

Estudio del proceso de sulfuración de rods de óxido de Molibdeno

K.G. Guerrero-Hernández^{2*}, C. E. Ornelas-Gutiérrez¹.

Laboratorio Nacional de Nanotecnología NANOTECH, Centro de Investigación de Materiales Avanzado (CIMAV)¹.

Área Electromecánica industrial, Universidad Tecnológica de Tulancingo, Camino a Ahuehuetlilla #301, Col. Las Presas, C.P. 43642, Tulancingo, Hidalgo, México K.G. Guerrero-Hernández² *kggh9617@gmail.com

INTRODUCCIÓN

Diferentes estructuras de sulfuro de molibdeno se han sintetizado y probado en tribología [1,2]. El MoS₂ se usa como aditivo en lubricantes debido a las fuerzas de Van der Waals que existen entre sus capas deslizantes, las cuales producen bajos coeficientes de fricción. Muchas de las metodologías propuestas para obtener MoS₂ son complejas y difíciles de escalar, éstas presentan rendimientos que suelen ser bajos y a altas presiones generalmente rompen o exfolian las estructuras, perdiendo su morfología. La formación de subóxidos intermedios dificultan el proceso de sulfuración del material[3]. Debido a esto se estudiaron diferentes condiciones para sulfurar completamente estructuras de óxido de molibdeno, así como entender el efecto de las diferentes variables sobre el grado de sulfuración.

