

Síntese hidrotérmica e caracterização do sólido lamelar $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ incorporado com polióxido de etileno

João Paulo Ligabó Ferreira¹ (PG) e Herenilton Paulino Oliveira¹ (PQ).

¹Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.

Avenida Bandeirantes-3900, Departamento de Química, CEP: 14040-901.

Palavras Chave: intercalação, oxofosfato de vanádio e PEO.

Introdução

O interesse na intercalação de polímeros orgânicos em materiais hospedeiros lamelares formando estruturas híbridas inorgânica/orgânica é despertado pelo comportamento químico e físico oriundo da interação sinérgica entre os diferentes componentes. A intercalação de polióxido de etileno (PEO) associado com cátions no domínio interlamelar de estruturas inorgânicas acarreta numa melhora das propriedades elétricas da matriz. Fosfatos de vanadila, como $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, são compostos lamelares que possibilitam a intercalação de diversas espécies como polímeros orgânicos, aminas e cátions. O presente trabalho descreve uma nova rota de intercalação do PEO na matriz $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ bem como a caracterização deste novo material.

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi utilizada a matriz inorgânica lamelar oxofosfato de vanádio sintetizada pelo refluxo do pentóxido de vanádio com uma solução de ácido fosfórico, segundo o método descrito por Johnson *et al* [1]. O composto de intercalação foi preparado através da adição de 10ml de uma solução aquosa de polióxido de etileno a 0,5g de $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; solução essa preparada através da adição de 0,10g de PEO em água. Tal mistura foi condicionada a 80°C durante 48 horas a uma pressão de 4atm num reator de aço inox. Essa pressão foi atingida através da inserção de nitrogênio no meio reacional. Foi utilizado polióxido de etileno com massa molar média de 300.000 e 600.000g/mol. Os produtos foram analisados através de raios-X, FT-IR, EPR, MEV e análise elementar.

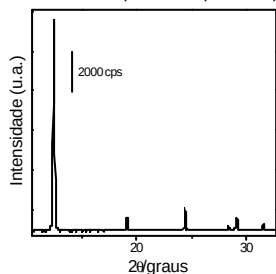


Figura1. Difração de Raio-X da matriz $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

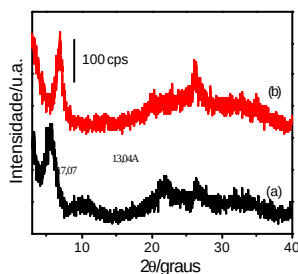


Figura2. Difração de Raio-X de (a) $\text{VOPO}_4/\text{PEO}_{300}$ e (b) $\text{VOPO}_4/\text{PEO}_{600}$.

Através da análise do difratograma da matriz e de seu produto de intercalação podemos notar a conservação da estrutura lamelar e um grande

decréscimo da cristalinidade do composto com a inserção de moléculas de polióxido de etileno no interior das lamelas da matriz de $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, assim como um deslocamento do pico (001), evidenciando um aumento do espaçamento interlamelar. Foi verificada também uma maior facilidade na inserção de molécula de PEO_{300} ao invés de PEO_{600} , evidenciado pelo espaçamento interlamelar de 17,07 Å e 13,04 Å para PEO_{300} e PEO_{600} . Pela análise elementar, constatou-se uma grande porcentagem de carbono na amostra $\text{VOPO}_4/\text{PEO}_{600}$ em relação a amostra $\text{VOPO}_4/\text{PEO}_{300}$, esses dados nos leva a acreditar que existe PEO_{600} disperso pela matriz e que nem todo está intercalado na mesma.

Pelo espectro na região do infravermelho, apresentam bandas de absorção em 1085, 1000, 740, 3440 e 1610 cm^{-1} , relacionados aos respectivos modos vibracionais correspondentes a molécula de $\text{VOPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: $\nu(\text{P-O})$ ou $\nu(\text{C-O-C})$, $\nu(\text{V=O})$, $\nu(\text{P-O})$, $\nu(\text{O-H})$ banda larga e $\delta(\text{H-O-H})$ respectivamente. Infelizmente, a principal banda do PEO que é $\nu(\text{C-O-C})$ coincide com a banda da matriz do oxofosfato de vanádio ao modo de vibração $\nu(\text{P-O})$ em 1085 cm^{-1} , porém verificou-se em 510 cm^{-1} uma banda de absorção referente ao modo vibracional $\delta(\text{C-C})$ da molécula de PEO. O pequeno deslocamento dos modos vibracionais da matriz indica uma fraca interação com a espécie convidada.

Conclusões

A síntese hidrotérmica pode ser utilizada como uma rota de síntese na obtenção deste composto híbrido, haja vista a intercalação não ocorre de maneira eficaz em condições brandas. Não foram observadas regiões com diferentes distâncias interlamelares, ou seja, outra fase presente no composto de intercalação. Por EPR, não foi verificada mudança significativa na mudança do estado de oxidação do vanádio após a reação.

Agradecimentos

FAPESP (05/58934-2)

[1] J. W. Johnson, A. J. Jacobson, J. F. Brody, and S. M. Rich, *Inorg. Chem.*, 1982, 21,3820.