

Películas delgadas de WO_3 por sol-gel: propiedades estructurales y morfológicas

Acosta Díaz, M.¹, Vales Pinzón, C.² y Riech Méndez, I.¹

Fecha de recepción: 9 de julio de 2009 - Fecha de aceptación: 20 de noviembre de 2009

RESUMEN

Películas delgadas de óxido de tungsteno (WO_3) han sido preparadas sobre sustratos de vidrio recubiertos con óxido de indio-estaño (ITO) por el método de sol-gel con hexacloruro de tungsteno (WCl_6) como precursor y alcohol isopropílico como solvente. Debido a la concentración de WCl_6 , alcohol isopropílico, y a la temperatura y tiempo de agitación de la solución las características de nuestras películas variaron notablemente. Las propiedades estructurales y morfológicas de estas películas fueron estudiadas empleando la difracción de rayos X (XRD) y la microscopía electrónica de barrido (SEM). Los resultados de los XRD muestran que las películas depositadas son amorfas, cristalizando en una mezcla de las fases monoclinica y tetragonal del WO_3 , al realizar tratamientos térmicos a 500 y 700 °C. En las imágenes SEM se observaron variaciones morfológicas en dependencia de la temperatura del tratamiento térmico (TT). Para las muestras sin TT se observaron aglomeraciones de material sin una estructura definida de los granos. Para las muestras con TT a 500 y 700 °C se observa la formación de cristales con longitudes de cientos de nanómetros. Estos cristales se agrupan formando estructuras complejas. Los análisis de espectroscopia EDAX en las zonas claras y oscuras de las imágenes SEM muestran los picos de W y O. Para las películas sin TT se encontró un pico correspondiente al cloro, que es un subproducto de la reacción. Es importante destacar que en las zonas claras hay una mayor cantidad de tungsteno definiendo esto como zonas ricas en tungsteno.

Palabras clave: óxido de tungsteno, sol-gel, propiedades estructurales y morfológicas

WO_3 thin films by sol-gel: structural and morphological properties

ABSTRACT

Tungsten oxide thin films were grown on ITO substrates by using a sol gel technique with WCl_6 as precursor, and isopropanol as solvent. The structural and morphological properties of these films were studied using X-ray diffraction and Scanning Electron Microscope. As-deposited films were amorphous and crystallized in a mixture of hexagonal and monoclinic phases after annealing at temperatures of 500 °C and 700 °C in air. The surface morphology of our films was found to be strongly dependent on the thermal annealing temperature. SEM images showed that as-grown films are formed by clusters of material without defined grain structure. After annealing at 500 °C and 700 °C surface morphology is characterized by grains. These grains have an average size of hundreds of nanometers and they form complex structures. EDAX analysis in bright and dark zones of the SEM images showed W and O peaks. For the as-grown films a low intensity Cl peak appears as a subproduct of the reaction. It is important to note that in bright zones of the films there is a major amount of W, i.e. a tungsten rich area.

keywords: tungsten oxide, sol-gel, structural and morphological properties

¹ Profesora-Investigadora. Cuerpo académico de Ingeniería Física. Facultad de Ingeniería-UADY. E-mail: adiaz@uady.mx

² Tesista de Licenciatura en Ingeniería Física de la Facultad de Ingeniería-UADY

INTRODUCCIÓN

Las películas delgadas de óxido de tungsteno poseen un gran número de aplicaciones, especialmente en la fabricación de dispositivos basados en las propiedades electrocrómicas y gasocrómicas que exhibe este material. El electrocromismo y gasocromismo consisten en un cambio de coloración de la película al ser sometida a una diferencia de potencial o a un gas determinado, respectivamente. Estas características posibilitan la aplicación del óxido de tungsteno en: ventanas inteligentes, pantallas de dispositivos electrónicos, espejos retrovisores de automóviles, baterías y sensores (Solarska et al., 2006).

La industria exige diariamente mejorar las técnicas de obtención de los materiales, mejorando sus propiedades y abaratando los costos de producción. En investigaciones anteriores, se reportó la obtención de películas delgadas de WO₃ por medio de la técnica RF sputtering en el Laboratorio de Ciencia de Materiales de la FIUADY (González, 2007; Acosta et al., 2009). Sin embargo la técnica de sputtering es costosa dado que se requiere alto vacío, por lo que el objetivo central de este trabajo es la obtención de películas delgadas de WO₃, utilizando la ruta de sol-gel.

