

Complexos bimetálicos do tipo oxamato como precursores de óxidos nanométricos em matriz mesoporosa.

Lucas H. G. Kalinke¹ (PQ), Humberto O. Stumpf² (PQ), Ítalo O. Mazali³ (PQ), Danielle Cangussu^{4*} (PQ)

¹Instituto Federal de Goiás – Câmpus Anápolis – IFG, Anápolis – GO, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Belo Horizonte – MG, Brasil

³Instituto de Química, Universidade de Campinas – UNICAMP, Campinas – SP, Brasil

⁴Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás – UFG, Goiânia – GO, Brasil

Palavras Chave: oxamato, óxidos, nanoestruturas

Introdução

Nanopartículas de metais, óxidos metálicos e semicondutores têm sido materiais de grande interesse devido a suas propriedades em relação ao sólido em massa e sua potencial aplicação. [1] Um dos desafios da obtenção de nanopartículas é o controle do tamanho que influencia diretamente nas propriedades do material. A utilização de matrizes mesoporosas para suporte é interessante, pois restringem o crescimento das nanopartículas. Complexos metálicos, incorporados nos poros da matriz porosa, atuam como *single source* na obtenção de óxidos de metais de transição.

Resultados e Discussão

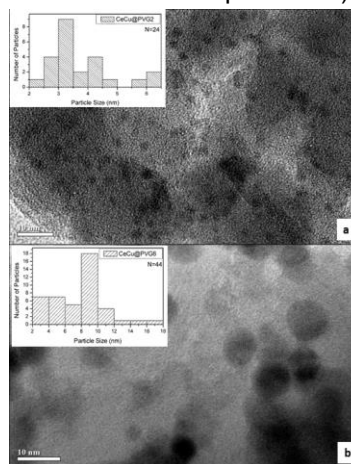
Os materiais foram preparados por ciclos de impregnação-decomposição (CID) na matriz de vidro poroso Vycor (PVG). O complexo precursor $[\text{NBu}_4]_2[\text{Cu}(\text{opba})]$, onde *opba* = *o*-fenilenobisoxamato, foi impregnado no PVG e em seguida foi feita a reação com o segundo íon metálico (Co^{2+} ou Ce^{3+}) seguido da calcinação. Foram realizados 10 CID's e os materiais foram caracterizados por difração de raios X (DRX), espectroscopia Raman, refletância difusa UV-Vis e microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Para os materiais CoCu@PVG , as medidas de DRX mostram a formação da solução sólida de $(\text{Cu}_{0,3}\text{Co}_{0,7})\text{Co}_2\text{O}_4$. As bandas Raman características da estrutura Co_3O_4 e a ausência de bandas Raman características do CuO_x confirmam que os íons Cu^{2+} ocupam as posições tetraédricas da cobaltita. As imagens de MET apresentam uma estreita distribuição no tamanho das partículas, apresentando diâmetro médio de 9 nm após 8 CID's.

Para os materiais CeCu@PVG só foram observados picos de difração nas amostras com 10 CID's informando a formação da mistura de CuO e CeO_2 . As imagens de MET mostram o crescimento das partículas com o aumento dos CID's; os diâmetros médios foram de 4 nm e 8 nm para 2 e 6 CID's respectivamente. Os espectros Raman

apresentam as bandas características do CeO_2 e do CuO . A presença da banda em 613 cm^{-1} sugere a formação de vacâncias de oxigênio na estrutura do CeO_2 devido à inclusão de Cu^{2+} na estrutura e a defeitos estequiométricos da estrutura do CeO_2 . Os espectros UV-Vis apresentam um deslocamento da banda de absorção em 300 nm sugerindo que as partículas encontram-se em regime de confinamento quântico.

Figura 1 – Imagens de MET para (a) CeCu@PVG2 e (b) CeCu@PVG6 . (Inset: histograma de distribuição de tamanhos das partículas).



Conclusões

Este trabalho apresentou os complexos bimetálicos com ligantes do tipo oxamato como fontes apropriadas para síntese de óxidos metálicos confinado em matrizes porosas, sendo essa uma metodologia viável para síntese de óxidos mistos com controle de tamanho e possibilitando os estudos das propriedades óticas e magnéticas.

Agradecimentos

IFG, UFG, UINCAMP, Capes, CNPq, FAPEG.

¹ Scholl, J. A.; Koh, A. L. e Dionne, J. A. Nature. 2012, 483, 421.