



Preparação e Caracterização de Molibdato de Estrôncio Através do Método Microondas Hidrotermal

Gerlanio Lopes Cordeiro¹, Edinaira Deodato Nunes², Arthur Francisco de Paiva Alcântara³, Vicente de Sousa Marques³

1 Graduando em Química – IFSERTÃO PERNAMBUCANO/Campus Ouricuri . Bolsista PIBIC. gerlaniolopes@bol.com.br

2 Técnica do Laboratório de Química – IFSERTÃO PERNAMBUCANO/Campus Ouricuri. edinaira.deodato@ifsertao-pe.edu.br

3 Professor EBTT – IFSERTÃO PERNAMBUCANO/Campus Ouricuri. vicente.sousa@ifsertao-pe.edu.br

Resumo: Atualmente vários estudos estão focados na preparação de materiais cerâmicos com elevado grau de pureza e propriedades únicas, as quais apresentam alto potencial tecnológico.. Neste artigo, cristais de molibdato de estrôncio (SrMoO_4) (meso e nanocristais) foram sintetizados pelo método da coprecipitação usando diferentes relações de solventes (água/etileno glicol). Subsequentemente a suspensão obtida foi processada em um sistema microondas hidrotermal a 140°C por 1 hora. Para verificar a organização estrutural do material foi utilizada a técnica de Difração de Raios X e análise dos parâmetros de rede. Os testes padrões de Raios X mostraram que o material apresenta uma organização estrutural a longa e média faixa, sendo que o mesmo apresenta estrutura tetragonal do tipo sheelita, sem a presença de fase secundária. Os parâmetros de rede mostram que os parâmetros obtidos neste trabalho estão de acordo com os citados na literatura, sendo que existem algumas variações as quais podem estar relacionadas ao método de síntese, condições experimentais e relações volumétricas (água/etileno glicol).

Palavras – chave: molibdato de estrôncio, método de coprecipitação e microonda hidrotermal

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas vem ocorrendo um enorme avanço na tecnologia para miniaturização de equipamentos eletrônicos. Existe uma busca por novos materiais, com altos valores e propriedades únicas (elétricas, ópticas e etc.) para que desta forma seja possível o desenvolvimento de equipamentos com tamanhos reduzidos e com alta densidade de armazenamento de dados. Dentre os materiais com alta constante dielétrica, deve-se dar destaque especial para óxidos mistos com estrutura do tipo sheelita (LEI, et al., 2001).

Em anos recentes, tungstenios e molibdenios são materiais que tem atraído o interesse de muitos campos da tecnologia e áreas científicas devido a seu alto potencial para aplicações industriais, incluindo a fabricação de fibras ópticas, sensores de umidade, catalisadores, cintiladores, laser no estado sólido, dispositivos fotoluminescentes (THONGTEM, et. al., 2010).

Diferentes métodos de sínteses têm sido utilizados para a formação desses óxidos cerâmicos, dentre eles podemos incluir: reação no estado sólido (BRANKOVIC, et al., 2007), sais fundidos (KAR, et al., 2008), reação de conversão de micro cristais (SAITO, et al., 2008). Entretanto, esses métodos apresentam algumas desvantagens tais como: formação de fase secundária, contaminação por impurezas, altas temperaturas de tratamento térmico, longos tempos de processamento e uma não distribuição uniforme de partículas.

Em termos de rotas de síntese, os sistemas hidrotérmicos associados ao método da coprecipitação têm recebido especial atenção da comunidade científica por causa da versatilidade nos processos de formação e cristalização de óxidos cerâmicos em baixas temperaturas (de 100°C a 250°C) (SCZANCOSKI, et al., 2008; NIU, et al., 2011; SUN, et. al., 2011;). Além dos custos reduzidos e ambientalmente corretos, esses métodos são capazes de permitir um controle sobre as morfologias e os tamanhos de partícula (THONGTEM, et. al., 2010;). Por isso, nesta pesquisa, o objetivo deste trabalho é sintetizar pós de SrMoO_4 pelo método da coprecipitação e processá-los em sistema de microondas hidrotermal a 140°C por 1 h, avaliar a organização estrutural do material por difração de Raios X.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós de SrMoO_4 nanocristalinos foram sintetizados pelo método da coprecipitação com diferentes proporções de água (H_2O) e etileno glicol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) e processado em um sistema de microondas hidrotermal. Todos os precursores utilizados nas sínteses dos pigmentos de SrMoO_4 são de grau analítico. Suas fórmulas químicas, bem como fornecedores e respectivos níveis de pureza são resumidas na Tabela 01.