La técnica sol-gel consiste en la hidrólisis de los precursores moleculares y la policondensación a una forma vidriosa (matrices amorfas). Por su porosidad permite la agregación de sustancias orgánicas e inorgánicas durante la formación de la red vidriosa alrededor de 20 °C y a presión atmosférica. Esta técnica es atractiva por las siguientes razones: buena homogeneidad, fácil control de la composición, procesamiento a bajas temperaturas, gran área de recubrimiento, posibilidad de mezclar y dopar óxidos con otros materiales, control de la microestructura de los recubrimientos depositados, buenas propiedades ópticas y bajo costo del equipo puesto que no se requiere utilizar sistemas para alcanzar alto vacío (Tsolov-Ivanov, 2004). Igualmente, existen dos métodos derivados que comúnmente se emplean dentro de esta técnica, el primero llamado Spin-coating (rotación de sustratos) y el segundo, Dip-coating que es básicamente inmersión en sol-gel. Sin embargo, sol-gel se ha venido considerando como una técnica de depósito poco apropiada para la obtención de películas orientadas. La forma de nucleación y crecimiento sobre un sustrato de la fase cristalina a partir del depósito amorfo obtenido por sol-gel, son fundamentales en el crecimiento orientado de la película. Una nucleación heterogénea facilita un crecimiento orientado de la película. Ahora bien, este tipo de nucleación se puede inducir, bien a

través del sustrato o superficie sobre la que la fase cristalina empieza a nuclear y/o, en el caso del depósito por sol-gel, mediante las condiciones de procesamiento de la película.

Existe un número elevado de reportes acerca de la preparación del óxido de tungsteno con la técnica de sol-gel (Cheng et al., 2000; Djaoued et al., 2003; Patra et al., 2004), demostrando que es uno de los materiales cuya ruta de obtención es muy económica, sencilla de realizar y variable. Generalmente, los precursores utilizados para la obtención de estos óxidos son tungsteno metálico (Agnihotry et al., 2006; Avellaneda, 2007; Biswas et al., 2003) y hexacloruro de tungsteno (Cremonesi et al., 2004; Djaoued et al., 2003; Öskan y Tepehan, 2001). Sin embargo, a pesar de este número elevado de estudios, no existe un camino bien establecido para correlacionar un sistema particular de síntesis y la morfología de las partículas, y por consiguiente de las películas elaboradas a partir de ellas. Es por esta razón que para cada sistema de crecimiento de sol-gel es necesario establecer la relación de dependencia entre los parámetros de crecimiento y las propiedades de las películas obtenidas, para que de esta manera se pueda establecer una ruta según las características que se deseen obtener.

En este trabajo se emplea como precursor el hexacloruro de tungsteno (WCl₆) y como solvente orgánico el alcohol isopropílico, con la ventaja de que la síntesis se realiza en condiciones de temperatura y presión ambiente. Posteriormente se realizó un estudio sistemático de la estructura cristalina y la morfología de las películas obtenidas.

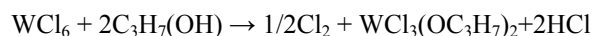
METODOLOGÍA

Por el método Spin-coating se hicieron recubrimientos de WO₃ obtenido sobre sustratos de vidrio Corning 1737 recubierto de una capa delgada de un Óxido Transparente Conductor (TCO) (óxido de indio-estaño, ITO), con resistencia superficial entre 4 y 8 Ω. Previo al depósito, los sustratos se sometieron a un proceso de limpieza en ultrasonido para la eliminación de impurezas no deseadas. La limpieza se realizó de la siguiente forma: se puso el sustrato primero en agua destilada, luego en acetona por 5 minutos, después en alcohol isopropílico durante otros 5 minutos y finalmente se enjuagó bajo corriente de agua bidestilada. Después los sustratos se secaron con aire a temperatura ambiente.

Para la obtención de las películas delgadas de WO₃ se utilizó WCl₆ (Aldrich, 99.9%) que es disuelto en alcohol isopropílico (J.T.Baker, 99.92%) en un razón de 2 gr/20 ml, mediante agitación constante a temperatura ambiente (Öskan y Tepehan, 2001). La

solución inicialmente toma un color naranja y rápidamente cambia a amarillo profundo; luego de 15 minutos en agitación la solución cambia su color a un azul oscuro. Esto se debe a una reducción de iones de

tungsteno, de W^{+6} a W^{+5} (Djaoued et al., 2008). Esta reducción del tungsteno es acompañada por la oxidación de iones de cloruro en forma de gas que se libera durante la reacción (Sakka y Kozuka, 1997).



Una hora después de haber iniciado la reacción, se detiene la agitación, se pesa la solución y se le agrega el 1% de su peso en polietilén glicol 200 (PEG), un agente dispersante que evita la formación de grandes aglomerados y favorece la uniformidad en la morfología de las películas, evitando la formación de grietas. Nuevamente se deja en agitación constante para disolver completamente al polímero, a una temperatura de 45 °C, favoreciendo así la maduración de las partículas. Dos horas después de agregar el PEG, se inicia la preparación de las capas de óxido de tungsteno sobre un sustrato.

