



## Microestructuras de $WO_{3-x}$ : Influencia de los parámetros de síntesis

Cecilia Chacón-Roa, Geonel Rodríguez-Gattorno y Edilso Reguera Ruiz

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

### Resumen

Se estudió la influencia de los parámetros de síntesis tales como concentración, tiempo de reacción y la presencia de urea en la síntesis solvotermal de microestructuras de  $WO_{3-x}$  a partir de un sistema  $WCl_6$ /Etanol. Los productos obtenidos fueron caracterizados por MEB y DRX. Los resultados obtenidos muestran que la variación de la concentración y del tiempo en el tratamiento solvotermal influye en el tamaño, morfología y fase cristalográfica del producto final.

### Introducción

Los óxidos de metales de transición micro y nanoestructurados son materiales muy versátiles en cuanto a su aplicación. En particular, las estructuras tridimensionales de  $WO_{3-x}$  semejantes a microárboles poseen una serie de ventajas morfológicas tales como una gran área superficial y la presencia de nanocanales en los cuales se podrían difundir una serie de iones ó tintas lo cual aumenta el atractivo de dicho óxido en su aplicación en la fabricación de celdas solares, baterías y materiales electrocrómicos [1].

A continuación se presenta un estudio de cómo influyen los parámetros de síntesis en la morfología del óxido de tungsteno.

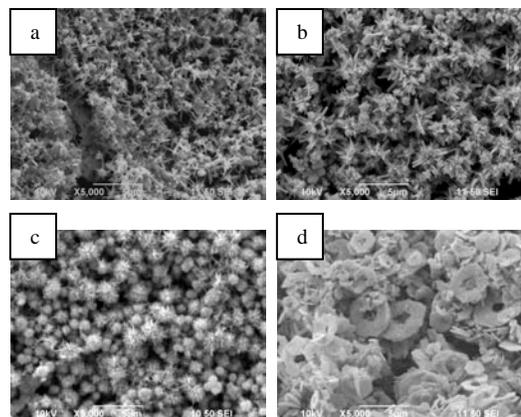
### Procedimiento Experimental

La síntesis de las microestructuras de  $WO_{3-x}$  se realizó a partir de un sistema  $WCl_6$ /Etanol absoluto variando la concentración del soluto desde 0.05 a 0.0125M. En un segundo experimento se procedió a determinar el efecto de la urea en el sistema anterior, empleándose en ello una concentración de 0.025M tanto para la Urea y el  $WCl_6$ . En todos los casos los aductos obtenidos fueron transferidos a un reactor el cual se mantuvo a una temperatura de 180 °C a diferentes intervalos de tiempo: 12, 24, 48 y 72 h. Los productos obtenidos fueron lavados en repetidas ocasiones con etanol y luego fueron secados a 80 °C en una estufa durante 2 h.

### Resultados y Análisis

En la figura 1 se muestran las micrografías MEB de las micropartículas de  $WO_{3-x}$  obtenidas bajo diferentes condiciones de síntesis. La fig. 1a y 1b corresponden a los sólidos obtenidos a partir de una concentración de 0.05M de  $WCl_6$  variándose sólo el tiempo de tratamiento solvotermal, puede observarse la presencia de clúster esféricos de los cuales sobresalen agujas y varillas proporcionando estructuras similares a microárboles con tamaños comprendidos entre 1 y 2  $\mu m$ . Este resultado

indica que el aumento del tiempo de tratamiento favorece la formación de varillas. En la fig. 1c se muestra el sólido obtenido a 48h de tratamiento y a una concentración de  $WCl_6$  de 0.0125M, en este caso la disminución en la concentración de la sal precursora da origen a una distribución homogénea de micropartículas esféricas con tamaños alrededor de 1  $\mu m$  cuyas superficies están conformadas por agujas muy delgadas y uniformes. La figura 1d corresponde al sólido obtenido en presencia de urea, puede observarse una morfología completamente diferente a los casos a, b y c. La urea al actuar como agente quelante ocasiona la agregación de los clúster de óxido dando origen a morfologías similares a donas. De los resultados anteriores se puede inducir el efecto de la concentración del precursor, tiempo de tratamiento solvotermal y presencia de urea en la morfología final del  $WO_{3-x}$ .



**Figura 1.** Micrografías SEM de los sólidos obtenidos a diferentes concentraciones e intervalos de tiempo; (a) 0.05M – 24h, (b) 0.05M – 48h, (c) 0.0125M – 48h, (d) En presencia de Urea, 0.025M – 12h.

### Agradecimientos

Al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) y a la Secretaría de Investigación y Posgrado (SIP) del Instituto Politécnico Nacional (Proyecto SIP No 20100305).

### Referencias

- [1] H. Choi, Y. Jung and D. Kim. *J. Am. Ceram. Soc.* 88 (2005) 1684-1686.