

## Caracterización por DRX y MEB del compuesto PbSe

H. Rojas Chávez<sup>1,2</sup> F. Reyes Carmona<sup>3</sup>, D. Jaramillo Vigueras<sup>2</sup>

<sup>1</sup>CICATA - Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Col. Irrigación, 11500 México D. F.

<sup>2</sup>CIITEC - Instituto Politécnico Nacional, CECATI s/n. Col. Sta. Catarina, 02250 México D.F.

<sup>3</sup>FQ - Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito de la Investigación Científica s/n, C.U. 04510 México, D.F.

### Resumen

Los polvos obtenidos durante la mecano-síntesis del intermetálico seleruro de plomo (PbSe) en atmósfera de aire fueron caracterizados por difracción de rayos-X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Se mezclaron muestras en polvos de  $\alpha$ PbO-Se en relación en masa de 4:1.4. Las muestras fueron procesadas por molienda mecánica de alta energía (MM-AE) con intervalos de tiempos de molienda hasta 10h. La molienda se realizó con relación constante en peso de bolas a muestra de 10:1.

### Introducción

Los materiales calcogenos como el PbSe tienen diferentes aplicaciones en la rama de la ciencia de los materiales. El seleruro de plomo tiene aplicaciones termoeléctricas y en el área de los semiconductores.

Existe una gran variedad de métodos físicos y químicos para preparar PbSe, entre estos métodos se encuentran: molienda mecánica, deposición química de vapor, síntesis por fase gas, método Bridgman, entre otros.

### Procedimiento Experimental

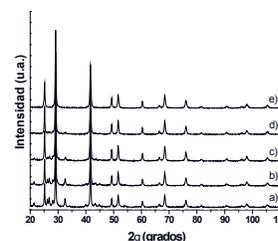
Polvos de Aldrich (99.7 % +) Se ( $50\mu\text{m}$ ) y  $\alpha$ PbO ( $5\mu\text{m}$ ) se utilizaron en todas las experimentaciones. Los polvos se mezclaron en la relación 4:1.4. Las moliendas se realizaron en un vial de nylacero. La relación bolas/polvo se mantuvo constante 10:1. La morfología, distribución de los elementos y tamaño de los polvos se analizó por DRX y MEB.

### Resultados y Análisis

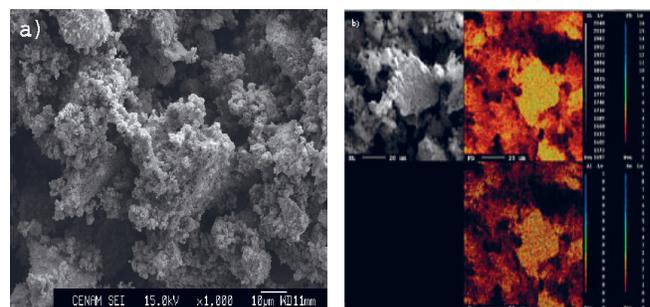
En la figura 1, se muestra el patrón de DRX para los polvos del sistema PbO-Se. En el patrón de DRX se aprecia que con un tiempo de molienda hasta de 8h, están presentes 2 fases: PbSe y PbSeO<sub>3</sub>. Después de 10h de molienda sola está presente la fase PbSe. Al refinar el patrón de DRX de la muestra con 10h de molienda se obtiene que el tamaño de partícula es  $\sim 20\text{nm}$ .

El análisis de MEB se realizó en el modo de electrones retrodispersados. Durante la molienda mecánica de alta energía prevalece un mecanismo de coalescencia del Se, por ello éste reduce su tamaño rápidamente, las partículas de Se durante las diferentes etapas de molienda quedan embebidas en los óxidos de plomo. Una vez que se alcanza el tamaño crítico en las partículas, se

favorecen las reacciones químicas al estado sólido. En la figura 2a, se muestra la morfología de las partículas después de 10h de molienda. La distribución de los elementos es homogénea durante todas las etapas de la molienda, figura 2b.



**Figura 1.** Patrón de DRX para el sistema PbO-Se a diferentes tiempos de molienda: a) 2, b) 4, c) 6, d) 8 y e) 10 h.



**Figura 2.** Microfotografías típicas de MEB para la muestra obtenida a 10h de molienda.

Al partir del sistema PbO-Se, se consigue sintetizar el PbSe en condiciones atmosféricas con tamaño de partículas nanométricos.

### 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 (IF-UNAM).

### Referencias

- [1] C. Wang, G. Zhang, S. Fan, et al., J. Phys. Chem. Solids 62 (2001) 1957-1960.
- [2] H.H. Kang, L. Salamanca-Riba, M. Pinczolit, et al., Sci. Eng. B 80 (2001) 104-107.
- [3] T. Schwarzl, et al., Phys. E 13 (2002) 888-891.