Para elaborar las capas, se utilizó la técnica de rotación de sustratos con velocidad constante para el esparcimiento de la solución de 5700 rpm. En la figura 1 se muestra un esquema de la técnica de sol-

gel con rotación de sustrato. La cantidad de solución depositada fue de 50 µml para cada capa. Se prepararon muestras de una capa y de cuatro capas. Para las de cuatro capas, una vez realizado el primer depósito, éste se seca en el horno a 60 °C por 30 minutos, se deposita la próxima capa y así sucesivamente. Al finalizar el crecimiento las capas se colocan en un horno a 60 °C para secarse durante 2 horas. Esta mezcla se hizo con diferentes concentraciones de sus componentes, además de variar la temperatura y tiempo de agitación, esto para encontrar las mejores proporciones y condiciones para hacer nuestras películas y obtener los resultados deseados. Finalmente al material obtenido se le dio un tratamiento térmico a diferentes temperaturas de 500 y 700 °C por 5 horas en un horno en aire y a presión ambiente.

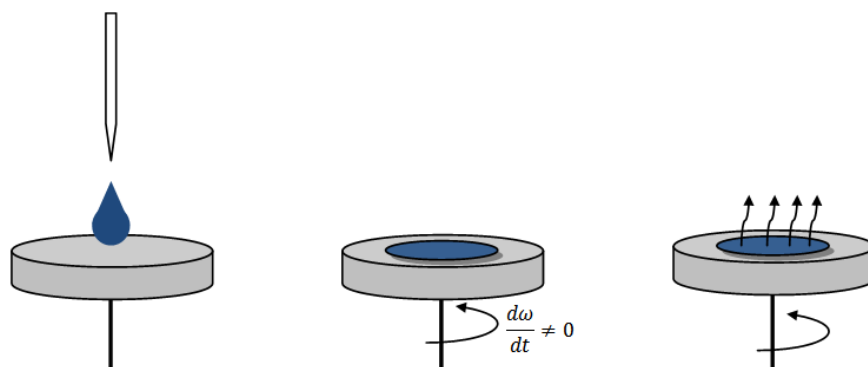


Figura 1. Esquema de la técnica de sol-gel con rotación de sustrato.

Los parámetros que se variaron durante el proceso fueron: el tiempo en el que se extraía la solución para realizar el depósito, el número de capas y la temperatura de tratamiento térmico a los que fueron sometidos las muestras.

posible realizar un microanálisis químico mediante espectrometría de la energía dispersiva de los rayos X (EDAX). El espesor de las películas se determinó empleando un perfilómetro marca Veeco modelo Dektak 8 Stylus Profiler.

El análisis estructural se realizó por medio de la técnica de difracción de rayos X en un equipo Siemens D500 que emplea radiación $Cu K\alpha$ ($\lambda=0.154$ nm). La configuración experimental empleada fue la de haz rasante de 3° con un paso de 0.020, y un tiempo de integración de 10 s por paso. Para el estudio de la morfología de las películas se empleó la microscopía electrónica de barrido (SEM). El equipo utilizado fue Philips XL30-ESEM, las mediciones se realizaron a 1 Torr de presión y con una energía de disparo de 25 keV. Con este mismo equipo fue

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 1 se reportan las muestras obtenidas en este trabajo con sus respectivos espesores. Como se puede observar en la tabla 1, el espesor de las películas delgadas aumenta con el tratamiento térmico, debido a un incremento en el tamaño de los granos y de la porosidad. Los poros posiblemente son originarios de las regiones que antes estuvieron ocupadas por el PEG. Mediante el tratamiento térmico se evaporan estos residuos orgánicos. Las

películas de cuatro capas alcanzaron un espesor de más de 5 μm .

Tabla 1. Muestras S1 y S2 en función de sus tratamientos térmicos y espesores.

Muestras	Núm. de capas	Tratamiento térmico ($^{\circ}\text{C}$)	Espesor (μm)
S1	1	-	0.26
		500	0.35
		700	0.42
S2	4	-	5.30
		500	5.50
		700	5.67

Para la caracterización estructural se realizó un análisis por XRD a las películas y los polvos obtenidos de la solución con la cual se elaboraron las muestras. Para el análisis a los polvos se dejó gelificar la solución de WCl_6 , alcohol isopropílico y PEG hasta alcanzar una viscosidad tal que dificulta agitación. Seguidamente se secó a 60°C en un horno

por 24 horas. El material obtenido se pulverizó en un mortero. Una parte de estos polvos se trató térmicamente a 500°C , con el objetivo de estudiar el efecto del tratamiento térmico sobre la cristalinidad del compuesto. En la figura 2 se muestra el difractograma de Rayos X de ambos polvos.

