

Avaliação morfológica do fosfato de vanadila após tratamento solvotérmico

Carolina M. Rodrigues (PG)^{*}, Odair P. Ferreira (PQ), Oswaldo L. Alves (PQ).

Laboratório de Química do Estado Sólido-LQES, Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil. *carolina@iqm.unicamp.br; http://lqes.iqm.unicamp.br

Palavras Chave: nanoestruturas, intercalação de aminas, fosfato de vanadila.

Introdução

Niederberger e col.¹ reportaram duas rotas de obtenção de nanotubos a partir de V_2O_5 e $VOCl_3$ empregando dirigentes estruturais intercalados. O fosfato de vanadila sendo um sólido lamelar e, portanto, também capaz de sofrer reações de intercalação, em princípio, poderia levar à formação de novas nanoestruturas. Este trabalho visa avaliar esta possibilidade, via tratamento solvotérmico e uso de um dirigente estrutural, no caso a dodecilamina (DA). No processo foram avaliados os parâmetros razão amina/V e temperatura e seus efeitos sobre a morfologia dos sólidos obtidos.

Resultados e Discussão

O $VOPO_4$ foi obtido segundo Leonowicz e col.². O $VOPO_4$ e dodecilamina (DA) foram misturados em 30 mL de etanol e submetidos à agitação por 2 horas à temperatura ambiente. A esta suspensão foram adicionados 25 mL de água, e mantida agitação por 48 horas, à temperatura ambiente. Em seguida, a mistura foi introduzida em uma autoclave e mantida por 7 dias. Os parâmetros avaliados estão apresentados na Tabela 1. O produto foi isolado por centrifugação e lavado com etanol quente e seco sob vácuo.

Tabela 1. Parâmetros usados na síntese.

Amostra	amina/ V (razão molar)	Temperatura (°C)
V1	0,5	165
V2	0,5	180
V3	3	180
V4	3	150

Na Figura 1 são apresentados os difratogramas de raios X e espectros FTIR do $VOPO_4$ e os produtos obtidos após a intercalação e tratamento solvotérmico nas diferentes condições.

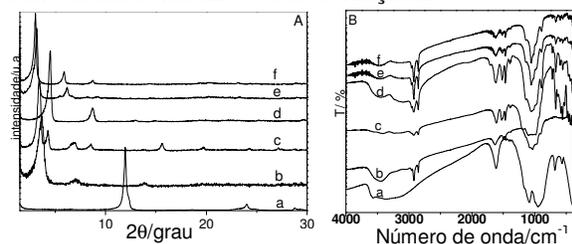


Figura 1. A) DRX e B) FTIR: a) $VOPO_4$, b) DA/ $VOPO_4$, c) V1, d) V2, e) V3, f) V4.

O difratograma do $VOPO_4$ exibe picos em $11,8^\circ$ e 24° associados aos planos 001 e 002, com valores de d 0,75 e 0,37 nm, respectivamente (Figura 1Aa), correspondente a fase monoclinica. Para DA/ $VOPO_4$ (Figura 1Ab) observa-se um deslocamento dos picos de menores 2θ indicando a intercalação da

amina. Após o tratamento solvotérmico, observa-se manutenção da estrutura cristalina do DA/ $VOPO_4$.

No espectro FTIR do $VOPO_4$ (Figura 5Ba) podemos observar bandas nas regiões de 952 cm^{-1} , 1087 cm^{-1} , 680 cm^{-1} e 568 cm^{-1} características do $VOPO_4$. O FTIR do DA/ $VOPO_4$ apresenta bandas nas regiões de 2958, 2922, 2852, 1598, 1505 e 1467 cm^{-1} , as quais são típicas da dodecilamina. Nos produtos obtidos após tratamento solvotérmico, as bandas características da DA são preservadas, o que indica uma elevada estabilidade do sistema.

As imagens SEM do precursor, DA/ $VOPO_4$ e após o tratamento solvotérmico são apresentadas na Figura 2.

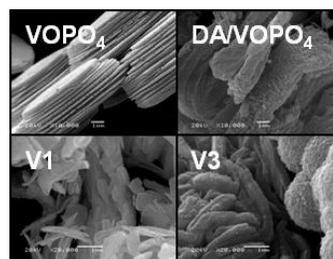


Figura 2. Imagens SEM.

Podemos observar uma alteração da morfologia do aglomerado do $VOPO_4$ para o intercalado DA/ $VOPO_4$. O DA/ $VOPO_4$ apresentou partículas com morfologia de placas irregulares e perda da organização apresentada no $VOPO_4$. Os produtos obtidos via tratamento solvotérmico, somente V1 e V4 apresentaram alteração na morfologia. Em V1 observa-se a presença de partículas menores e partículas de morfologia cilíndrica. Para V4, observa-se partículas com morfologia esférica.

Conclusões

O tratamento solvotérmico de $VOPO_4$ com dodecilamina intercalada apresenta-se promissor para a obtenção de nanoestruturas, sendo que fatores como temperatura e razão molar amina/vanádio são importantes na obtenção de nanoestruturas a partir deste precursor. Estão em andamento experimentos com controle de pressão.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, IM²C, RNPn.

¹ Niederberger, M.; Muhr, H. J.; Krumeich, F.; Bieri, F. e Günther, D., Nesper R., *Chem. Mater.* **2000**, 12, 995.

² Leonowicz, M. E.; Johnson, J. W.; Brody, J. F.; Shannon Jr., H. F. e Newsan, J. M. *J. Solid State Chemistry* **1985**, 56, 370.