SINTESIS POR MICROONDAS DE NANOESTRUCTURAS DE ÓXIDOS DE CoMoW

Rafael Huirache Acuña[a], Luz Adela Zavala[a], José Alberto Lumbreras[b], José Apolinar Cortés[a], L. García-Salinas[a], Francisco Paraguay Delgado[c]*

[a]Facultad de Ingeniería Química, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Ciudad Universitaria, Morelia, 58060, México.
[b]Universidad del Istmo Campus Tehuantepec, Sto. Domingo Tehuantepec, 70760, Oaxaca, México.
[c]Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C., CIMAV, Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, Chih., 31109, México.

rafael_huirache@yahoo.it

Resumen

En el presente trabajo se estudia la síntesis por microondas de nanoestructuras de óxidos de CoMoW utilizando un método hidrotérmico. Las muestras obtenidas fueron analizadas mediante microscopía electrónica de transmisión (MET) y difracción de Rayos X (DRX). Se observó la presencia de partículas en forma de "laminas" y "cintas" con longitudes entre 70-200 nm y ancho de 25-50 nm aproximadamente. En todos los casos las nanoestructuras de óxidos de CoMoW forman aglomerados debido a su alta energía superficial.

Introducción

Actualmente los materiales nanoestructurados juegan un papel muy importante en diferentes campos de la ciencia. De la gran variedad de compuestos nanoestructurados, los óxidos de metales de transición presentan propiedades interesantes como sensores [1], semiconductores [2] y emisores de campo [3]. Además, se exploran nuevas aplicaciones de estos materiales como precursores para lubricantes [4] y catalizadores [5]. De la gran variedad de métodos de obtención de nanoestructuras de óxidos de metales de transición, el método hidrotérmico es una buena alternativa de síntesis, lo anterior debido a su sencillez, reproducibilidad y bajo costo. En la mayor parte de la literatura se menciona el uso de hornos o muflas para suministrar la energía requerida durante el tratamiento hidrotérmico; sin embargo, el uso de un reactor de microondas proporciona condiciones adecuadas para tal efecto, además de que disminuye el tiempo requerido para la síntesis del material. Por tal motivo, en este trabajo se presenta la síntesis por microondas de nanoestructuras de óxidos de CoMoW. Se analizó la morfología y estructura cristalina de los materiales mediante Microscopia Electrónica de Transmisión (MET) y difracción de Rayos X (DRX), respectivamente.

Sección experimental

Las nanoestructuras de óxidos de CoMoW se sintetizaron utilizando un método de envejecimiento-hidrotérmico asistido con radiación por microondas. Para lo anterior se preparó una solución acuosa de metatungstato de amonio $[(NH_4)_{10}W_{12}O_{41}xH_2O]$, heptamolibdato de amonio $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ y nitrato de cobalto $[Co(NO_3)_2.6H_2O]$ con una relación molar de 1:1:1 (Co:Mo:W) (pH=5) y se depositó en un recipiente cerrado con agitación a temperatura de 60°C durante 1 semana (envejecimiento).
Posteriormente se utilizaron y tomaron 20 mL de la solución envejecida, 10 mL de agua desionizada y 4 mL de HNO_3 y se depositaron en un recipiente (autoclave) para realizar el tratamiento hidrotérmico en un equipo de radiación con microondas a temperatura de 200 °C por 20 y 40 minutos. Finalmente la

© 2012 Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química AMIDIQ

solución se filtró y secó a temperatura ambiente. Las imágenes de microscopia electrónica de transmisión (MET) se obtuvieron en un equipo Philips CM200 y el análisis por difracción de rayos X (DRX) se realizó usando un difractómetro Rigaku modelo MiniFlex con una radiación kα del Cu, cuya longitud de onda es λ=1.54056 ˚A.

Resultados y discusión

En las figuras 1a-c, se presentan imágenes de microscopía electrónica de transmisión (MET) de las nanoestructuras de óxidos de CoMoW sintetizadas mediante un método hidrotérmico asistido por microondas con relación molar 1:1:1 (Co:Mo:W) y tiempo de reacción de 20 minutos.

