

Nanopartículas de MoO₃ com diâmetro controlado dispersas em matriz vítrea mesoporosa.

Elias de B. Santos (PG) e Ítalo O. Mazali* (PQ).

Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Caixa Postal 6154, Universidade Estadual de Campinas, CEP 13083-970, Campinas – SP, Brasil. e-mail: mazali@iqm.unicamp.br.

Palavras Chave: MOD, Óxidos semicondutores, α -MoO₃, XRD, Espectroscopia Raman, HRTEM.

Introdução

Óxidos semicondutores são de extrema importância científica e tecnológica devido as suas várias possibilidades de aplicações.^{1,2} Dentre estes, o óxido de molibdênio têm sido alvo de muitos estudos, principalmente na fase α -MoO₃, devido ao seu potencial desempenho em catálise, no sensoriamento de gases, na construção de microbaterias, entre outras.¹⁻³ Neste contexto, a síntese de óxidos na escala nanométrica, muitas vezes suportados em matrizes de sílica, tem sido objetivo de muitos trabalhos de pesquisa.^{2,3} No presente trabalho foram sintetizadas nanopartículas de MoO₃, pelo método de decomposição de precursores metalorgânicos (MOD), dispersas em vidro poroso Vycor® (PVG), a partir de vários ciclos de impregnação e posterior decomposição (CID), do precursor 2-(etil)-hexanoato de molibdênio (VI). O material resultante foi caracterizado por difração de raios X (XRD), espectroscopia Raman, espectroscopia de refletância difusa (DRS) e microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM).

Resultados e Discussão

A pesagem das peças de PVG, contendo nanopartículas de MoO₃, após cada CID, permitiu monitorar o ganho de massa deste óxido. O mesmo apresentou comportamento linear, coerente com a deposição camada por camada, resultando nos materiais PVG/xMoO₃ (x = 3, 5 e 7 CID). Para 7CID o ganho de massa foi 2,1%. A variação no número de CID, levando a diferentes ganhos de massa, permite obter partículas com diâmetros variáveis.

Os dados de XRD, obtidos na linha de luz XPD-10B do LNLS, e Raman indicam que o óxido de molibdênio formado, na temperatura de 550 °C e 8h de decomposição térmica do precursor, encontra-se na fase α -MoO₃, estrutura ortorrômbica (JCPDF2 33-5076). Isto é confirmado pelo padrão de XRD (Figura 1(a)), característico desta fase, identificado junto com a presença do halo vítreo do PVG. Além disso, observa-se nos espectros Raman bandas em 995, 820 e 285 cm⁻¹, atribuídas ao estiramento assimétrico Mo=O, ao estiramento simétrico Mo-O-Mo e a deformação Mo=O, respectivamente, características desta fase.⁴ Este

resultado é muito importante, pois mostra que a metodologia de síntese permite estabilizar a fase α -MoO₃, a qual é uma fase metaestável do óxido de molibdênio. A partir dos dados obtidos nas medidas de DRS foi determinado o valor da banda proibida, o qual foi 3,32 eV. Este resultado sugere que as nanopartículas de α -MoO₃ dentro do PVG estão sob efeito de confinamento quântico por tamanho, visto que este valor para o material *bulk* é 2,90 eV.⁴

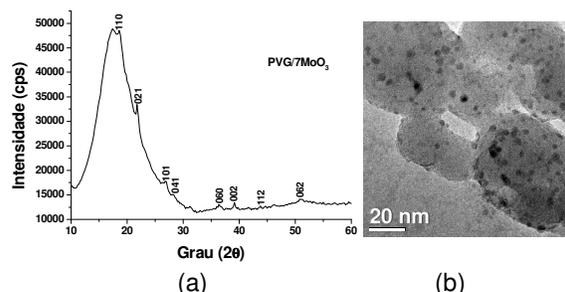


Figura 1. (a) XRD e (b) HRTEM do PVG/7MoO₃.

Das imagens de HRTEM, obtidas no microscópio eletrônico de transmissão de alta resolução do LNLS, observa-se que as nanopartículas crescem de forma dispersa dentro do PVG (Figura 1(b)), apresentam diâmetro médio de 4,2 nm, simetria esférica e apresentam-se cristalinas.

Conclusões

Os resultados descritos acima mostram que as nanopartículas de óxido de molibdênio, sintetizadas via MOD, estão na fase α -MoO₃, com dimensões nanométricas e são cristalinas. A metodologia de CID permitiu controlar o diâmetro das partículas estabilizadas nos poros do PVG.

Agradecimentos

A FAPESP pela bolsa de doutorado, ao IQ/Unicamp, ao LNLS pelo uso da linha de luz XPD-10B e do HRTEM, e ao LEM/IQ/USP.

¹ Sberveglieri, G. et al. *Progress Mater. Sci.* **2009**, 54, 1-67.

² Bragado, G. A. C., Yacamán, M. J. *Appl. Phys. A* **2006**, 82, 19.

³ Klimova, T. et al. *Catal. Today* **2008**, 130, 292.

⁴ Dieterle, M. et al. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2002**, 4, 812.