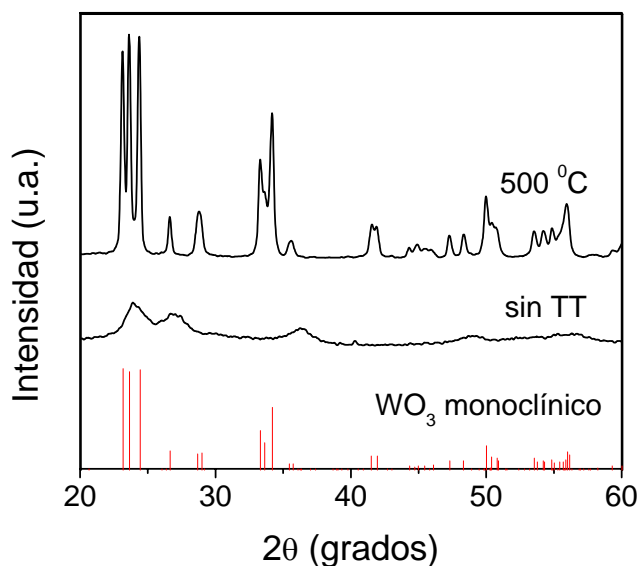


Figura 2. Difractogramas de polvos sin y con tratamiento térmico a 500°C .

En la figura 2, se aprecia que para los polvos sin tratamiento térmico los picos de difracción no están bien definidos y son de baja intensidad. Al realizar el tratamiento térmico a 500°C se observa la cristalización de WO_3 en fase monoclinica JCPDS 43-1035 (Powder Diffraction File 1967).

En las figuras 3 y 4 se muestran los difractogramas de las películas delgadas correspondientes a las series S1 y S2. En cada uno de estos se observan picos pertenecientes al recubrimiento de óxido de indio (In_2O_3) del sustrato (S) JCPDS 06- 0416 (Powder Diffraction File 1967).

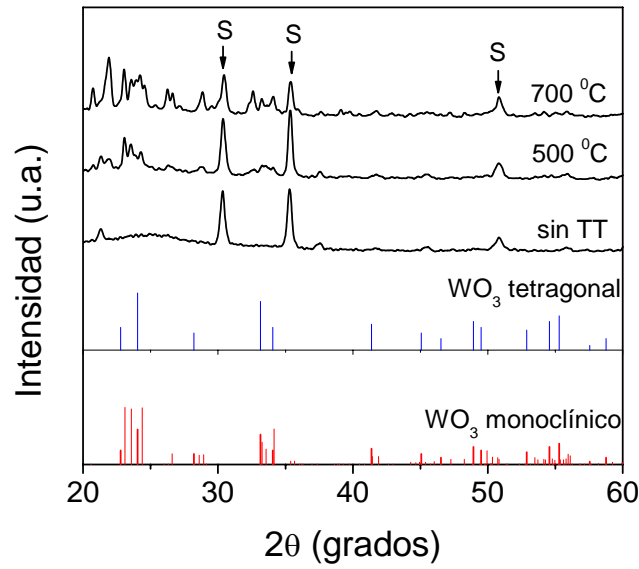


Figura 3. Difracción de Rayos X para las películas de la serie S1: sin tratamiento térmico y con tratamientos térmicos a 500 y 700 °C.

La figura 3 muestra que las películas de la serie S1 sin tratamiento térmico no presentan picos de difracción bien definidos. Para las muestras con tratamiento térmico a 500 °C, se observa la cristalización del material en forma de WO₃ en dos fases: monoclinica JCPDS 43-1035 y tetragonal

JCPDS 05-0388 (Powder Diffraction File 1967). Con un aumento de la temperatura del tratamiento térmico a 700 °C, los picos característicos del WO₃ tienen mayor definición, y se puede observar que los picos pertenecientes a la fase tetragonal disminuyen en intensidad.

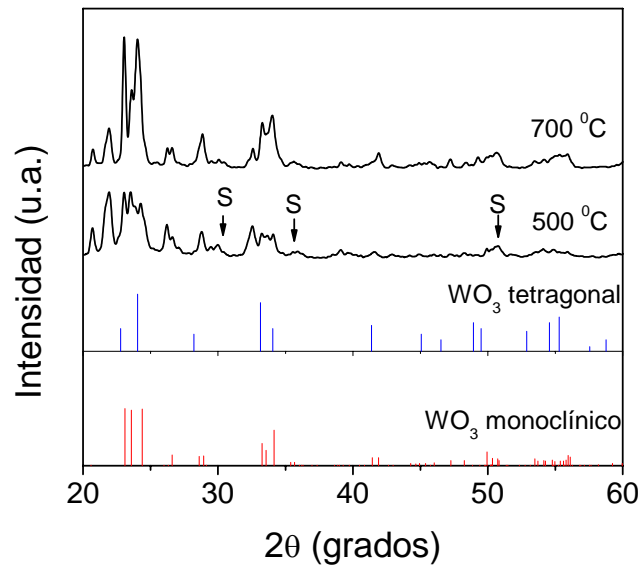


Figura 4. Difracción de Rayos X para películas provenientes de S2: sin tratamiento térmico y con tratamientos térmicos a 500 y 700 °C.

