

Obtenção e caracterização de MoO_{3-x} com diferentes morfologias a partir da decomposição térmica do 2-etilhexanoato de molibdênio (VI).

Elias de B. Santos¹ (PG), Ítalo O. Mazali^{1,*} (PQ).

e-mail; mazali@iqm.unicamp.br

Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Caixa Postal 6154, Universidade Estadual de Campinas, CEP 13083-970, Campinas – SP, Brasil.

Palavras Chave: Óxido de molibdênio, Estruturas morfológicas, Espectroscopia Raman.

Introdução

Os óxidos de molibdênio são de grande interesse tecnológico e têm sido usados em catálise, no sensoriamento de gases, etc.¹ A morfologia, a cristalinidade e a estequiometria dos mesmos podem ser influenciadas pelas condições de preparação.² Como estes óxidos podem assumir diferentes formas, o que pode influenciar nas suas propriedades físico-químicas, um estudo detalhado das suas condições de preparação é de grande importância. Neste trabalho foi feita a obtenção direta de MoO_{3-x} ($2 < X < 3$), a partir da decomposição do 2-etilhexanoato de molibdênio, em diferentes atmosferas e temperaturas em forno tubular, e caracterização por Difração de Raios X (XRD), Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) e Espectroscopia Raman.

Resultados e Discussão

As micrografias SEM, Figura 1, ilustram a influência das diferentes condições de preparação sobre a morfologia das amostras preparadas.

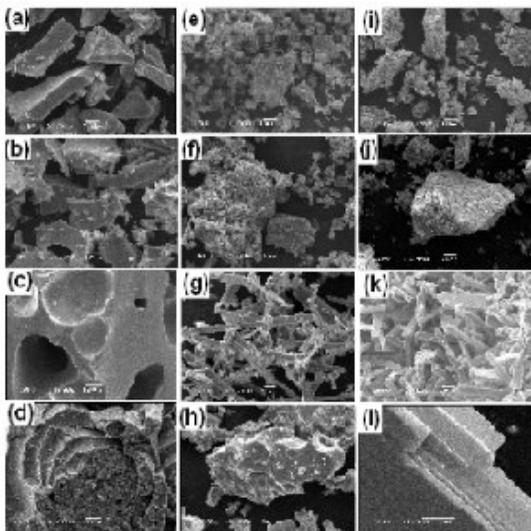


Figura 1. MoO_{3-x} em diferentes atmosferas e temperaturas (500, 600, 700 e 800°C de cima para baixo): (a) a (d) fluxo de nitrogênio, (e) a (h) ar estático, (i) a (l) fluxo de ar sintético.

Em geral, uma maior temperatura de preparação e uma atmosfera rica em oxigênio favorecem a formação de estruturas morfológicas na forma de placas e com crescimento orientado.

As amostras obtidas em atmosfera de N_2 apresentam cor preta, característica de óxido de molibdênio com deficiência de oxigênio, o que está de acordo com o padrão de raios X e os espectros Raman das amostras. A partir dos padrões de XRD observa-se que as amostras de MoO_{3-x} apresentam-se mais cristalinas quanto maior é a temperatura, mas todas são não-estequiométricas ($2 < X < 3$). Entretanto as amostras obtidas em atmosfera de ar estático e em ar sintético apresentam cores diferentes. Estas variam de cinza (500°C), amarelo pálido (600 e 700°C) a cristais incolores (800°C). Todos os padrões de difração de raios X destas amostras são similares aos padrões do MoO_3 ortorrômbico.² A morfologia de placas dos óxidos contribuem para uma maior intensidade das linhas de difração (0k0) associadas com os planos basais do MoO_3 devido a orientação preferencial, especialmente nas amostras obtidas em ar estático e em ar sintético a 800°C. Os espectros Raman destas amostras também dão forte indicio da formação de óxido de molibdênio ortorrômbico, mas com diferentes fases com a elevação da temperatura e ainda não-estequiométricos com $X < 2,94$.

Conclusões

Os resultados descritos acima indicam que as condições de preparação tiveram forte influência na morfologia e na estequiometria do MoO_{3-x} . A formação de estruturas morfológicas na forma de placas é favorecida com o aumento da temperatura e em atmosfera rica em oxigênio.

Agradecimentos

A FAPESP pela bolsa de doutorado e ao Instituto de Química da Unicamp.

¹ Atuchin, V. V.; Gavrilova, T. A.; Kostrovsky, V. G.; Pokrovsky, L. D.; Troitskaia, I. B. *Inorg. Mater.* **2008**, 44, 622.

² Dieterle, M.; Weinberg, G.; Mestl, G. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2002**, 4, 812.