

Síntese, caracterização e comportamento térmico da fase esfeniscidita do fosfato de ferro.

Évelyn dos Santos Dutra¹ (IC), Claudio A. Téllez Soto¹ (PQ), José Márcio Siqueira Júnior¹ (PQ), Francisco M. S. Garrido^{2*} (PQ) Chico@iq.ufrj.br

¹Instituto de Química- UFF- Departamento de Química Inorgânica, Alameda Barros Terra s/n, CEP 24020-150 Valonguinho, Centro, Niterói, RJ, Brasil.

²Instituto de Química - UFRJ, Av. Athos da Silveira Ramos,19, Centro de Tecnologia, Bloco A, sala 632. CEP 21949-909, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

Palavras Chave: esfeniscidita, fosfato de ferro, comportamento térmico.

Introdução

Compostos à base de fosfatos de ferro têm sido amplamente estudados devido a grande variedade de fases e do interesse na utilização destes como eletrodos positivos em baterias de lítio, além de aplicações como catalisadores e como adsorventes para gases^{1,2}.

Dentre tais fases, a esfeniscidita, que apresenta uma estrutura do tipo “framework”, pode ser obtida através do método hidrotérmico. Dependendo da temperatura, envelhecimento da amostra ou concentração dos precursores podem ser obtidas alterações significativas na morfologia final do produto.¹

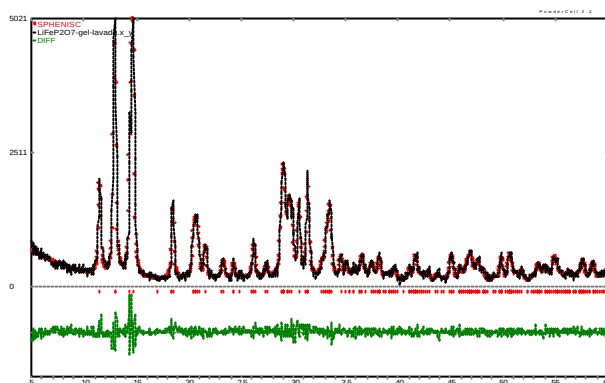
Neste trabalho, apresentamos um método alternativo, não hidrotérmico, de preparação da esfeniscidita sintética e avaliamos seu comportamento térmico.

As amostras foram preparadas por meio da adição da solução aquosa de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ à uma solução contendo Li_3PO_4 e $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ sob agitação constante, mantendo-se o pH em 6,0 na S1 e 4,0 na S2, a seguir a solução foi aquecida à 70°C por 5 dias. O sólido resultante foi lavado, isolado e seco. O produto obtido foi aquecido por 2 horas nas temperaturas indicadas, as amostras resultantes foram analisadas por DRX e espectroscopia na região do IV.

Resultados e Discussão

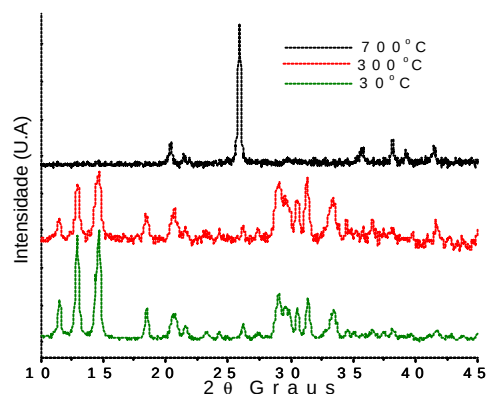
Os resultados de DRX e IV confirmam a formação da fase pura da esfeniscidita, onde os picos podem ser indexados como a fase monoclinica [grupo espacial $P121/n1$ (14) (ICSD #75229)].

O estudo do comportamento térmico indica que a estrutura cristalina é estável até cerca de 300°C, confirmando uma maior estabilidade térmica do material obtido por nosso método de síntese. O aquecimento a 700°C leva a formação da fase FePO_4 com estrutura tipo quartzo trigonal [grupo espacial $P312 1$ (152) (ICSD # 412738)], na forma pura. Este resultado mostra que a fase esfeniscidita pode ser



utilizada como um bom precursor deste fosfato de Fe(III).

Figura 1. DRX da esfeniscidita obtida e a calculada



ICSD.

Figura 2. DRX das amostras aquecidas.

Conclusões

A fase esfeniscidita foi obtida através de um método não hidrotérmico. A fase pura obtida apresenta uma boa estabilidade térmica, cerca de 100 °C maior que a descrita na literatura¹.

Agradecimentos

LDRX- UFF pela obtenção dos dados de DRX.

¹ Reale, P; Scrosati, B; Delacourt, C.; Wurm C.; Morcrette M. E Masquelier, C. *Chem. Mater.* **2003**, 15, 5051.

² Abu-Shandi, K.; Winkler, H.; Wu, B. E Janiak, C. *CrystEngComm.* **2003**, 5(33), 180.