Los difractogramas que se aprecian en la figura 4 pertenecen a las películas de cuatro capas, que son de

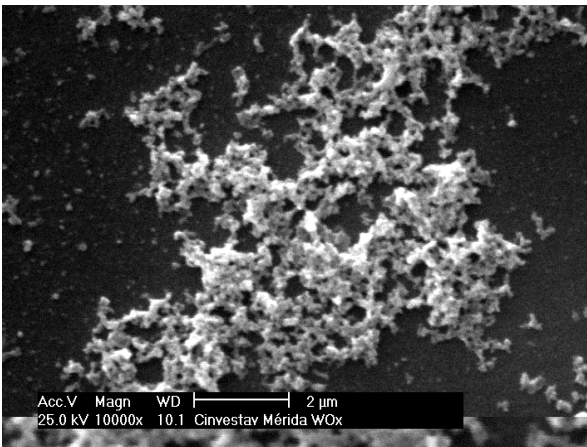
S2. La intensidad de los picos asociados al sustrato disminuye, dado que el espesor de las capas ha

aumentado significativamente. Al realizar el tratamiento térmico a 500 °C se obtiene la cristalización de WO₃ en las fases monoclinica y tetragonal. Al igual que lo observado en los XRD de la S1, al aumentar la temperatura del tratamiento térmico a 700 °C disminuye la intensidad de los picos pertenecientes a la fase tetragonal.

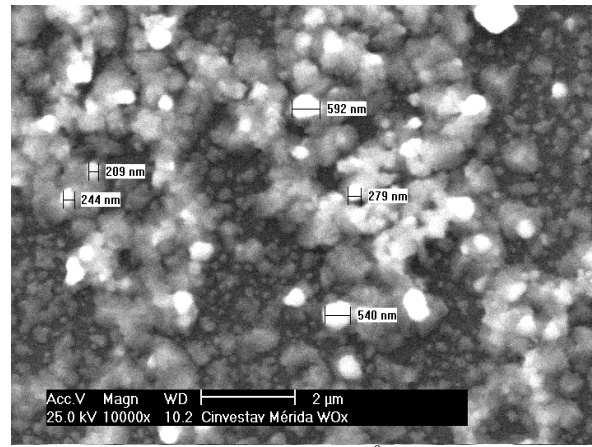
Los análisis de difracción de Rayos X indican que las películas sin tratamiento térmico tienen baja cristalización mostrando picos anchos y poco definidos. Al aumentar la temperatura de tratamiento térmico aumenta la cristalización obteniendo picos definidos y de mayor intensidad. Esto muestra que el

tratamiento térmico mejora la cristalinidad de las películas.

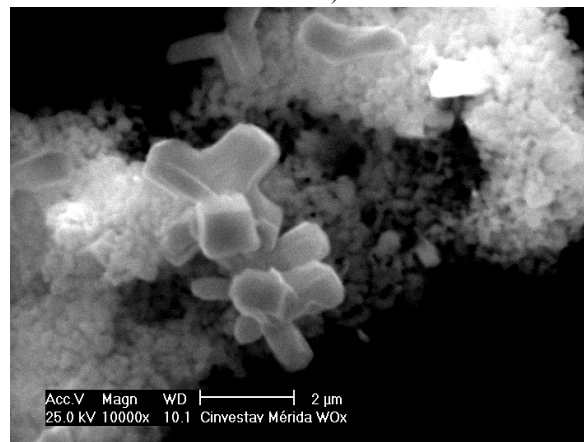
Por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM), se realizaron microfotografías de las películas delgadas de WO₃ con el objetivo de estudiar su morfología. De manera simultánea se realizaron análisis EDAX en las zonas de interés de las imágenes SEM. Como se puede observar en las imágenes SEM para la serie S1 (figura 5), aparecen regiones con diferentes intensidades y contrastes. Además el material se encuentra distribuido por toda la película sin un patrón aparente y no muestran alta porosidad.



a) Sin tratamiento térmico



b) Con tratamiento térmico a 500 °C



c) Con tratamiento térmico a 700 °C.