METODOLOGÍA

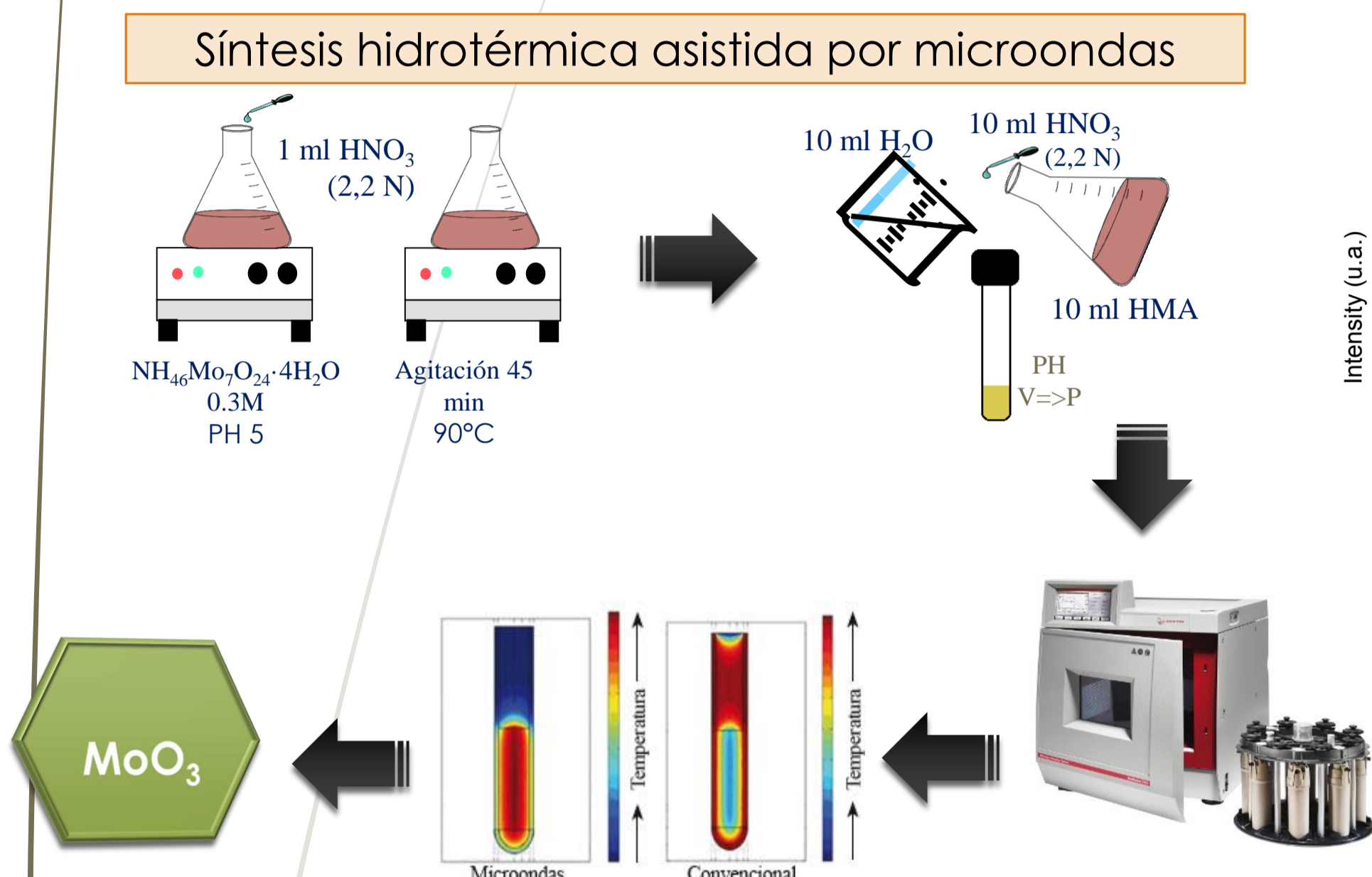


Figura 1. Metodología de la síntesis de trióxido de molibdeno fase hexagonal

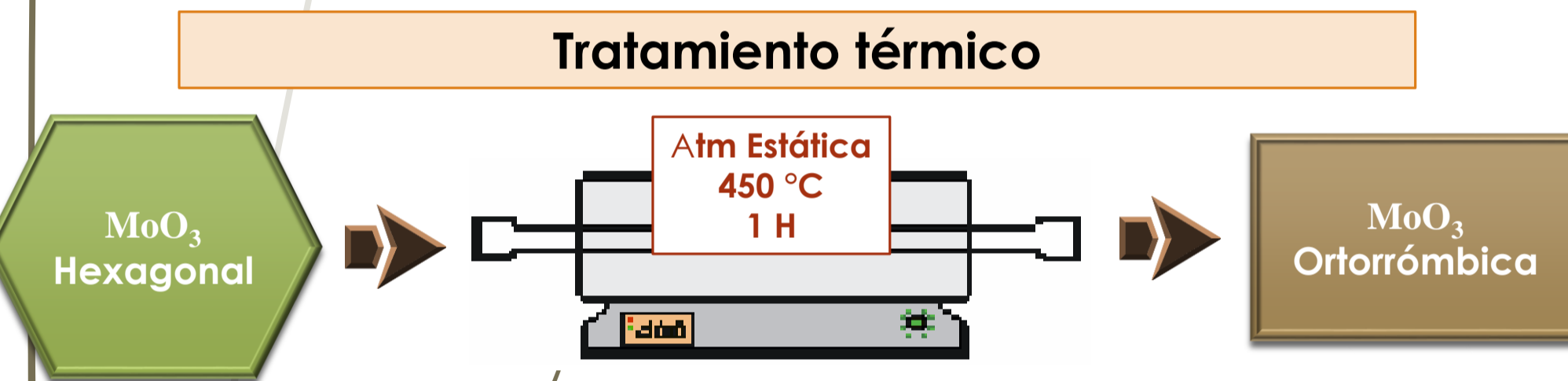


Figura 2. Esquema del tratamiento térmico para obtener MoO₃ fase ortorrómbica

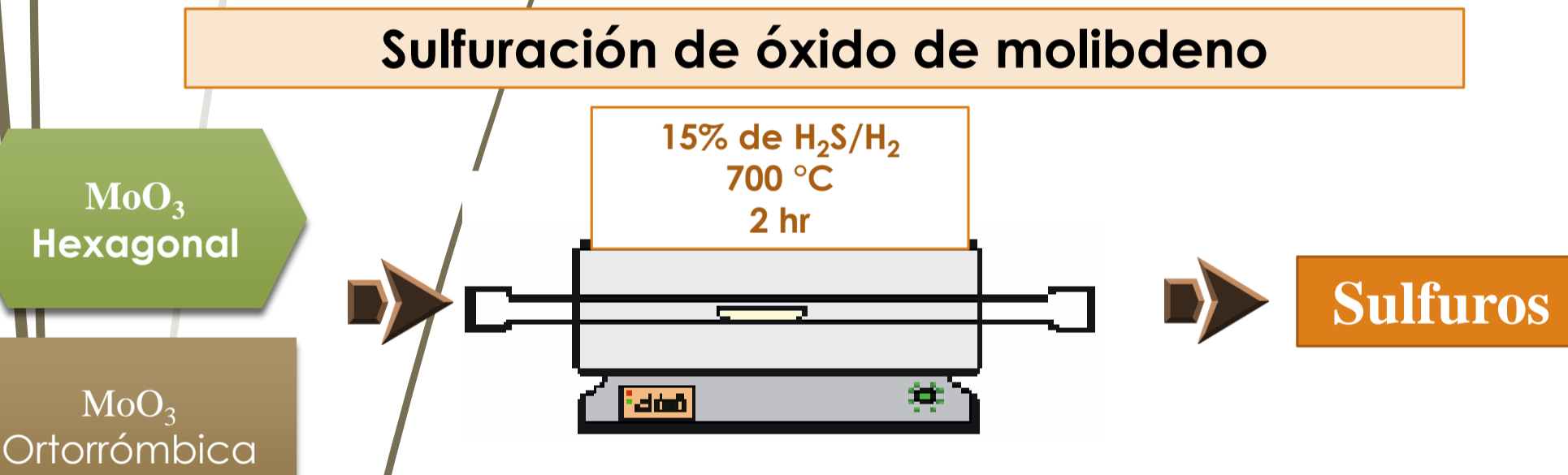
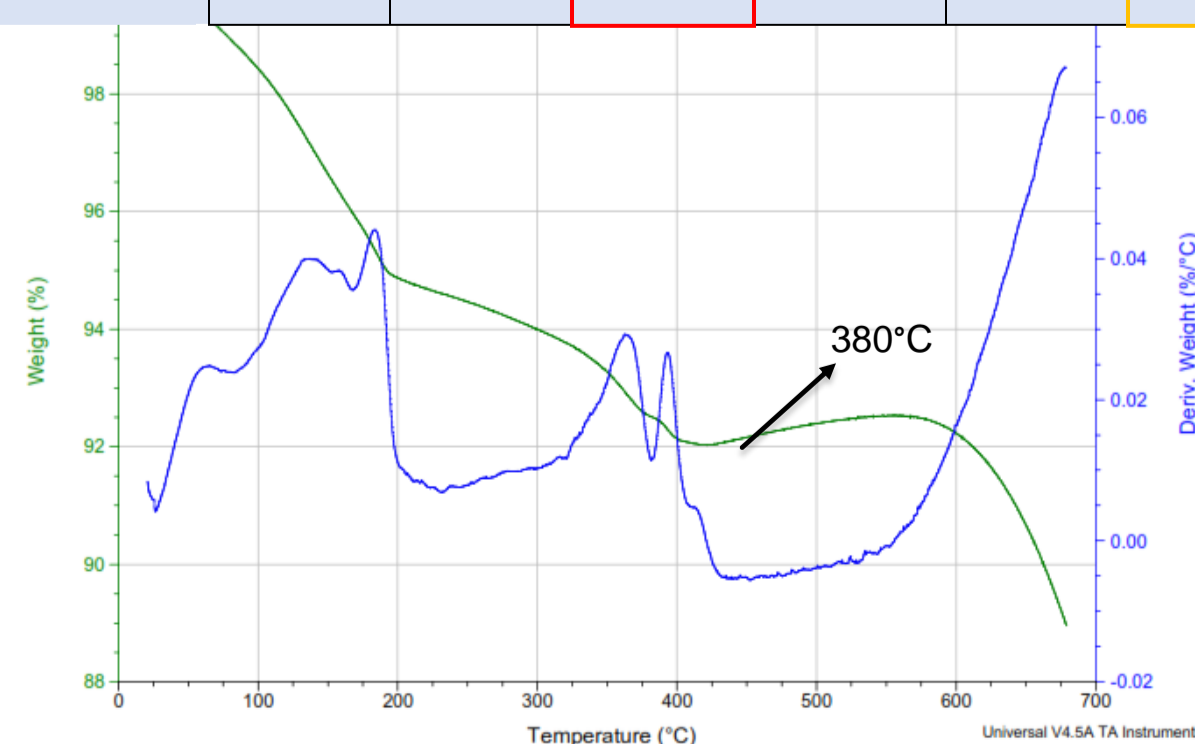


Figura 3. Esquema con el proceso de sulfuración dentro de un horno tubular

RESULTADOS

	% Porcentaje de sulfuración MoS ₂					
	MoO ₃ Hexagonal			MoO ₃ Ortorrómbica		
	500 °C	600 °C	700 °C	500 °C	600 °C	700 °C
40°C/min 2 h 15% H ₂ S/H ₂	7.4 %	21.4 %	26.6 %	6.7 %	16.3 %	20.5 %
40°C/min 2 h 15% H ₂ S/N ₂	17.7 %			12.5 %		
4°C/min 4 h 15% H ₂ S/N ₂			95.6 %			94.93 %
4°C/min 6 h 15% H ₂ S/N ₂			100 %			97.8 %
40°C/min 2 h 15% H ₂ S	15.4 %		100 %	13.5 %		95 %

a)



b)

