

Preparação de Nanobastões de Óxido de Tungstênio

Luciana Lima Vieira* (PG), Odair P. Ferreira (PQ) , Oswaldo Luiz Alves (PQ)

Laboratório de Química do Estado Sólido-LQES, Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil. *luvieira@iqm.unicamp.br; <http://lqes.iqm.unicamp.br>

Palavras Chave: Óxido de tungstênio, nanobastões

Introdução

Nanopartículas de óxido de tungstênio têm atraído muito interesse devido seu potencial uso como catalisador, componentes ópticos especiais e fontes de emissão de campo. Em particular, WO_{3-x} ($x = 0$) unidimensional (1D) também podem ser utilizados como precursores eficientes para a obtenção de nanotubos inorgânicos (IN) de WS_2 , a partir de reações de sulfidização.

No entanto, a maior parte dos métodos de síntese reportados na literatura para a preparação de nanobastões de WO_{3-x} é limitada a métodos sob altas temperaturas, em fase gasosa, ou reações gás-sólido. Para produção em larga-escala destas nanopartículas ainda precisam ser desenvolvidos métodos que utilizam temperaturas menores e precursores e solventes de baixo-custo.¹

Neste trabalho, é descrito uma rota inorgânica simples para a preparação de nanobastões de $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ utilizando solução aquosa.

Resultados e Discussão

Para a preparação dos nanobastões de WO_{3-x} , 30 mL de ácido clorídrico 3 mol.L⁻¹ foram gotejados em 30 mL de uma solução de Na_2WO_4 0,125 mol.L⁻¹. Um precipitado amarelo de $\text{H}_2\text{WO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ aparece gradualmente. A mistura é vigorosamente agitada por 15 minutos, seguido de centrifugação (3000 rpm, 5 min). Após, adiciona-se 60 mL de água deionizada e 0-30 g de Na_2SO_4 ao precipitado. A mistura é novamente agitada por 2 h, transferida para uma autoclave de Teflon de 90 mL e aquecida a 180°C por 16 horas. Após resfriado, o produto é separado por centrifugação e lavado com água.

A figura 1 mostra os padrões de difração de raio-x (DRX) das amostras sintetizadas com diferentes quantidades de sulfato. A figura 2 mostra as imagens SEM dos produtos obtidos.

Observa-se que o sulfato de sódio exerce influência tanto no controle da fase, quanto da morfologia do produto final. Na ausência de Na_2SO_4 , é formado WO_3 triclinico, com morfologia de placas (Figura 2b).

Quando 5 g de Na_2SO_4 é adicionado, obtém-se WO_3 hexagonal. A partir de 10 g do sal, apenas $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ monoclinico é obtido com morfologia de bastões.

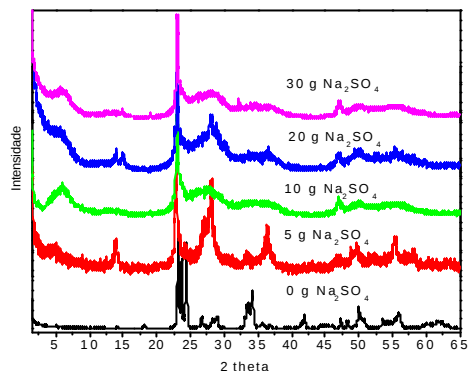


Figura 1. DRX das amostras com 0-30g de Na_2SO_4

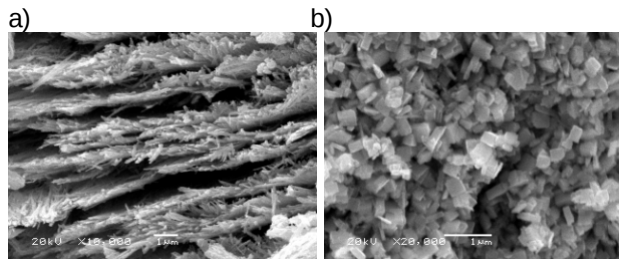


Figura 2. MEV das amostras com: a) 20 g e b) 0 g

Apesar do mecanismo de formação dos $\text{W}_{18}\text{O}_{49}$ 1D ainda não ser bem conhecido, o efeito do sulfato de sódio foi claramente demonstrado no controle de morfologia e fase desses compostos. A formação dos nanobastões pode ser devido a um efeito de superfície, onde os íons sulfato adsorvem em uma superfície preferencial do cristal em formação, induzindo ao crescimento da nanopartícula em uma direção específica, ou então, o crescimento preferencial seria devido a um efeito de força iônica das espécies em solução. Um estudo sistemático está sendo realizado para o entendimento de quais destes dois mecanismos dominam a formação dos nanobastões.

Conclusões

Uma rota de síntese de nanobastões de óxidos de tungstênio foi estudada e a importância do sulfato de sódio no controle de fase e morfologia do óxidos foi demonstrada. Esses produtos podem ser utilizados como template para outros tipos de materiais 1D.

Agradecimentos

Fapesp, CNPq e ao Instituto do Milênio de Materiais Complexos (IM²C)

¹ Wen, X. L. e Zeng, H. C. *J. Inorg. Chem.* **2003**, 42, 6169.