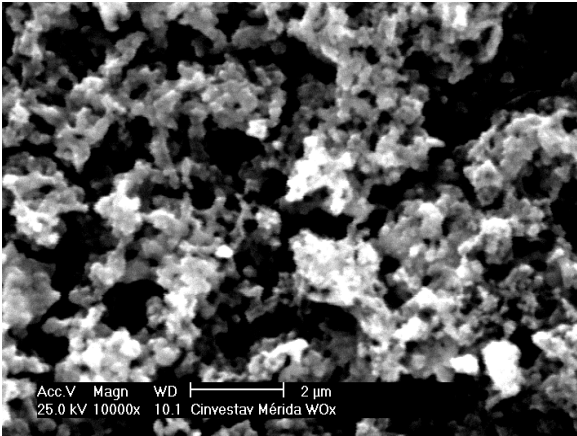
Figura 5. Imágenes SEM de películas de WO₃ de S1 (a) sin tratamiento térmico y con tratamiento térmico (b) 500 °C y (c) 700 °C.

Después del tratamiento térmico a 500 °C ocurre un incremento de la porosidad de las películas. Los grandes poros de formas irregulares son visibles en toda la superficie de la muestra, y son originados por la evaporación del PEG. El tamaño de los granos obtenidos es de 200 a 600 nm. Al realizar el

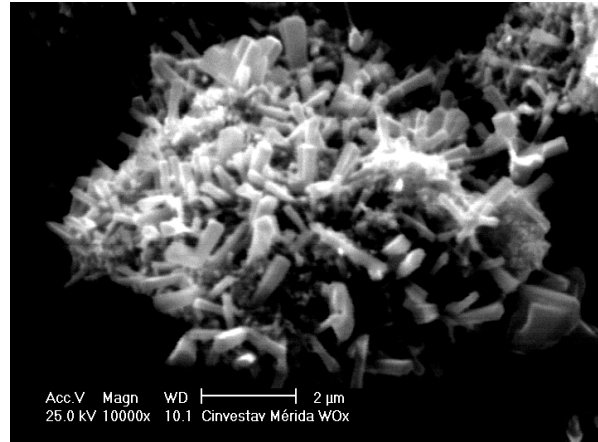
tratamiento térmico a 700 °C se observa la formación de cristales en forma de rosetas cuya longitud supera las 3 μm. Esto concuerda con los resultados obtenidos en el análisis de los difractogramas de Rayos X, que mostraron un aumento en la cristalinidad. La figura 6 presenta las imágenes SEM de la serie S2, películas

de cuatro capas depositadas dos horas después de agregar el PEG. Para las películas sin tratamiento térmico se tiene una formación homogénea de aglomerados de material. En comparación con S1, se puede apreciar que las películas tienen mayor porosidad. El tratamiento térmico a 500 °C y 700 °C da lugar al proceso de cristalización, tal como se

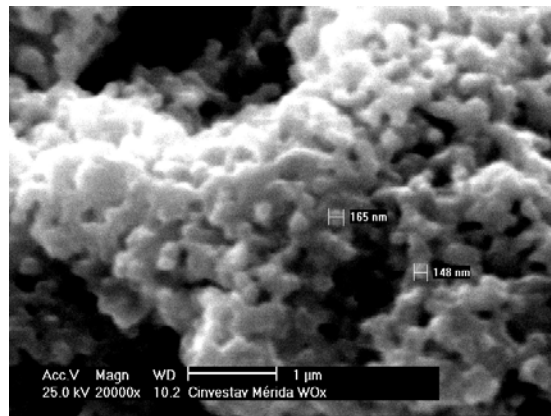
determinó en el análisis de Rayos X. A 700 °C se observa la formación de cúmulos de cristales, mientras que a 500 °C ocurre la formación de cristales, cuya estructura se repite en toda la película con una longitud mayor a 2 μm. Este tipo de estructuras se repite para la serie S1, con tratamiento térmico a 700 °C.



a) Sin tratamiento térmico



b) Con tratamiento térmico a 500 °C



c) Con tratamiento térmico a 700 °C.

Figura 6. Imágenes SEM de películas de WO₃ de S2 (a) sin tratamiento térmico y con tratamiento térmico a (b) 500 °C y (c) 700 °C.