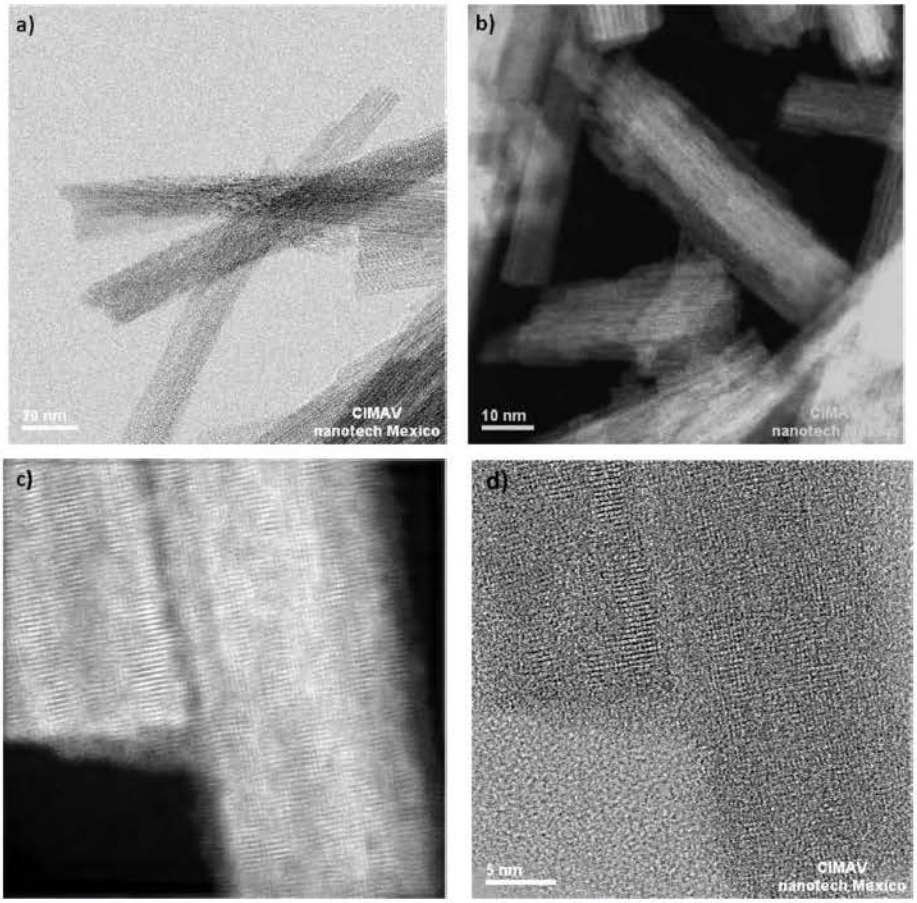

Figura 1. Imágenes de TEM de nanoestructuras de óxidos de CoMoW sintetizadas por microondas (t=20 minutos)

© 2012 Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química AMIDIQ

En todas las muestras se observa la presencia de partículas en forma de "laminas" con longitudes entre 70-200 nm y ancho de 25-50 nm aproximadamente. Además se observa que las nanoestructuras forman aglomerados debido a su alta energía superficial. Mediante el análisis de espectroscopía de energía dispersiva (EDS) se confirmó la presencia en la muestra de los elementos oxígeno, molibdeno, tungsteno y cobalto y la ausencia de impurezas (Figura 2).

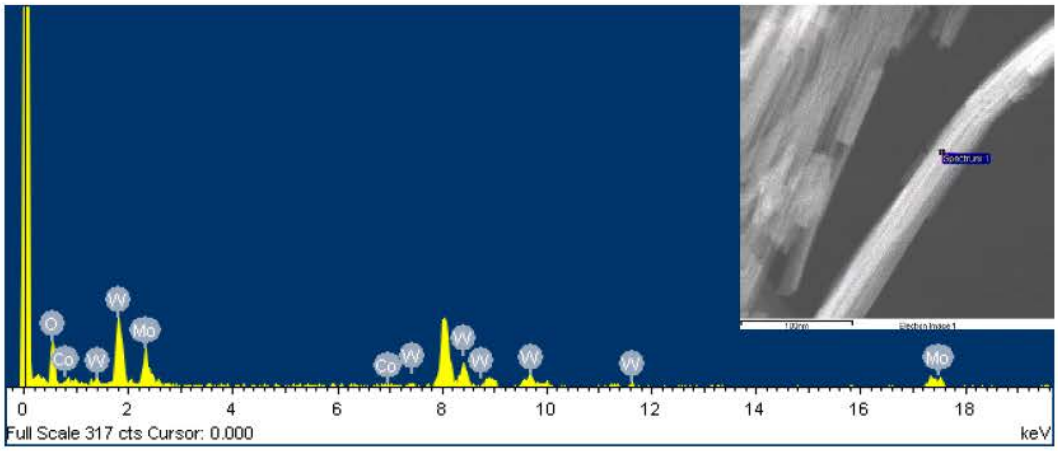

Figura 2. Espectroscopía de energía dispersiva (EDS) de nanoestructuras de óxidos de CoMoW sintetizadas por microondas