TABELA 01 - Reagentes utilizados na síntese do SrMoO_4

Reagentes	Fórmulas	Fornecedores	Pureza (%)*
Ácido Molibidico	H_2MoO_4	Aldrich	85%
Etileno Glicol	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	J.T. Baker	99,5%
Nitrato de Estrôncio	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	Aldrich	99,5%
Hidróxido de amônia	NH_4OH	Mallinckrodt	30%

Para realização dessa síntese foram misturados 0,0025 mol de ácido molibídico e 0,0025 mol de nitrato de estrôncio $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ e dissolvidos em diferentes proporções de água e etileno glicol (100% H_2O ; 75% H_2O / 25% $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$; 50% H_2O / 50% $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$; 25% H_2O / 75% $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ e 100% $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) em volume total. O pH da solução foi ajustado para 10 com a adição de 5 mL de hidróxido de amônia para garantir a precipitação quantitativa dos materiais precursores. A mistura resultante foi submetida à agitação magnética à temperatura ambiente. Em seguida, o conteúdo foi transferido para um reator de Teflon, que por sua vez foi colocado dentro de do sistema de microondas hidrotermal a 140°C por 1 hora (ver Figura 01). Os pós de SrMoO_4 foram analisados estruturalmente por Difração de Raios X (DRX) e análise dos parâmetros de rede.

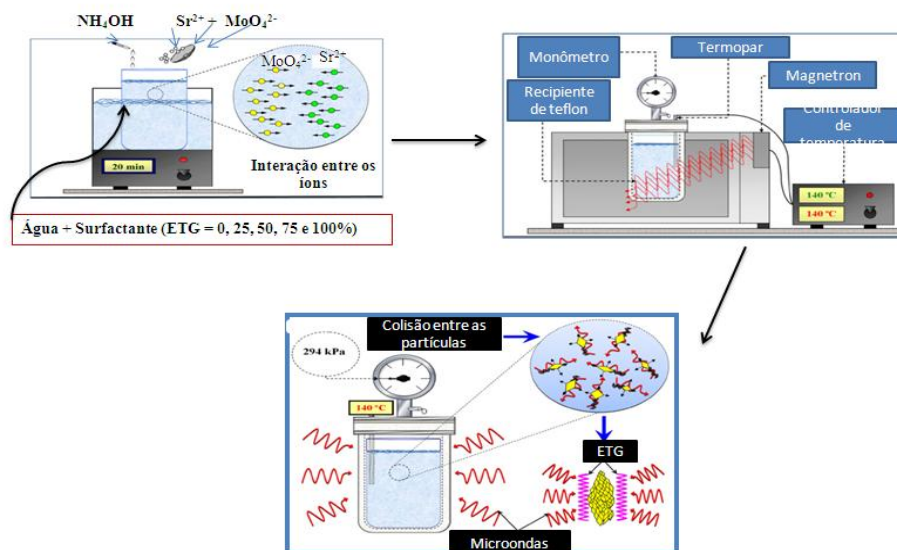


FIGURA 01- Esquema de preparação dos pós de SrMoO_4 pelo método da coprecipitação e processamento em forno microondas hidrotermal.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 02 mostra os resultados para os testes padrões de DRX dos pós de SrMoO_4 preparados com diferentes proporções de solventes ($\text{H}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) e processados em microonda hidrotermal a $140\text{ }^\circ\text{C}$ por 1 h. Todos os picos presentes no difractograma podem ser indexados na estrutura tetragonal do tipo sheelita, de acordo com o JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) card N° 29-0351. Como sabemos, a presença de picos de difração pode ser usada para avaliar a ordem estrutural a longa faixa, ou seja, a periodicidade do material. Todos os picos revelam a ausência de fase secundária, sendo os mesmos, bem definidos sugerindo assim um bom grau de organização estrutural a longa faixa.