Las microestructuras sobresalientes de las series S1 y S2, para las películas tratadas a 700 y 500 °C, respectivamente, se deben a la nucleación de granos ultrafinos (Srivastava et al., 2006). Se sabe que la existencia de estas estructuras se debe al crecimiento del grano durante el tratamiento térmico. Las nanopartículas de WO₃ actúan como sitios potenciales de nucleación, conduciendo de esta manera a la formación de estas estructuras. Ha sido reportado en la literatura que la presencia de estas morfologías en las películas permite lograr mayor eficiencia de coloración, respuesta óptica y aumentan la rapidez de la cinética de las propiedades electrocrómicas, en

comparación con las películas de nanocristales de WO₃ preparadas por MBE, sputtering o técnicas de evaporación (Deepa et al., 2006). En la figura 7 se muestran los resultados de los análisis EDAX en las zonas claras y oscuras de las películas apreciables en las imágenes SEM. Estos espectros se repetían en todas las muestras con tratamientos térmicos a igual temperatura. Como se puede observar independientemente de la zona elegida para el análisis EDAX, siempre aparecen picos característicos de tungsteno (W) y de oxígeno (O), lo cual indica que hay depósito del material en todo el sustrato como se mencionó anteriormente.

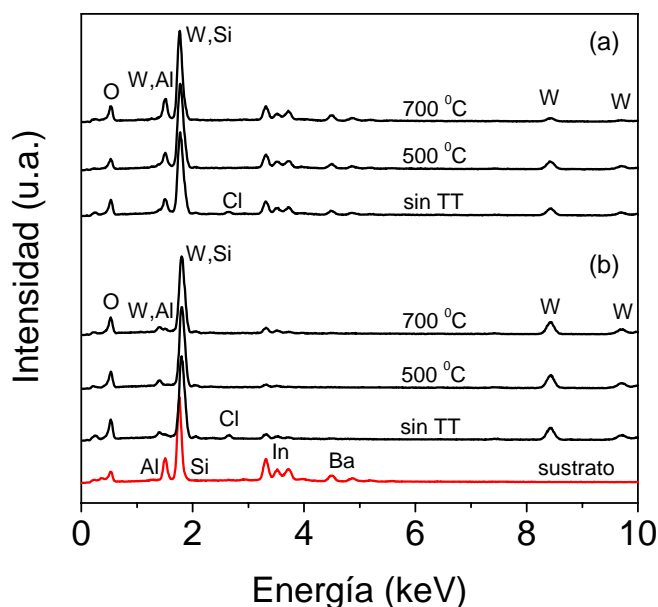


Figura 7. Análisis EDAX realizados en las zonas (a) oscuras y (b) claras de las imágenes de SEM de películas de WO_3 .

Para las muestras sin tratamiento térmico se puede notar que aparece un pico correspondiente al cloro (Cl), lo cual se debe a que este elemento no se ha evaporado por completo de la película. Estos residuos son provenientes del precursor utilizado, WCl_6 . En las zonas más claras de las imágenes SEM los análisis EDAX muestran que se tiene una mayor cantidad de W en estas zonas.

Otros picos presentes en los espectros, aunque con una intensidad mucho menor al W y al O, pertenecen a los elementos silicio, indio, bario y aluminio y corresponden al sustrato tal como se muestra en la figura 6. La intensidad de estos picos en los espectros varía de acuerdo al espesor de las películas. En las zonas oscuras, se tiene mayor intensidad de estos picos, en comparación con las zonas claras, debido a una menor cantidad de material depositado. En los análisis realizados, no se encontraron elementos contaminantes en las películas.

CONCLUSIONES

Mediante la técnica de sol-gel con rotación de sustrato se obtuvieron películas de trióxido de tungsteno de buena adherencia, homogeneidad y sin grietas. El espesor de estas películas es del orden de $0.3 \mu\text{m}$ para películas de una capa y de $5 \mu\text{m}$ para películas de cuatro capas. Los resultados muestran que existe un aumento de espesor al tratar las películas térmicamente debido a un incremento en el tamaño de grano y la porosidad.

Los resultados de los análisis por difracción de Rayos X muestran que las películas sin tratamiento térmico son amorfas. Al realizar los tratamientos térmicos a 500 y 700 °C, ocurre la cristalización del trióxido de tungsteno en dos fases: monoclinica y tetragonal. Mediante los análisis EDAX se determinó que hay depósito de tungsteno en todo el sustrato. Se encontró un pico correspondiente al cloro, que es un subproducto de la reacción, y que desaparece para las muestras tratadas térmicamente. En las imágenes SEM se pueden observar las variaciones morfológicas de las películas en función de la temperatura del tratamiento térmico. Existe formación de cristales cuya longitud es mayor a $2 \mu\text{m}$ para las muestras tratadas térmicamente. Como conclusión final, los parámetros que permitieron obtener los mejores resultados fueron: películas compuestas por cuatro capas, dos horas después de agregar el PEG y con tratamiento térmico a 700 °C.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Dr. Geonel Rodríguez Gattorno, por su apoyo en los inicios de este trabajo. Al departamento de Física Aplicada del CINVESTAV IPN Unidad Mérida. Al M. en C. Daniel Aguilar Treviño, por su apoyo en las caracterizaciones de Rayos X. A la M. en C. Dora Huerta Quintanilla, del laboratorio de microscopía electrónica, al M.C. William Cauich por las mediciones de espesores de las muestras. En particular Caridad Valés agradece las facilidades

brindadas por la FIUADY para el desarrollo de este trabajo que constituye parte de su tesis de licenciatura, así como agradece el apoyo económico

otorgado a través del programa Beca-tesis 2008-2009. También se agradecen los fondos otorgados por el programa PROMEP con clave FING-08-003

