

# EFFECTO DEL pH, LA RELACIÓN ÁCIDO CÍTRICO-METAL Y LA TEMPERATURA DE CALCINACIÓN SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS DE NANOALEACIONES Cu-Ni, PREPARADAS POR EL MÉTODO DEL CITRATO-GEL

María de los A. Cangiano, Manuel W. Ojeda y María del C. Ruiz

Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia -Universidad Nacional de San Luis  
Instituto de Investigaciones en Tecnología Química (INTEQUI)-CONICET  
Chacabuco y Pedernera, 5700 San Luis, Argentina.  
e-mail: mcangiano@unsl.edu.ar

**Palabras Claves:** nanoaleaciones de Cu-Ni, pH, relación molar ácido cítrico-metal, temperatura de calcinación.

La obtención de la mezcla de óxidos metálicos por el método del citrato-gel requiere en una primera etapa de la formación de un precursor, seguida de una etapa de descomposición y finalmente de una de calcinación del mismo.

Los parámetros de síntesis de la nanoaleación que influyen significativamente sobre el tamaño de partícula, el área superficial, la estabilidad del gel y la temperatura de descomposición del precursor son el pH, la relación molar ácido cítrico-metal (C/Me) y la temperatura de calcinación [1-3].

En este trabajo se ha estudiado el efecto del pH, la relación molar C/Me y la temperatura de calcinación sobre las características de la nanoaleación Cu-Ni, obtenida a partir de un precursor preparado por el método del citrato-gel.

Tabla 1. Identificación de los precursores.

Precursor	Relación molar (C/Me)	pH
<b>B1</b>	0,73	≅ 1
<b>B2</b>	1	≅ 1
<b>B3</b>	1,5	≅ 1
<b>B4</b>	0,73	1,6
<b>B5</b>	0,73	3

Tabla 2. Identificación de las muestras obtenidas luego de la calcinación.

Muestra	Temperatura de calcinación (°C)	Muestra	Temperatura de calcinación (°C)
<b>B1-300</b>	300	<b>B2-500</b>	500
<b>B1-350</b>	350	<b>B3-500</b>	500
<b>B1-400</b>	400	<b>B4-500</b>	500
<b>B1-450</b>	450	<b>B5-500</b>	500
<b>B1-500</b>	500		

Los productos obtenidos en cada una de las condiciones de trabajo investigadas fueron caracterizados mediante termogravimetría (TG), espectroscopía infrarroja (IR), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM), microanálisis con sonda de electrones (EPMA) y

microscopía electrónica de transmisión (TEM). El tamaño de grano fue estimado usando la ecuación de Scherrer y mediante la técnica TEM.

Los difractogramas de los productos de la reducción de los sólidos presentados en la Tabla 2, muestran la presencia de tres picos, cada uno de ellos ubicado en una posición intermedia entre las correspondientes a los picos de cada metal puro. El corrimiento observado indica que, en estas condiciones de trabajo y para todos los casos investigados, se ha formado la solución sólida Cu-Ni.

La Tabla 3 contiene los valores del parámetro “a”, la composición (determinada haciendo uso de la ley de Vegard ) y el tamaño de grano de las aleaciones obtenidas. Los resultados obtenidos permiten establecer las conclusiones siguientes:

- Los experimentos realizados con precursores preparados con diferentes relaciones molares C/Me (B1-500, B2-500 y B3-500) mostraron que la composición de x, referida a Cu, varía entre 0,52 y 0,55, modificándose ligeramente la estequiometría de la solución sólida Cu-Ni formada, siendo la más próxima al 50% la obtenida a partir del precursor B1. El tamaño de grano es poco influenciado por el aumento de la relación molar C/Me.

- La variación del pH (muestras B1-500, B4-500 y B5-500) modifica levemente la composición de las aleaciones obtenidas y afecta notablemente el tamaño de grano y la distribución de tamaño del producto final.

- El aumento de temperatura en la etapa de calcinación modifica la composición de la aleación, observándose que a mayores temperaturas de calcinación la aleación se enriquece en Cu y que la formación de la solución sólida más próxima a la relación molar 1:1, se obtiene con la muestra B1-500. También se puede apreciar que el aumento de la temperatura en la etapa de calcinación aumenta levemente el tamaño de grano de la aleación.

Tabla 3. Parámetro “a”, composición y tamaño de grano de las aleaciones.

Muestra	a (Å)	Composición (Cu <sub>x</sub> Ni <sub>1-x</sub> )	Tamaño de grano (nm)
<b>B1-300</b>	3,562	Cu <sub>0,42</sub> Ni <sub>0,58</sub>	5-10
<b>B1-350</b>	3,564	Cu <sub>0,45</sub> Ni <sub>0,55</sub>	--
<b>B1-400</b>	3,564	Cu <sub>0,45</sub> Ni <sub>0,55</sub>	5-14
<b>B1-450</b>	3,565	Cu <sub>0,46</sub> Ni <sub>0,54</sub>	5-14
<b>B1-500</b>	3,570	Cu <sub>0,52</sub> Ni <sub>0,48</sub>	12-14
<b>B2-500</b>	3,571	Cu <sub>0,53</sub> Ni <sub>0,47</sub>	5-12
<b>B3-500</b>	3,573	Cu <sub>0,55</sub> Ni <sub>0,45</sub>	5-12
<b>B4-500</b>	3,561	Cu <sub>0,42</sub> Ni <sub>0,58</sub>	10-35
<b>B5-500</b>	3,563	Cu <sub>0,44</sub> Ni <sub>0,56</sub>	20-35

## Referencias

1. Suciú C., Hoffmann A.C., Vik A., Goga F., Effect of calcination conditions and precursor proportions on the properties of YSZ nanoparticles obtained by modified sol-gel route, *Chemical Engineering Journal*, 2008; 138:608–615.
2. Yue Z., Guo W., Zhou J., Gui Z. and Li L., Synthesis of nanocrystalline ferrites by sol-gel combustion process: the influence of pH value of solution, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2004; 270:216-223.
3. Li Y., Xue L., Fan L., Yan Y., The effect of citric acid to metal nitrates molar ratio on sol-gel combustion synthesis of nanocrystalline LaMnO<sub>3</sub> powders, *Journal of Alloys and Compounds*, 2009; 478:493-497