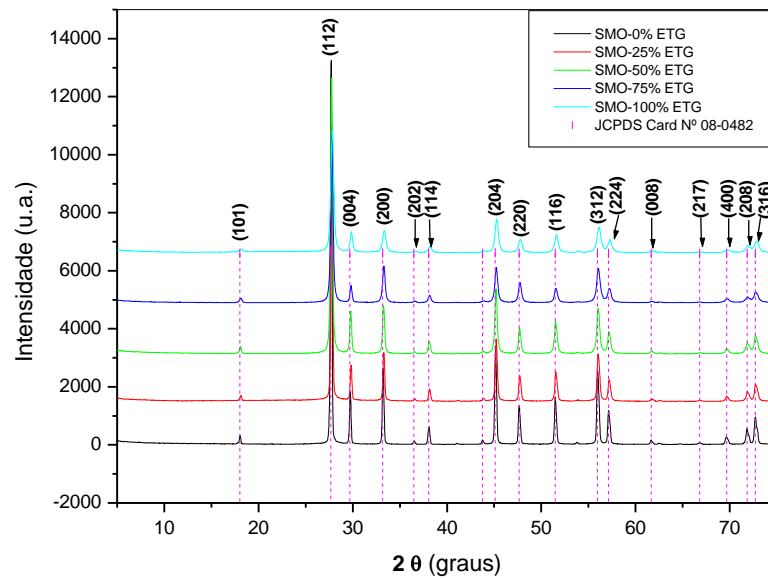


FIGURA02: DRX padrão dos pós de SrMoO_4 preparados com diferentes relações de água e etileno glicol e processados em sistema de microondas hidrotermal a $140\text{ }^\circ\text{C}$ por 1 hora.

Os parâmetros de rede experimentais foram calculados através do programa Unit Cell-97. Os valores obtidos são mostrados na Figura 03. Como pode ser visto, os parâmetros de rede obtidos neste trabalho estão de acordo com os parâmetros reportados no respectivo JCPDS card N° 29-0351. Entretanto, existem algumas variações ou diferenças nos valores obtidos. Tais variações podem estar relacionadas ao tipo de método de síntese empregado, condições experimentais (temperatura, tempo, rota de aquecimento e atmosfera) e as consequentes proporções volumétricas de água e etileno glicol nas nucleações ou crescimento das partículas.

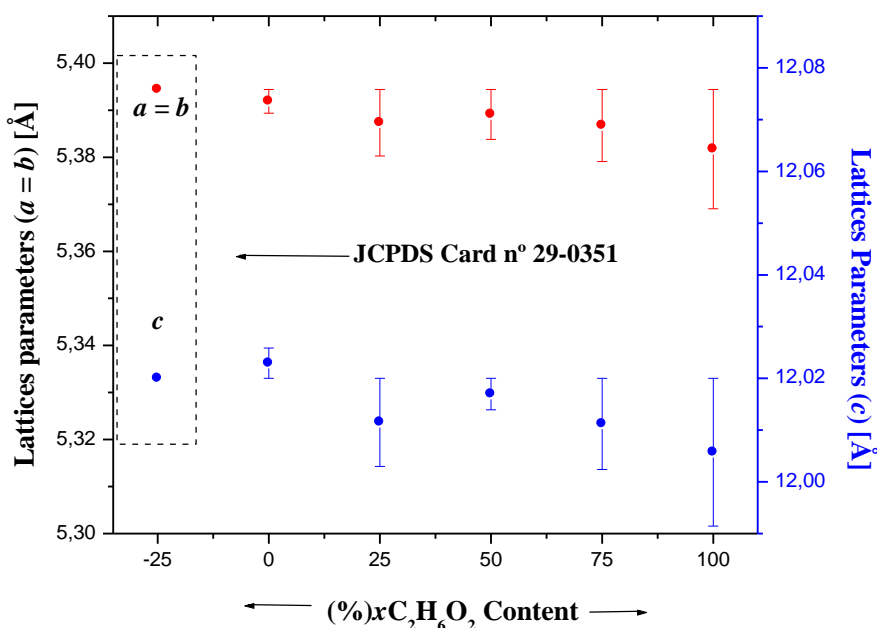


FIGURA 03: Parâmetros de rede $a = b$, e c em função das diferentes relações (água e etileno glicol). As barras verticais mostram as medidas do erro padrão.