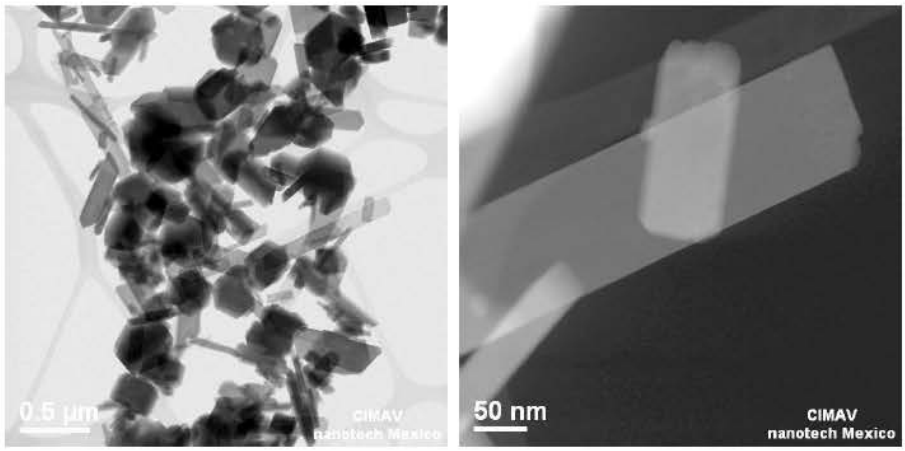

Figura 3. Imágenes de TEM de nanoestructuras de óxidos de CoMoW sintetizadas por microondas (t=40 minutos)

En el caso de las nanoestructuras de óxidos de CoMoW con relación 1:1:1 y tiempo de reacción de 40 minutos, las imágenes muestran partículas de forma irregular además de materiales con forma de

© 2012 Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química AMIDIQ

"cintas" con longitudes entre 100-800 nm y ancho de 50-500 nm aproximadamente. Este comportamiento podría estar relacionado con la aglomeración y agregación de las partículas por efecto de una mayor exposición a la radiación por microondas. Además se observa que las nanoestructuras forman aglomerados debido a su alta energía superficial como en el caso de las muestras a menor tiempo de exposición a la radiación (Figura 3).

Conclusiones

En el presente trabajo se observó que el tiempo de exposición a la radiación por microondas en el método hidrotérmico afecta la morfología y estructura de nanoestructuras de óxidos de Co, Mo y W provocando materiales con forma más irregular a mayor tiempo de reacción. Por otro lado se concluye que el método hidrotérmico asistido con microondas reduce en gran medida el tiempo requerido para la síntesis de nanoestructuras de óxidos de metales de transición.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo de CONACYT, PROMEP PTC 273, CIC-UMSNH, DGAPA - PAPIIT IN107311 y la asistencia técnica de Carlos Elías Ornelas y Enrique Torres Moye.

Referencias

1. Galatsis, K., Li, Y.X., Wlodarski, W., Kalantarzadeh, K. *Sens Actuators B* 77, 478 (2001).
2. Tenne, R. *Colloids and Surface A* 208, 83 (2002).
3. Li, Y.B., Bando, Y., Goldberg, D. *Applied Physics Letters* 82, 1962 (2003).
4. Changsheng, Li, Junmao, Li, Kehong, Yan, Yanqing, Liu, Wanzhang, Liu, Xinya, Song, Zhou, Qian *1st IEEE International Conference* pp. 1142 (2006).
5. Albiter, M. A., Huirache-Acuña, R., Paraguay-Delgado, F., Rico, J. L., Alonso-Núñez, G. *Nanotechnology 17 (14)* 3473 (2006).

© 2012 Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química AMIDIQ