Efecto de la concentración del precursor en la síntesis solvotermal de WO_{3-x} nanoestructurado

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 sintetizaron nanoestructuras de WO_{3-x} usando como precursor WCl_6 y como solvente etanol anhidro. La síntesis se llevo a cabo mediante el método solvotermal a una temperatura constante, modificando la concentración del precursor en el rango de 0.1 a 0.0125M. Los productos obtenidos fueron caracterizados por MEB, DRX y espectroscopia UV-Vis. Los resultados obtenidos muestran que la variación de la concentración influye en el tamaño, morfología y fase cristalográfica del producto final.

Introducción

Actualmente los óxidos nanoestructurados con morfologías unidimensionales (1-D) tales como nanorods, nanowires y nanotubes han sido tema de investigación en diferentes áreas debido a que presentan extraordinarias propiedades físicas, químicas y ópticas. Entre estos materiales el interés por obtener WO_x (1-D) es muy importante por las aplicaciones potenciales que tiene como sensor de gases, fotocatalizador y por su empleo en dispositivos fotoelectroquímicos [1-3]. En la literatura se encuentran reportadas diferentes técnicas para la preparación de WO_x (1-D), en este trabajo se empleó el método solvotermal con el fin de recristalizar el material amorfo obtenido de la reacción de alcohólisis del WCl_6 en etanol. Se determinó el efecto de la concentración del precursor en las características morfológicas y cristalográficas del producto final.

Procedimiento Experimental

La síntesis del WO_x (1-D) se realizó disolviendo diferentes cantidades de WCl_6 en 40 ml de etanol absoluto. Las concentraciones finales fueron: 0.1, 0.05, 0.025 y 0.0125M. En todos los casos, el alcóxido de tungsteno producto de la reacción de alcohólisis entre el precursor y el etanol fue transferido a un reactor el cual se mantuvo a una temperatura de 180 ºC durante 12 h. Los productos obtenidos fueron lavados en repetidas ocasiones con etanol, agua y acetona. Posteriormente fueron secados a 80 ºC en una estufa durante 6 h.

Resultados y Análisis

La figura 1 corresponde a las micrografías MEB para los productos obtenidos de la alcohólisis del WCl_6 a diferentes concentraciones en etanol absoluto y que fueron sometidos a tratamiento solvotermal. La figura 1a muestra el producto obtenido para una concentración de 0.1M en la cual se aprecia un material muy aglomerado que no presenta ninguna morfología definida. Al disminuir la concentración a la mitad 0.05M, fig. 1b, el producto exhibe la formación de paquetes de alambres muy finos de varios micrones de longitud. Se observa que al disminuir nuevamente la concentración a la mitad 0.025, fig. 1c, se favorece la formación de nanorods. Sin embargo para concentraciones más bajas 0.0125M, fig. 1d, se favorece la formación de placas. Estos cambios observados en la morfología del material están relacionados con la influencia que tiene la concentración en los procesos de nucleación y crecimiento cristalino del material. Los resultados obtenidos por DRX revelan que en todos los casos los materiales obtenidos presentan mezclas de fases cristalográficas, las cuales no se han identificado aún.

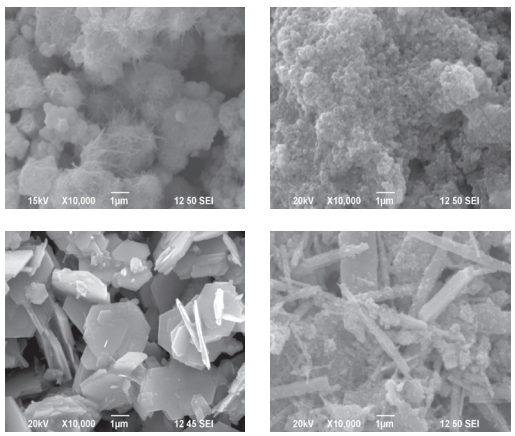

Figura 1. Micrografías SEM de los sólidos obtenidos a diferentes concentraciones; (a) 0.1M, (b) 0.05M, (c) 0.025M, (d) 0.0125M.

Agradecimientos

Al Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI) y a la Secretaria de Investigación y Posgrado (SIP) del Instituto Politécnico Nacional (IPN).

Referencias

[1] Y. M. Zhao and Y. Q. Zhu. Sensors and Actuators. B 1377, (2009) 27-31.
[2] Z. Zao and M. Miyauchi. Angew. Chem Int. Ed. 47, (2008) 7051-7055.
[3] H. Choi, Y. Jung and D. Kim. J. Am. Ceram. Soc. 88, (2005) 1684-1686.