

Síntese de Compostos à base de Molibdênio Carbídico por Decomposição de Complexos Peroxo-oxo-oxalomolibdato de Amônio.

Ariana L. Maia¹ (PG), Alexandre B. da Rocha^{1*} (PQ), Angela S. da Rocha² (PQ), Priscila T. Martinhon^{1*} (PQ) e Célia Regina S. Tamiasso¹ (PQ).

¹Programa de Pós-Graduação em Química, PGQu/UFRJ, ²Programa de Pós-Graduação em Química, PPGQ/UERJ.

*pris-martinhon@hotmail.com

Palavras-Chave: Carbetos de molibdênio, peroxocomplexos, Nitreto de molibdênio.

Introdução

O desenvolvimento de novos materiais e/ou novas rotas de sínteses de compostos com propriedades peculiares está intimamente atrelado aos avanços tecnológicos alcançados pela humanidade. O conhecimento e domínio de técnicas sintéticas de química são essenciais e tem impulsionado grupos de pesquisa a buscar soluções para os desafios encontrados. Neste sentido, é possível destacar compostos multifuncionais, como os carbeto de molibdênio, que têm propriedades químicas semelhantes às dos metais nobre, mas com custo inferior. No entanto, a obtenção destes sólidos é tradicionalmente realizada em condições severas de temperatura e/ou atmosfera redutora/carburante. O objetivo do presente trabalho foi obter materiais do tipo carbetos de molibdênio em condições mais amenas, utilizando-se o complexo diperoxo-oxo-oxalomolibdato de amônio (MOX).

Resultados e Discussão

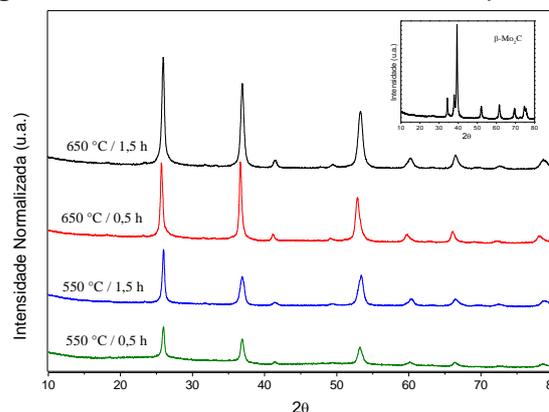
Materiais do tipo carbetos de molibdênio ou molibdênio carbídico foram obtidos a partir da decomposição térmica do peroxo-carboxo complexo MOX - $(\text{NH}_4)_2[\text{Mo}_2\text{O}_2(\text{O}_2)_2(\text{C}_2\text{O}_4)_2]$ sob atmosfera inerte, em diferentes temperaturas. O MOX foi obtido através de rota sintética adaptada, originalmente usada para obtenção de peroxocomplexos de nióbio¹, a partir do peroxocomplexo como intermediário, obtido usando-se hepatamolibdato de amônio.

Os complexos e os sólidos decompostos obtidos foram caracterizados por Espectroscopia por transformada de Fourier na Região do Infravermelho (FTIR), Difratomia de Raios X (DRX), Espectroscopia de fotoelétrons excitados por Raios X (XPS), Espectroscopia por Absorção de Raios X (XAS), Termogravimetria (TG) e Análise Elementar CHN.

O espectro de FTIR do MOX decomposto apresenta poucas bandas, diferentemente do complexo, indicando que o precursor foi decomposto nas temperaturas utilizadas, em acordo com os resultados de TG. A ausência de bandas, atribuídas a vibrações de espécies Mo-O indica não se tratar dos óxidos de molibdênio, MoO_3 nem MoO_2 . Contudo, os padrões de DRX (Fig 1) indicam fases

cristalinas típicas do MoO_2 , e não do $\beta\text{-Mo}_2\text{C}$ e, aumento de cristalinidade ao se aumentar a temperatura e tempo nesta.

Figura 1. Padrões de DRX do MOX decomposto



Os resultados de XPS e XAS indicam se tratar de materiais contendo molibdênio reduzido em diferentes ambientes químicos e a presença de carbono e nitrogênio. O CHN indica uma maior quantidade de nitrogênio do que carbono, mas ao aumentar o tempo a alta temperatura, a quantidade de N diminui.

Conclusões

A decomposição do complexo MOX gera materiais à base de molibdênio carbídico, que são sólidos na forma de pó, com granulometria não uniforme, aparência enegrecida e cristalinos. Os resultados apontam para a formação de carbinitreto de molibdênio compatível com estrutura cristalina típica do MoO_2 . Estes materiais podem ter aplicabilidade tanto na catálise quanto eletroquímica, devido a esta natureza metálica.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001 e do CNPq.

¹ Rocha, A. S.; Forrester, A. M. S.; Lachter, E. R.; Sousa-Aguiar, E. F.; Faro-Jr, A. C. **2012**, *Catal. Today*, 192, 104.