

05) Química Industrial, Química Tecnológica y Ciencia de los Materiales

## EFFECTO DE LA TEMPERATURA Y EL SOLVENTE EN LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE NÍQUEL

Marcela A. Bavio, Jesica E. Lafón, Gerardo G. Acosta, Teresita Kessler.  
Facultad de Ingeniería. CIFICEN. UNCPBA. CONICET.  
Avda. del Valle 5737 (7400) Olavarría, Buenos Aires. Argentina.  
[mbavio@fio.unicen.edu.ar](mailto:mbavio@fio.unicen.edu.ar)

### Introducción

Los materiales nanoestructurados han atraído el interés de varios campos de investigación aplicada debido a sus propiedades físicas y químicas únicas, y a la potencial aplicación en nanodispositivos [1].

Varios métodos se han desarrollado y utilizado para la síntesis de polvos de óxidos cristalinos de dimensiones nanométricas. Así, para la obtención de nanopartículas de óxidos metálicos, muchos investigadores han empleado diversas técnicas, tales como sol-gel, síntesis asistida por surfactante, descomposición térmica, solvólisis, electroquímica y síntesis mediada por una matriz polimérica [2-4]. El óxido de níquel (NiO) es un material semiconductor con posibles aplicaciones como sensores de glucosa, antioxidantes en sistemas biológicos y material de electrodo para supercapacitores [5-8].

En este trabajo, se describe la preparación y caracterización de nanopartículas de óxido de níquel a partir del método Sol-Gel, utilizando como reactivos acetato de níquel y ácido oxálico en dos solventes: etanol y etilenglicol. Se estudia la influencia de la variación del solvente y las temperaturas de calcinación sobre la morfología y el tamaño de las partículas. Los compuestos sintetizados fueron caracterizados por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

### Experimental

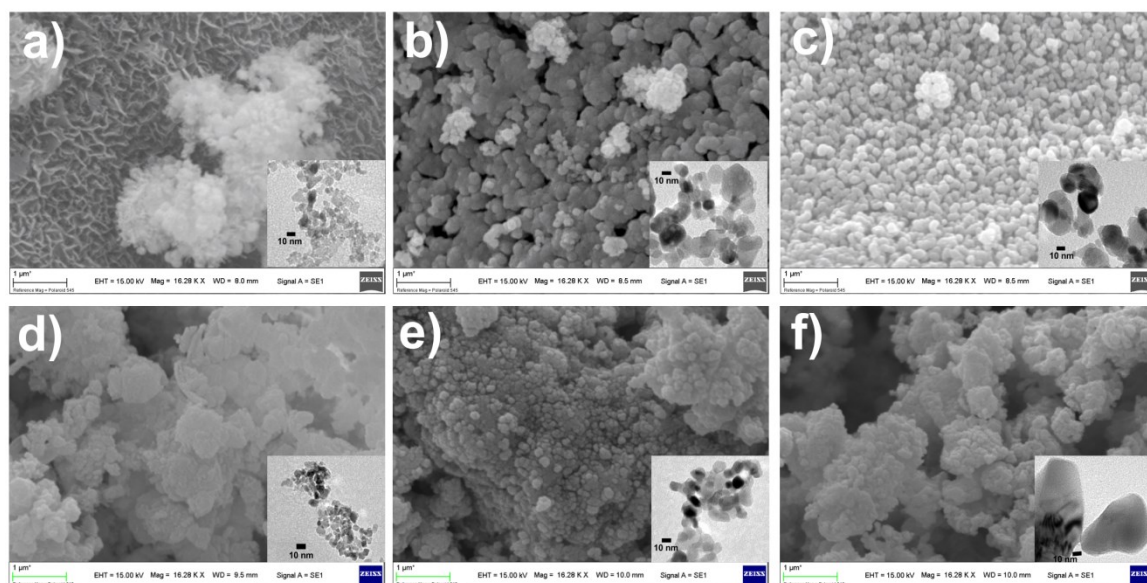
Se sintetizaron nanopartículas de NiO mediante el método Sol-Gel. Se disolvió acetato tetrahidratado de níquel  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en etanol o etilenglicol (2 % P/V) bajo constante agitación a 60°C durante 2 horas. Luego, se añadió lentamente una solución caliente de ácido oxálico (7% P/V en etanol o etilenglicol) a la solución anterior, obteniéndose un gel espeso de color verdoso. El producto obtenido fue posteriormente secado en una estufa a 110°C por 24 horas y, seguidamente calcinado en un horno por 2 horas. Se utilizaron tres temperaturas de calcinación diferentes: 300°C, 400°C y 500°C. Este proceso produjo un polvo negro que finalmente fue triturado en un mortero hasta obtener un fino polvo.