Figura 4.- a) Tabla del porcentaje atómico de MoS₂ realizada en cada muestra de trióxido de molibdeno fase hexagonal y ortorrómbica. b) Análisis TGA- DSC a las muestras KM (MoO₃) hexagonal

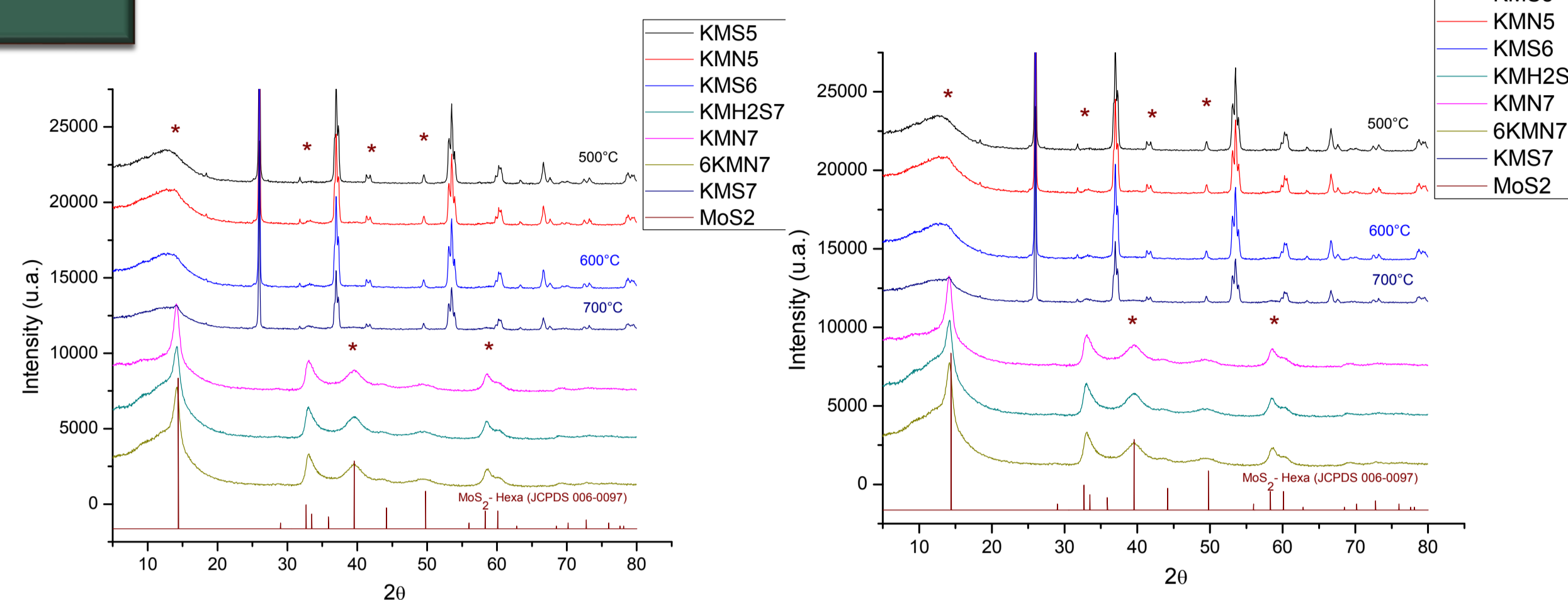


Figura 5. Análisis de DRX realizado a la muestra a) MoO₃ hexagonal b) MoO₃ ortorrómbica

