorg. Chem., 15 (1976) 237.
7. Franzen y col., J. Solid St. Chem., 18: 363 (1976).

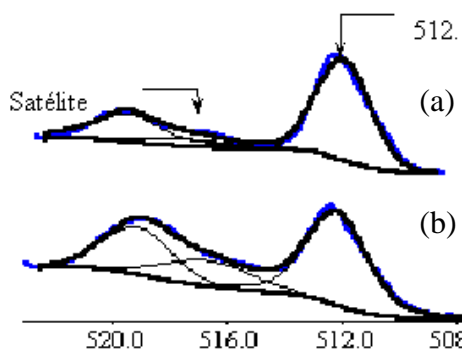


Figura 1. XPS en la región V 2p
(a) 4.8 h⁻¹, (b) 2.6 h⁻¹

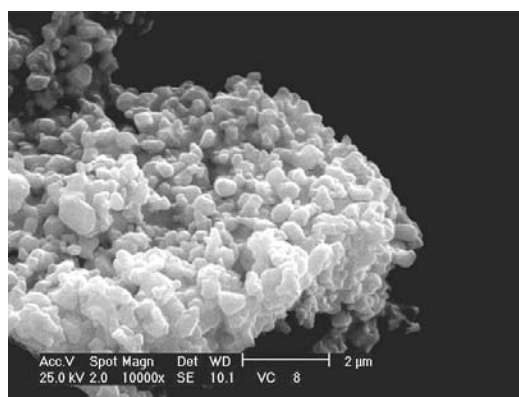


Figura 2. Microfotografía de MEB del VC sintetizado a 2.6 h⁻¹

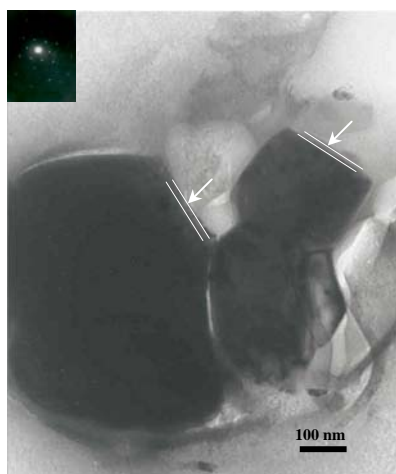


Figura 3 (a). Microfotografía de MET del VC

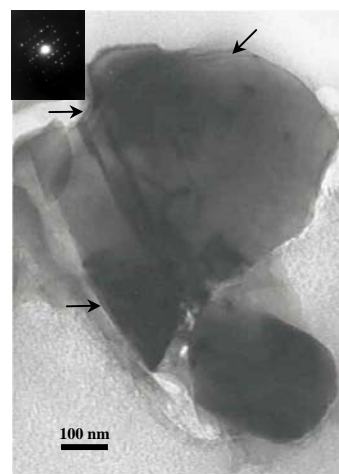


Figura 3 (b). Microfotografía de MET del VC