Los compuestos sintetizados fueron caracterizados por difracción de rayos X (DRX) con ánodo de cobre, microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

### Resultados y Discusión

En la Figura 1 se muestran las micrografías de las nanopartículas de óxidos de níquel sintetizadas. Cuando se utiliza etanol como solvente, la morfología cambia con el aumento de la temperatura, diferenciándose aglomerados de nanopartículas a bajas temperaturas y un agregado de nanopartículas de mayor uniformidad a altas

temperaturas. Cuando el solvente es etilenglicol, se encuentra en todos los casos un agregado de nanopartículas con una forma más aplanada, semejando hojuelas.

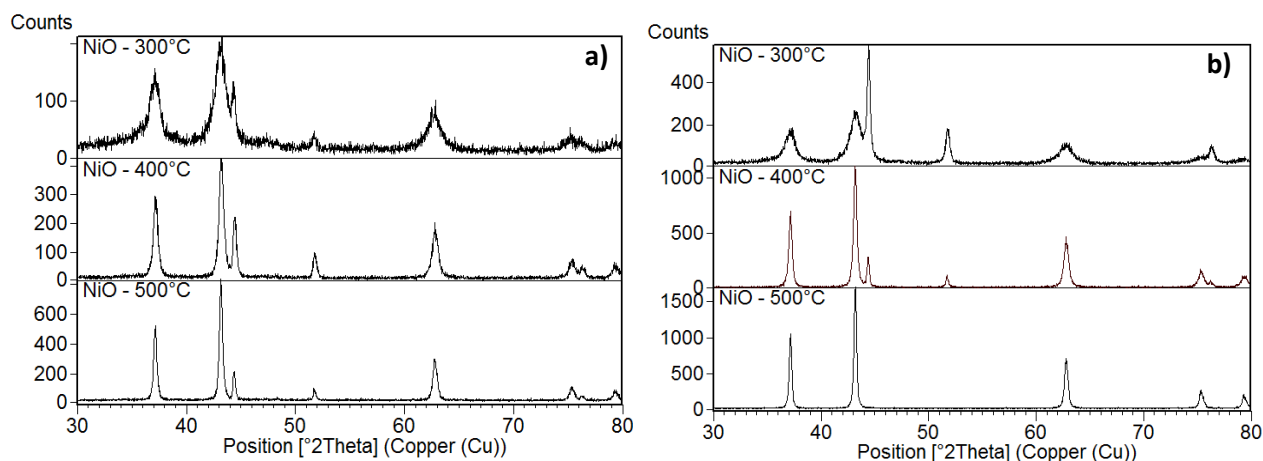


**Figura 1.** Micrografías de NiO: a y d) T=300°C, b y e) T=400°C y c y f) T=500°C utilizando etanol (a, b y c) y etilenglicol (d, e y f) como solventes.