4. CONCLUSÃO

- Os cristais de SrMoO_4 obtidos em diferentes relações de solventes (água e etileno glicol) e processado em sistema de microondas hidrotermal a 140°C por 1 hora.
- Os testes padrões de DRX indicam que os mesos e nano cristais de SrMoO_4 apresentam uma ordem estrutural a longa faixa com a presença de estrutura tetragonal do tipo sheelita livre de fase secundária.
- Os parâmetros de rede obtidos neste trabalho estão de acordo com os reportados no respectivo JCPDS card N° 29-0351.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a: LIMAV/UFPI, LIEC/ UFSCar, CAPES, IF SERTÃO PERNAMBUCANO.

6. REFERÊNCIAS

BRANKOVIC, G.; VUKOTIC, V.; BRANKOVIC, Z.; VARELA, J.A.; Investigation on possibility of mechanochemical synthesis of CaTiO_3 from different precursors. **Journal of the European Ceramic Society**. v. 27, p. 729–732, 2007.

KAR, P.; EVANS, J.W.; A model for the electrochemical reduction of metal oxides in molten salt electrolytes. **Electrochimica Acta**. v. 54, p. 835–843, 2008.

LEI, S.; PENG, X.; LI, X.; LIANG, Z.; YANG, Y.; CHENG, B.; XIAO, Y.; ZHOU, L. Controlled fabrication of SrMoO_4 hierarchical nanosheets in a surfactant-assisted nonaqueous system. **Materials Research Bulletin**. v. 46, p. 601–608, 2011

NIU, N.; YANG, P.; WANG, W.; HE, F.; GAI, S.; WANG, D.; LIN, J. Solvothermal synthesis of $\text{SrMoO}_4:\text{Ln}$ ($\text{Ln} = \text{Eu}^{3+}, \text{Tb}^{3+}, \text{Dy}^{3+}$) Nanoparticles and its photoluminescence properties at room temperature. **Materials Research Bulletin**. v. 46, p. 333–339, 2011.



SAITO, Y., TAKAO, H.; WADA, K.; Synthesis of platelike CaTiO_3 particles by a topochemical microcrystal conversion method and fabrication of textured microwave dielectric ceramics. **Ceramics International**. v. 34, p. 745–751, 2008.

SCZANCOSKI, J.C.; CAVALCANTE, L. S.; JOYA, M.R.; VARELA, J.A.; PIZANI, P.S.; LONGO, E. SrMoO_4 powders processed in microwave-hydrothermal: Synthesis, characterization and optical properties. **Chemical Engineering Journal**. v. 140, p. 632–637, 2010.

SUN, Y.; LI, C.; WANG, L.; MA, X.; ZHANG, Z.; SONG, M.; MA, P. Synthesis of SrMoO_4 microstructures by the microwave radiation assisted chelating agent method. **Cryst. Res. Technol.** v. 9, p. 973 – 978, 2011.

THONGTEM, T.; KUNGWANKUNAKORN, S.; KUNTALUE, B.; PHURUANGRAT, A.; THONGTEM, S. Luminescence and absorbance of highly crystalline CaMoO_4 , SrMoO_4 , CaWO_4 and SrWO_4 nanoparticles synthesized by co-precipitation method at room temperature. **Journal of Alloys and Compounds**. v. 506, p. 475–481, 2010.

LI, Z.; WANG, J.; ZHANG, H.; YU, H.; PAN, Z. Growth and characterization of large SrMoO_4 crystals. **Journal of Crystal Growth**. v. 318, p. 679–682, 2011.