

## Estudo do comportamento térmico de HDLs de Mg/Al e Cu/Al

Thaís C. Guimarães<sup>1</sup> (IC), Vinícius A. Neves<sup>1</sup> (IC), Luiz Fernando B. Malta<sup>1</sup> (PQ)\*, Marcio V. Costa<sup>2</sup> (PG), Lucia C. S. Aguiar (PQ)<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro

<sup>2</sup> Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Palavras Chave: Hidróxido duplo lamelar, análise térmica, Hidrotalcita

### Introdução

Hidróxidos duplos lamelares (HDLs) são conhecidos como trocadores aniônicos<sup>1</sup>. Estes materiais podem ser descritos partindo da estrutura da brucita. A substituição de Mg<sup>2+</sup> por cátions trivalentes nesta estrutura leva ao excesso de cargas positivas, o que é compensado por ânions e moléculas de água que se encontram intercalados, mantendo as lamelas juntas. Os HDLs tem sido empregados com sucesso como suportes de paládio para constituição de catalisadores heterogêneos<sup>1</sup> em reações de acoplamento cruzado para formação de blocos de construção de estruturas orgânicas complexas com potencial emprego nas áreas tecnológica e farmacêutica. O objetivo do presente trabalho foi realizar o estudo do comportamento térmico na faixa de 25° a 800°C de HDLs contendo Cu<sup>2+</sup> ou Mg<sup>2+</sup> e Al<sup>3+</sup>. Assim pretende-se avaliar melhor as modificações ocasionadas após a intercalação/suporte de paládio nestas matrizes.

### Resultados e Discussão

Os materiais foram sintetizados pelos métodos de coprecipitação com pH constante e variável utilizando-se para isso NaOH 1molL<sup>-1</sup> ou NaOH 0,77molL<sup>-1</sup> + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0,23molL<sup>-1</sup> a pH 8-10 nas proporções M(II)/M(III) de 2:1 (Mg/Al) e 3:1 (Cu/Al), a partir dos devidos nitratos. E posteriormente caracterizados por análise termogravimétrica (TGA) e termodiferencial (DTA) e espectrometria vibracional na região do infravermelho.

Observam-se nas curvas de TGA e DTA do HDL (Mg/Al) (Figura 1A) quatro faixas de eventos: até 200°C, 400°C, 525°C e 900°C, e pela análise dos espectros de infravermelho são identificadas, principalmente, bandas em: 1384cm<sup>-1</sup> (νNO<sub>3</sub><sup>2-</sup>), 3467cm<sup>-1</sup> (νOH), 1635cm<sup>-1</sup> (δHOH) e 400-650cm<sup>-1</sup> (νM<sup>II</sup>/M<sup>III</sup>-OH e δMOM). Com o aquecimento até 200°C nota-se principalmente perda de H<sub>2</sub>O adsorvida devido a diminuição de intensidade da banda 3467cm<sup>-1</sup>. A 400°C há perda gradual de NO<sub>3</sub><sup>2-</sup> e início da degradação do composto lamelar a óxido misto, devido a diminuição de intensidade da banda 1635cm<sup>-1</sup> e alteração nas bandas entre 400-650cm<sup>-1</sup>, respectivamente, e após 525°C há perda de H<sub>2</sub>O estrutural (1635cm<sup>-1</sup>). A 900°C restaram 46,1% da massa inicial.

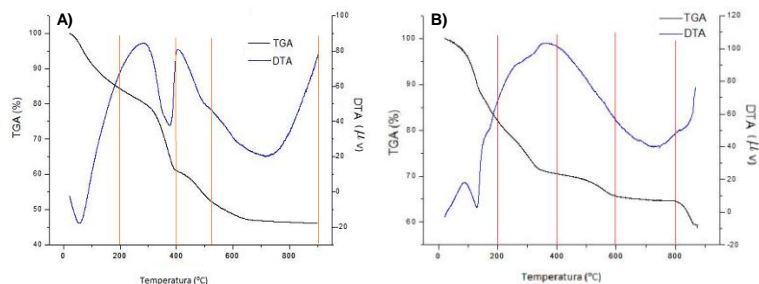


Figura 1. Curvas de TGA e DTA: A) HDL (Mg/Al); B) HDL (Cu/Al)

Observam-se nas curvas de TGA e DTA do HDL (Cu/Al) (Figura 1B) quatro faixas de eventos: até 200°C, 400°C, 600°C e 800°C, e pela análise dos espectros de infravermelho são identificadas, principalmente, bandas em: 1390cm<sup>-1</sup> (νNO<sub>3</sub><sup>2-</sup>), 1504cm<sup>-1</sup> (νCO<sub>3</sub><sup>2-</sup>), 3410cm<sup>-1</sup> (νOH), e 500-850cm<sup>-1</sup> (νM<sup>II</sup>/M<sup>III</sup>-OH e δMOM). Com aquecimento até 200°C nota-se perda de H<sub>2</sub>O adsorvida e NO<sub>3</sub><sup>2-</sup> devido a diminuição de intensidade das bandas 3410cm<sup>-1</sup> e 1390cm<sup>-1</sup>, respectivamente, e início da degradação do composto lamelar, pela alteração nas bandas entre 500-850cm<sup>-1</sup>. Suspeita-se da formação de malaquita (Cu<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>(OH)<sub>2</sub>) nesta etapa, pois o sólido muda de azul para verde. A 400°C há perda de NO<sub>3</sub><sup>2-</sup> e CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, devido a diminuição de intensidade das bandas 1390cm<sup>-1</sup> e 1504cm<sup>-1</sup> e mais acentuada alteração nas bandas 500-850cm<sup>-1</sup>. A partir de 600°C só há resquícios das bandas de NO<sub>3</sub><sup>2-</sup> e CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, evidenciando formação do óxido misto. A 800°C restaram 64,5% da massa inicial. Ainda será feita análise por difratometria de raios-X, para identificação dos materiais a diferentes temperaturas.

### Conclusões

O HDL (Mg/Al) é instável termicamente acima de 400°C, enquanto o HDL (Cu/Al) é instável acima de 200°C.

### Agradecimentos

CAPES, FAPERJ, CNPq

<sup>1</sup>Silva, A.C. *Desenvolvimento de catalisadores metálicos contendo hidróxido duplo lamelar para viabilização da reação de Suzuki em condições brandas*, Tese (Doutorado em Química). 2013, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Química.

<sup>2</sup>Cavani, F.; Trifirò, F.; Vaccari, A. *Catalysis Today*. 1991, 11, 173-301.