

INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE SÍNTESE NAS PROPRIEDADES QUÍMICAS E ESTRUTURAIS DO FOSFATO DE NIÓBIO

Camila Faia de Sá (IC), João Célio Gervásio da Silva (PQ)

Departamento de Química Inorgânica - Instituto de Química - Universidade Federal Fluminense gqijcgs@vm.uff.br

Palavras Chave: fosfato de nióbio, síntese, aspectos químicos, aspectos estruturais

Introdução

Neste trabalho foram investigadas algumas propriedades químicas e estruturais do fosfato ácido lamelar de nióbio (V) obtido em diferentes condições. As sínteses foram realizadas por 24 h a partir de uma relação molar P/Nb = 20 no sistema reacional, empregando-se ácido fosfórico como fonte de fósforo. Como fonte de nióbio utilizou-se niobato de potássio em duas sínteses (S1 e S2). Nas outras duas (S3 e S4) foram utilizados ácido nióbico, $Nb_2O_5 \cdot nH_2O$ da CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração) e Nb_2O_5 (Aldrich) dissolvido em HF, respectivamente. Na S1 os reagentes foram submetidos a refluxo sob agitação constante¹, enquanto nas demais sínteses os reagentes foram colocados em reator com revestimento interno de teflon e aquecidos a 200°C. Na S2, avaliou-se também o produto obtido a 150°C. Todos os produtos foram lavados até pH = 4. As alterações químicas e estruturais produzidas no fosfato de nióbio foram investigadas por espectroscopia de absorção no infravermelho (IV) e difratometria de raios X (DRX). Os programas PULVER91² e XPOWDER³ foram empregados para avaliação do sistema cristalino e parâmetros de cela unitária.

Resultados e Discussão

Os espectros de IV dos produtos das sínteses S1 e S2 revelaram bandas de absorção estreitas entre 900 e 1200 cm^{-1} . No espectro da S2, as bandas atribuídas aos modos vibracionais cm^{-1} ; $\nu(PO_4)$, 1141 cm^{-1} ; $\nu(P-O)$, 1007 cm^{-1} ; $\delta(PO_4)$, 691 cm^{-1} se mostraram bem definidas, especialmente à associada ao modo $\delta(P-OH)$, 1212 cm^{-1} , sugerindo a presença de ácido fosfórico na estrutura do composto¹. Por isso, esses produtos podem ter potencial aplicação como sólidos ácidos onde a acidez de Brønsted é desejável. Nos espectros dos produtos da S3 e S4 foram observadas bandas em 1267 e 642 cm^{-1} , as quais não foram associadas ao fosfato ácido de nióbio. Nenhuma diferença significativa foi observada entre os produtos da S2 obtidos a 150 e 200°C. Essas amostras apresentaram difratogramas de raios X com perfil definido, confirmando assim a organização estrutural

observada por IV. Os resultados de difração de raios X dos produtos da S2 foram indexados para o sistema cristalino triclinico com parâmetros de cela unitária $a = 6,480(2) \text{ \AA}$, $b = 6,427(3) \text{ \AA}$, $c = 16,162(7) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,04(4)^\circ$, $\beta = 95,85(4)^\circ$ e $\gamma = 90,93(4)^\circ$. Esses resultados foram concordantes com os obtidos por Kinomura e Kumada⁴ para o fosfato ácido de nióbio, com parâmetros $a = 6,485(2) \text{ \AA}$, $b = 6,415(3) \text{ \AA}$, $c = 16,18(2) \text{ \AA}$, $\alpha = 90,11(7)^\circ$, $\beta = 95,91(5)^\circ$ e $\gamma = 90,95(5)^\circ$ (JCPDS 47-0151). Kinomura e Kumada⁴ empregaram condições hidrotérmicas com tempo de reação que variou de 5 dias até 3 meses para obtenção do produto desejado.

Conclusões

Quando comparado aos métodos descritos na literatura^{1,4}, a síntese hidrotérmica a partir da reação entre niobato de potássio e ácido fosfórico se mostrou um método interessante para a obtenção do fosfato ácido de nióbio com propriedades químicas e estruturais definidas. Estudos mais detalhados da preparação do fosfato a partir do óxido de nióbio são necessários para sua otimização e plena utilização.

Agradecimentos

À Méri Domingos Vieira pelas análises de DRX, laboratório regional de difratometria de raios X (LarE-DRX), laboratório de fluorescência de raios X e espectroscopia do GQI-UFF, CBMM (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração), Centro de Estudos Gerais da UFF e FAPERJ.

¹Da Silva, J. C. G., Vieira, M. D., Andrade, W. O., Dos Santos, A. C. B. J. Mater. Sci. **2005**, 40, 4455.

²Weber, K., Pulver Ver. 91, **1991**.

³Martin, J. D. Xpowder Ver. 2004.04.20 PRO, **2004**.

⁴Kinomura, N., Kumada, N. Inorg. Chemistry, **1990**, 29, 26, 5217.