Los patrones de difracción de rayos X de las nanopartículas sintetizadas se muestran en la Figura 2. La existencia de fuertes picos de difracción situados en  $2\theta = 37.3^\circ$ ,  $43.3^\circ$ ,  $62.9^\circ$ ,  $75.4^\circ$  y  $79.4^\circ$  que corresponden a los planos de cristal (111), (200), (220), (311) y (222) respectivamente, indican la formación de una fase pura, de óxido níquel cúbico (estructura de NaCl) [7-8]. Se observan además picos de difracción correspondientes a la fase de Ni situados en  $2\theta = 44.5^\circ$ ,  $51.8^\circ$  y  $76.3^\circ$  que corresponden a la estructura FCC del níquel metálico [4]. Éstos últimos no se evidencian cuando la temperatura es de 500°C y el solvente es etilenglicol, dando sólo óxido de níquel. En todas las muestras, el aumento de temperatura proporciona mayor cristalinidad. Mediante la ecuación de Scherrer se calculó el tamaño de partículas, los cuales se presentan en la Tabla 1, observándose que los diámetros de las partículas son menores cuando se utiliza etanol como solvente.

**Tabla 1.** Tamaño de nanopartículas de NiO.

Temperatura (°C)	Diámetro medio (nm)	
	Etilenglicol	Etanol
300	32.4	13.8
400	46.5	24.8
500	70.9	28.1



**Figura 2.** DRX de NiO a diversas temperaturas y utilizando como solvente a) etanol y b) etilenglicol.

### Conclusiones

Mediante el método de Sol - Gel se sintetizaron nanopartículas de NiO utilizando como solventes etanol y etilenglicol. Diversas técnicas fisicoquímicas permitieron la caracterización de las nanopartículas. A partir de DRX se determinó que, a las temperaturas de trabajo, se obtienen partículas de NiO y Ni metálico cuando se utiliza etanol como solvente. Si el solvente empleado es etilenglicol, a temperaturas altas se sintetizan únicamente nanopartículas de NiO.

Además, cuando se utiliza etilenglicol o etanol con temperaturas elevadas, la morfología final corresponde a nanopartículas, con un tamaño medio variable entre 14 y 70 nm. Las partículas más pequeñas se obtienen empleando etanol en la síntesis a bajas temperaturas.

### Agradecimientos

Los autores de este trabajo agradecen el apoyo de SECyT- Facultad de Ingeniería - UNCPBA y CICPBA. JEL agradece Beca EVC-CIN.

### Referencias

1. Edelstein, A.S., Cammarata, R.C.: Nanomaterials: Synthesis, properties and application. Tylor & Francis Group. 1996.
2. Liu K.C., Anderson M.A.: Porous Nickel Oxide/Nickel Films for Electrochemical Capacitors. J. Electrochem. Soc. 143 (1996) 124-30.
3. Srinivasan V., Weidner J.W.: An Electrochemical Route for Making Porous Nickel Oxide Electrochemical Capacitors. J. Electrochem. Soc. 144 (1997) L210-3.
4. Anandan K, Rajendran V.: Morphological and size effects of NiO nanoparticles via solvothermal process and their optical properties. Materials Science in Semiconductor Processing 14 (2011) 43-7.
5. Kalu E.E., Nwoga T.T., Srinivasan V., Weidner J.W.: Cyclic voltammetric studies of the effects of time and temperature on the capacitance of electrochemically deposited nickel hydroxide. J. Power Sources 92 (2001)163-7.
6. Yuan B., Xu, Ch., Deng D., Xing Y., Liu L., Pang H., Zhang D.: Graphene oxide/nickel oxide modified glassy carbon electrode for supercapacitor and nonenzymatic glucose sensor. Electrochim Acta 88 (2013) 708-12.

7. Dodd, A.C.: A comparison of mechanochemical methods for the synthesis of nanoparticles nickel oxide. *Powder Technology* 196 (2009) 30-5.
8. Allagui A., Wuthrich R.: The electrochemical discharges for the synthesis of nickel oxide nanoparticles: Characterization and mechanism. *Electrochim Acta* 58 (2011) 12-8.