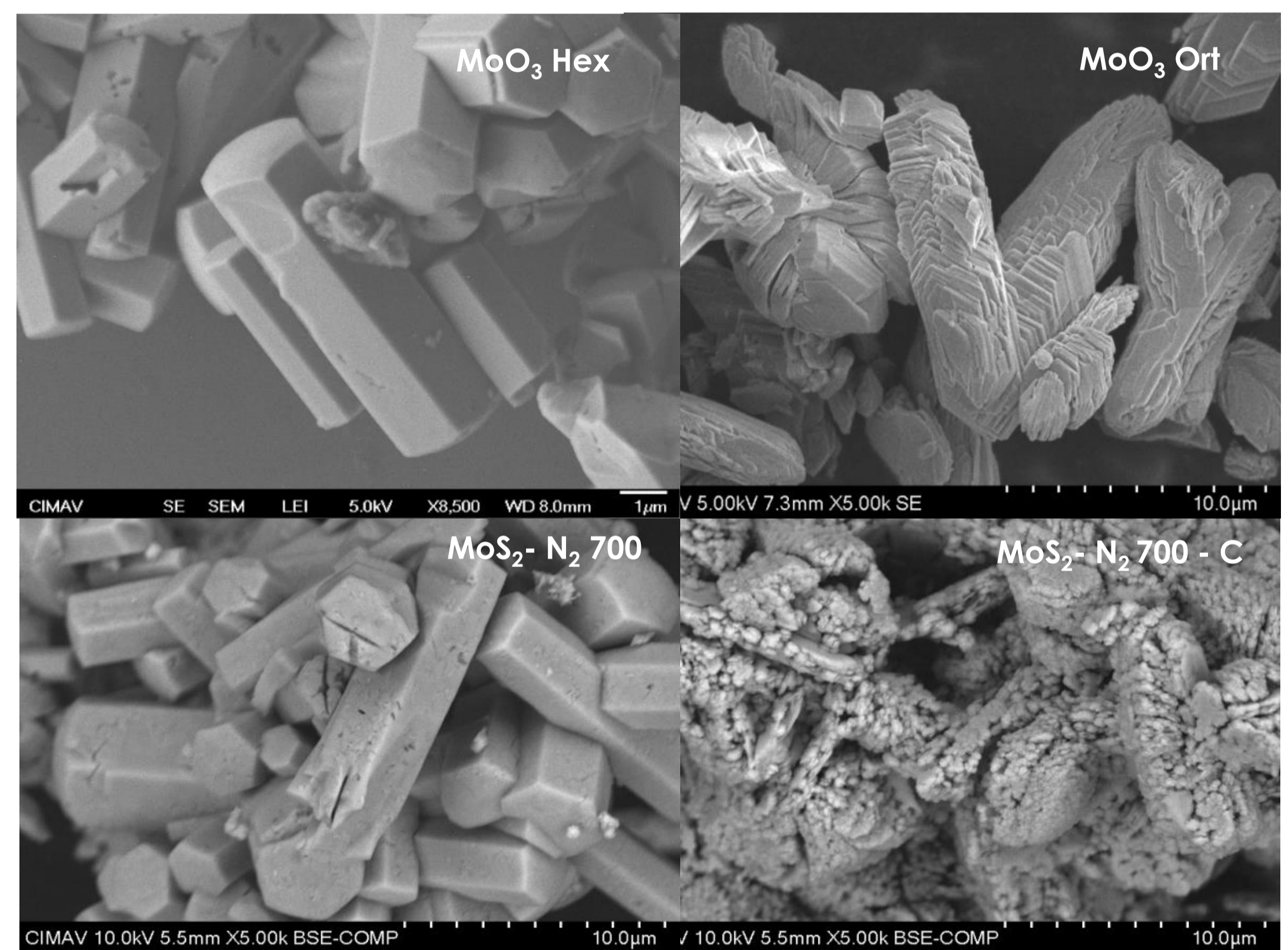


Figura 6. Análisis por SEM a 5000 x

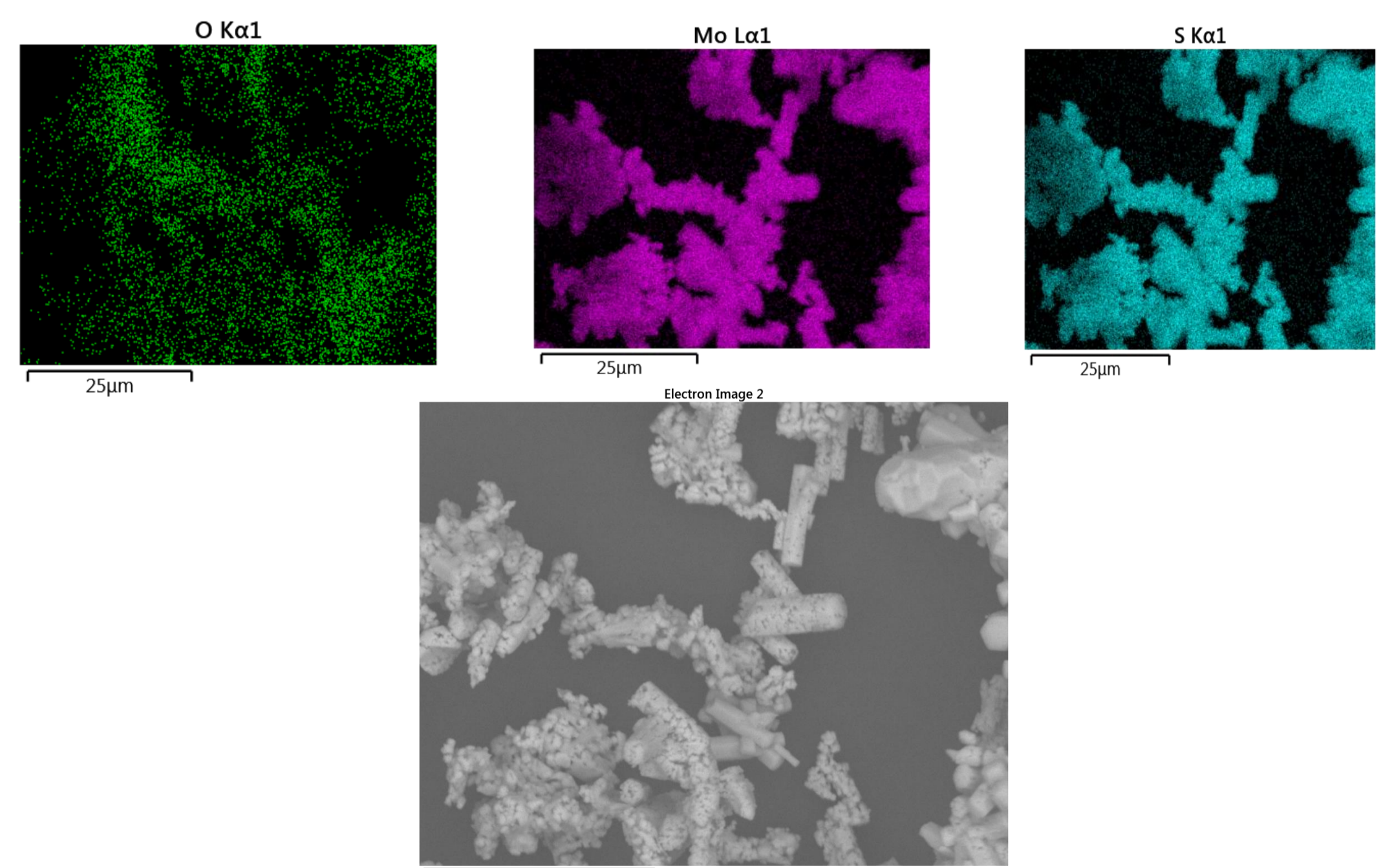


Figura 7. Análisis EDS por mapeo elemental de la muestra sulfurada a 4°C/min por 4 h en 15% H₂S/N₂

CONCLUSIONES

Con el método hidrotérmico asistido por microondas se logran sintetizar rods de MoO₃ fase hexagonal con una morfología y estructura controlada a conversiones de reacción de 98%.

Se comprobó que a 700° C y en atmósferas poco reductoras como el N₂ se obtienen sulfuraciones completas de la estructura. Una rampa elevada promueve la conservación de la morfologías de los rods sulfurados. Finalmente se concluyó que los porcentaje de sulfuración del MoO₃ fase hexagonal y ortorrómbica muestran sulfuración similar.

[1]W. Dai , B. Kheiriddin , H. Gao , H. Liang Tribol Int . 102 (2016) , pp. 88 - 98
[2]Carlos Ornelas, Francisco Paraguay-Delgado, Javier Lara-Romero, (22 June 2019). Tribological assessment of partially sulfidated molybdenum oxide. Elsevier Journal of Materials Research and Technology. 2019, junio 24. De Elsevier Base de datos.
[3]M. Santos-Beltrán, F. Paraguay-Delgado, R. García, W. Antúnez-Flores, C. Ornelas-Gutiérrez, and A. Santos-Beltrán, "Fast methylene blue removal by MoO₃ nanoparticles."

AGRADECIMIENTOS

K. G. Guerrero-Hernández agradece a CIMAV por la oportunidad y apoyo de participar en el 15° verano de la investigación, al Laboratorio Nacional de Nanotecnología, Dr. Paraguay, E. Guerrero y K. Campos así como a la presidencia municipal de Tulancingo por el apoyo económico.