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Acosta, M.; González D.; Riech, I. (2009) Optical properties of tungsten oxide thin films by non-reactive sputtering. *Thin Solid Films*, 517 5442-5445.

Agnihotry, S.A.; Rashmi, Sharma; Kar, M.; y Saxena, T.K. (2006). Towards electrochromic stability in sol-gel-derived tungsten oxide films: cyclic voltammetric and spectrophotometric investigations. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 90 15–24.

Avellaneda, César (2007). Thermodynamic study of WO₃ and WO₃:Li⁺ thin films. *Material Science & Engineering B*, 138 123–127.

Biswas, P.K.; Pramanik, N.C.; Mahapatra, M.K.; Ganguli, D.; y Livage, J. (2003). Optical and electrochromic properties of sol-gel WO₃ films on conducting glass. *Materials Letters*, 57 4429 – 4432.

Cheng, W.; Baudrin, E.; Dunn, B.; y Zinc, J.I. (2000). Synthesis and electrochromic properties of mesoporous tungsten oxide. *Mater J. Chem.*, 10.

Cremonesi, A.; Bernasi, D.; Lottici, P.P.; Djaoued, Y.; y Ashrit, P.V. (2004). WO₃ thin films by sol-gel for electrochromic applications. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 345 & 346 500 – 504.

Deepa, M.; Srivastava, A.K.; y Agnihotry, S.A. (2006). Influence of annealing on electrochromic performance of template assisted, electrochemically grown, nanostructured assembly of tungsten oxide. *Acta Materialia*, 54 4583–4595.

Djaoued, Y.; Ashrit, P.V.; Badilescu, S.; y Bruning, R. (2003). Synthesis and characterization of macroporous tungsten oxide films for electrochromic application. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 28 235–244.

Djaoued, Y.; Priya, S.; y Balaji, S. (2008). Low temperature synthesis of nanocrystalline WO₃ films by sol-gel process. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354 673–679.

González, David (2007). Preparación y caracterización de películas delgadas de trióxido de tungsteno usando la técnica de rf sputtering. Tesis de Licenciatura, Universidad Autónoma de Yucatán.

Öskan, E.; Lee, S.-H.; Liu, P.; Tracy, C. E.; Tepehan, F. Z.; Pitts, J. R.; y Deb, S. K. (2002). Electrochromic and optical properties of mesoporous tungsten oxide films. *Solid State Ionics*, 149 & 139.

Öskan, E. y Tepehan, F.Z. (2001). Optical and structural characteristics of sol-gel deposited tungsten oxide and vanadium doped tungsten oxide films. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 68 265–277.

Patra, A.; Auddy, K.; Ganguli, D.; Livage, J.; y Biswas, P.K. (2004). Sol-gel electrochromic WO₃ coatings on glass. *Materials Letters*, Vol. 58 1059 – 1063.

Powder Diffraction File, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, ASTM, Philadelphia, PA, (1967). Cards 331387 and 431035.

Sakka, Sumio y Kozuka, Hiromitsu (1997). *Sol-gel science and technology: Processing, characterization and applications*. Kluwer Academic Publishers.

Solarska, Renata; Alexander, Bruce D.; y Augustynski, Jan (2006). Electrochromic and photoelectrochemical characteristics of nanostructured WO₃ films prepared by a sol-gel method. *Comptes Rendus CHIMIE*, 9 301–306.

Srivastava, A.K.; Agnihotry, S.A.; y Deepa, M. (2006). Sol-gel derived tungsten oxide films with pseudocubic triclinic nanorods and nanoparticles. *Thin Solid Films*, 515 1419 – 1423.

Tsolov-Ivanov, Peter (2004). Design, fabrication and characterization of thick-film gas sensors. Universitat Rovira i Virgili. Departament d'enginyeria electrònica, elèctrica i automàtica.

Este documento se debe citar como:

Acosta Díaz, M., Vales Pinzón, C. y Riech Méndez, I. (2009). **Películas delgadas de WO_3 por sol-gel: propiedades estructurales y morfológicas.** *Ingeniería, Revista Académica de la FI-UADY*, 13-3, pp. 29-38, ISSN: 1665-529X.