

Precipitação ácida de trióxido de tungstênio: condições ótimas de obtenção e caracterização.

Douglas Philip Martinez Saraiva^{1*} (IC), Marco Aurélio Cebim¹ (PQ)

¹Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista Julio de Mesquita Filho (UNESP) - Araraquara

*DM.Saraiva@live.com

Palavras Chave: Trióxido de tungstênio, precipitação ácida, espectroscopia.

Introdução

Os óxidos de tungstênio tem sido muito estudados como fotocatalisador na oxidação de compostos orgânicos¹ e inorgânicos, como filmes eletrocromáticos² em janelas inteligentes e em painéis solares³. Na última década o número de trabalhos relacionado aos óxidos de tungstênio tem aumentado, quase duplicado. O presente estudo busca as condições ótimas de obtenção do óxido de tungstênio(VI) variando a concentração de ácido nítrico e a temperatura de calcinação do precursor. Serão estudadas as propriedades espectroscópicas e estruturais do trióxido de tungstênio.

Resultados e Discussão

As amostras de trióxido de tungstênio foram preparadas por precipitação com tungstato de sódio e ácido nítrico em concentrações de 0,142 e 0,852 mol L⁻¹ e calcinadas a 600 e 800°C por duas horas, sendo então levadas a um período de maturação de 70 horas ao abrigo da luz. Durante o processo de obtenção do óxido de tungstênio(VI) foi observada pela coloração azulada, a formação de provável óxido não estequiométrico, correlacionado a exposição do precursor à radiação solar. Foi observado também que a formação desta fase secundária ocorre apenas em concentrações mais reduzidas de ácido nítrico, abaixo de 0,250 mol L⁻¹, sendo a exposição à radiação solar um fator decisivo. Uma tentativa de separar as fases por centrifugação foi realizada isolando-se a fase azul dispersa. As amostras do precursor do óxido de interesse calcinadas a 600°C por duas horas apresentaram muitos dos modos vibracionais relacionados aos hidratos de trióxido de tungstênio (194, 174, 150 cm⁻¹)⁴ nos espectros vibracionais de espalhamento Raman (**Figura 1**), o que sugere que nem toda água foi eliminada. Já quando estas foram calcinadas a 800°C também por duas horas a maioria destes picos comuns para os hidratos desapareceram. O aumento da temperatura de calcinação de 600 para 800°C levou a uma maior cristalinidade, alterando também a coloração de amarela das fases hidratadas, para verde-amarelada, característica do óxido anidro. Embora a concentração de ácido nítrico, durante a precipitação, ter grande influência na quantidade da fase espúria azul formada, esta não apresentou

interferência significativa nos espectros de espalhamento Raman da fase calcinada.

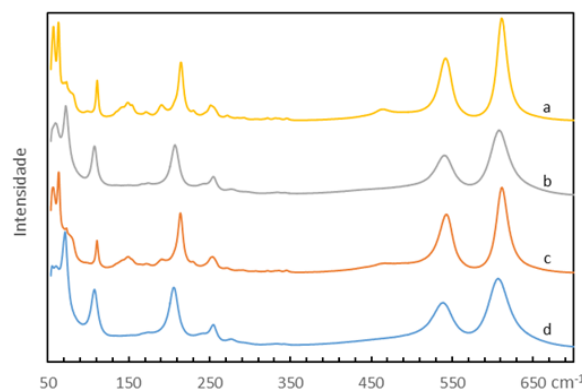


FIGURA 1- Espectros vibracionais de espalhamento Raman das amostras preparadas em meio de ácido nítrico 0,142 mol L⁻¹ (a,b) ou 0,852 mol L⁻¹ (c,d) e calcinadas a 600°C (a,c) ou 800°C (b,d).

As análises por difração de raios X indicaram a formação do trióxido de tungstênio e de uma fase minoritária de óxido de tungstênio não-estequiométrico, chamados de *heteropolyblues*. Estes óxidos apresentam propriedades fotocromáticas. Por espectroscopia de refletância difusa no UV-Vis, são observadas bandas largas na região do amarelo-vermelho do espectro eletromagnético (centradas em 570 nm).

Conclusões

Dentre as variáveis examinadas, a concentração de ácido nítrico e a exposição a luz solar são as que apresentam o maior efeito na formação da fase espúria azulada. Já a temperatura de calcinação é a que mais interfere na formação da fase de interesse, o trióxido de tungstênio anidro.

Agradecimentos

FAPESP e CNPq. DPMS agradece a FAPESP pela bolsa de IC concedida.

¹ VILLA, K et al. *Catalysis Communications*, 2015, Vol 58 pp 200-203.

² HEPEL, M. et al. *J. Solid State Electrochem.*, 2014, Vol 18 pp 1251.

³ SIMCHI H. et al. *J. Alloys and Compounds*, 2014, Vol 617 pp 609.

⁴ DANIEL M. F. et al. *J. Solid State Chem.*, 1987, Vol 67 pp 235-247.