



Caracterización por MEB y MET del PbTe

H. Rojas Chávez^{1,2} y D. Jaramillo Viguera²

¹Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional,
Legaria 694. Col. Irrigación, 11500 México D. F.

²Centro de Investigación e Innovación Tecnológica del Instituto Politécnico Nacional, CECATI s/n. Col. Sta. Catarina, 02250 México D.F.

Resumen

Los polvos obtenidos durante la mecano-síntesis del intermetálico telururo de plomo (PbTe) en atmósfera de aire fueron caracterizados por microscopía electrónica de barrido (MEB) y de transmisión (MET). Se mezclaron muestras en polvos de α PbO-Te en relación en masa de 5:3. Las muestras fueron procesadas por aleado mecánico (AM) con intervalos de tiempos de molienda hasta 4h. La molienda se realizó con relación constante en peso de bolas a muestra de 10:1.

Introducción

La microscopía electrónica es una de las herramientas más poderosas para estudiar las interacciones metal-óxido en el AM. La técnica más común para investigar la nucleación, crecimiento y coalescencia de metales-óxidos es MEB. La determinación de la forma, tamaño de partículas mayores a 3nm es posible con MET [1-4]. El objetivo de este trabajo fue el estudio directo de microscopía electrónica de barrido y transmisión/ área selecta de difracción de electrones (ASDE) de las etapas iniciales e intermedias de la síntesis del PbTe.

Procedimiento Experimental

Polvos de Aldrich (99.7 % +) Te (50 μ m) y α PbO (5 μ m) se utilizaron en todas las experimentaciones. Los polvos se mezclaron en la relación 5 α PbO:3Te. Las moliendas se realizaron en un vial de nylamid. La relación bolas/polvo se mantuvo constante 10:1. La morfología, distribución de los elementos y tamaño de los polvos se analizó en un MEB Hitachi S-570 y MET Jeol JEM-1200 EX.

Resultados y Análisis

El análisis de MEB se realizó en el modo de electrones retrodispersados. Durante la mecano-síntesis prevalece un mecanismo de coalescencia del Te, por ello éste reduce su tamaño rápidamente, las partículas de Te durante las diferentes etapas de molienda quedan embebidas en los óxidos de plomo (α PbO $\rightarrow$ Pb₃O₄ $\rightarrow$ PbO₂). Una vez que se alcanza el tamaño crítico en las partículas, se favorecen las reacciones al estado sólido (difusión). En la figura 1a, se muestra la morfología de las partículas después de 4h de molienda. La distribución de los elementos es homogénea durante todas las etapas de la molienda, figura 1b.

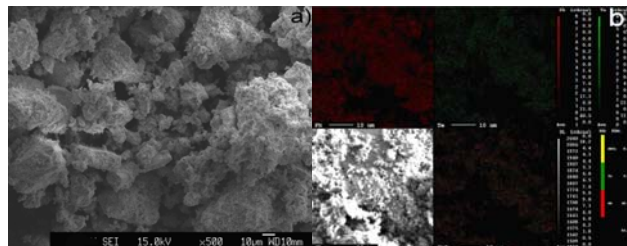


Figura 1. a) Microfotografía MEB para la muestra con 4h de molienda. b) Dispersión de los elementos.

En la figura 2, se aprecia el tamaño (<50nm) y morfología de las partículas. En la parte superior y derecha se aprecia el ASDE de las partículas, las cuales corresponden al PbTe (4h) y al TeO₂ (1h). Con 4h de molienda queda homogénea la fase de PbTe.

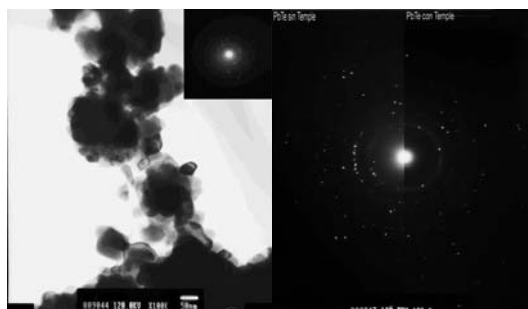


Figura 2. Microfotografías típicas de MET para la muestra obtenida a 4h de molienda, en la parte superior y derecha el ASDE.

Al partir del sistema Pb-O-Te, se consigue sintetizar el PbTe en condiciones atmosféricas con tamaño de partículas nanométricos, figura 2.

Agradecimientos

Agradecemos al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) por su apoyo a este trabajo, así como al M. en C. M. Aguilar Franco.

Referencias

- [1] Y. Gelbstein, Z. Dashevsky, M.P. Dariel, *Phys. B* **363**:196 (2005).
- [2] N. Bouad, R.M. Marin-Ayral, J.C. Tedenac, *J. All. Comp.*, **297**:312 (2000).
- [3] Z.H. Dughaish, *Phys. B*, **322**:94 (2002).
- [4] H. Beyer, J. Nurnus, et al., *Phys. E.*, **13**:965 (2002).