

Analyse microstructurale des nanoplaquettes de WO₃

N. Dirany*, V. Madigou, Ch. Leroux, J. R. Gavarrri, M Arab*

Université de Toulon, IM2NP, UMR CNRS 7334, BP 20132, 83957, La Garde, France

* nadine.dirany@univ-tln.fr & madjid.arab@univ-tln.fr; Téléphone : 0494142533; Fax : 0494142168

INTRODUCTION

L'oxyde de tungstène est un matériau semi-conducteur de choix comme couche sensible pour la détection de plusieurs gaz. De part ses nombreuses propriétés ; électriques, catalytiques et photochromiques [1], c'est un matériau qui a été largement étudié ces dernières années. En effet en température WO₃, présente une transition isolant-semi conducteur. Un écart par rapport à la composition stœchiométrique WO_{3-x} [2], augmente la conductivité du matériau.

Les conditions de calcination (température et durée) peuvent modifier significativement la structure et la morphologie de WO₃: grains de différentes tailles et différentes concentrations en lacunes d'oxygène. Le changement de morphologie (taille et forme des grains) et de concentration en lacunes d'oxygène peut modifier le processus de détection et donc la sensibilité [3,4]. En d'autres termes, les applications dépendent des états de surfaces et des orientations cristallographiques. C'est pourquoi le contrôle des paramètres d'élaboration est très important.

L'objet de cette étude est la caractérisation microstructurale et morphologique des particules WO₃, élaborées par minéralisation sous forme de nanoplaquettes. Cette caractérisation est nécessaire à la compréhension de l'adsorption des gaz sur les nanoplaquettes.

RESULTATS

Conditions expérimentales

La méthode de synthèse utilisée pour élaborer l'oxyde de tungstène repose sur le processus de minéralisation. Le mélange est composé d'un précurseur de Na₂WO₄.2H₂O dans un milieu acide (pH=1). La poudre obtenue est dispersée dans une solution d'acide chlorhydrique 60 ML, et sous agitation pendant 24h à 40°C. Après quatre jours de maturation à 80°C, l'échantillon est calciné à 400°C sous air pendant 2 heures.

La caractérisation microstructurale et morphologique des poudres obtenues est réalisée par différentes techniques: la diffraction des rayons X (DRX), les microscopies électroniques à balayage et à transmission.

Caractérisation structurale et morphologique

La figure 1 est un exemple de diagramme DRX obtenu, les pics sont bien définis ce qui prouve que la poudre est bien cristallisée. Le traitement par le logiciel *HighScore* permet l'identification de la structure comme étant une phase WO₃ monoclinique (ICOD N°: 01-072-1465). Le diagramme DRX présente des pics larges, ce qui indique que les grains sont plutôt de taille nanométrique.

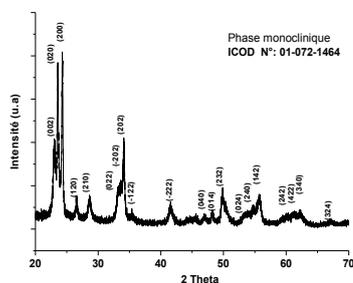


Figure 1 : Diagramme DRX de la poudre WO₃

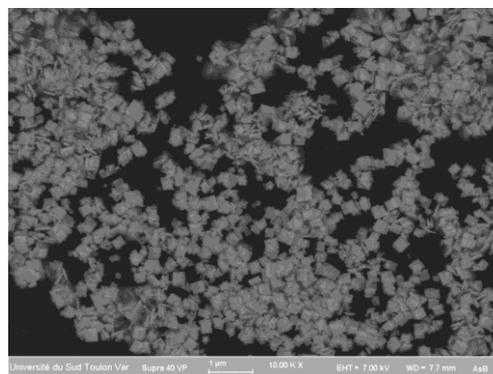


Figure 2 : image MEB des nanoplaquettes de WO₃

L'observation par microscopie électronique à balayage (figure 2) montre que la poudre est constituée de plaquettes qui forment des agglomérats denses.

La poudre a ensuite été dispersée dans de l'alcool et quelques gouttes ont été déposées sur une grille de cuivre recouverte d'un film de carbone. La figure 3b est une image MET sur laquelle on peut observer des plaquettes à plat et d'autres sur la tranche. Les particules obtenues ont des formes carrées ou rectangulaires. La taille des plaquettes est de l'ordre de 100 nm pour les plus petites et de 200 nm pour les plus grandes. L'épaisseur mesurée varie de 30 à 60 nm. La figure 3a est un cliché de diffraction électronique d'une plaquette déposée à plat. En accord avec la diffraction des rayons X, le cliché s'indexe selon une structure monoclinique (P21/n) selon l'axe de zone [001]. La phase monoclinique est une structure de type ReO_3 (cubique) déformée, la déformation étant due à la distorsion des octaèdres WO_6 . La figure 3c est un cliché de diffraction électronique d'une plaquette déposée sur la tranche, il peut être indexé suivant l'axe de zone [100]. Sur ce cliché on observe des traînées diffuses le long de l'axe c^* , ce qui indique la présence de défauts.

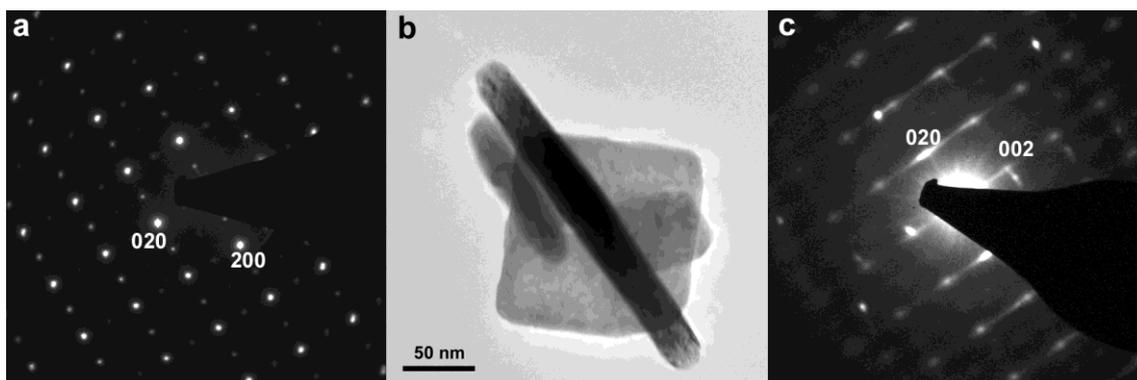


Figure 3 : a) diffraction électronique d'une plaquette WO_3 à plat, b) image MET de plaquettes WO_3 , c) diffraction électronique d'une plaquette WO_3 sur la tranche.

REFERENCES

- [1] Tao He, Jiannian Yao, Progress in Materials Science 51 (2006) 810–879
- [2] M. Gillet, A. Al-Mohammad, and C. Lemire, Thin Solid Films 410, 194 (2002).
- [3] M. Gillet, K. Aguir, M. Bendahan, P. Mennini, Thin Solid Films 484 (2005) 358 – 363
- [4] Jing Zeng, Ming Hu, Weidan Wang, H.Chen, Y. Qin, Sens. Act.B: Chemical, 161 (2012) 447-