

Estudo do Complexo Difenil-4-Amina Sulfonato Eu(III): Síntese e Caracterização por Análise Térmica e Espectroscópica do Precursor e Produção do $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$

Maria A. de Carvalho¹ (IC), Silvana Goldner¹ (IC), Deyvid V. Ruy¹ (IC), *Luiz C. Machado¹ (PQ), Antonio A. L. Marins¹ (PQ) *lcmachado123@yahoo.com.br

¹Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Campus de Goiabeiras, CEP. 29075-100, Vitória, E. S.

Palavras Chave: síntese, európio, sulfonato.

Introdução

Os surfactantes catiônicos afetam o comportamento dos óxidos alterando as distâncias de ligação M-O na superfície das partículas. Aqui foi estudada a interação direta do surfactante Difenil-4-Amina Sulfonato de Bário com os íons Európio (III) na forma sulfato. O complexo produzido em típica reação ácido-base foi o $[\text{Eu}[(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NO}_3\text{S})_3]\cdot\text{H}_2\text{O}]_2$ que após ser caracterizado foi termicamente tratado produzindo o $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$ (oxissulfeto) que corresponde ao estado reduzido do oxissulfato de Európio ($\text{Eu}_2\text{O}_2\text{SO}_4$).

Resultados e Discussão

A análise elementar mostrou composto com fórmula $[\text{Eu}[(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NO}_3\text{S})_3]\cdot\text{H}_2\text{O}]_2$ (1829,6 g/mol): C(%) = 47,26 (0,17), Exp. = 47,18; H(%) = 3,53 (1,67), Exp. = 3,59; N(%) = 4,59 (2,34), Exp. = 4,70. Na caracterização do produto, o infravermelho figura 4, apresentou bandas características do ligante sulfonato $\nu(\text{N-H})\text{cm}^{-1}$ [def. axial 3376], $\nu(\text{N-H})\text{cm}^{-1}$ [def. ang. 1594], $\nu(\text{C-N})\text{cm}^{-1}$ [def. axial C-N aromático 1323], $\nu(\text{M-SO}_3)\text{cm}^{-1}$ [def. axial 1227, 1132, 1052]. Os cálculos para a TG/DTG (O_2) levaram em conta as perdas do composto, figura 1: 1ª perda(%) = 1,78, 2ª perda(%) = 6,61, 3ª perda(%) = 7,09, 4ª perda(%) = 18,95; 5ª perda(%) = 5,40; 6ª perda(%) = 33,79. Ao resíduo da TG/DTG (O_2) foi atribuída a fórmula $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$ (367,98 g/mol) após confirmação por dados DRX (2 θ : 29,97; 38,12; 40,57; 47,02; 49,17; 54,92; 56,72; 62,07; 63,72; 75,17; 76,72) obtidos do resíduo do tratamento térmico do composto, simulando as mesmas condições da TG/DTG, figura 3. Para o mesmo composto a TG/DTG (N_2), figura 2, tem-se como 1ª perda (%) = 12,53; 2ª perda (%) = 19,71; 3ª perda(%) = 9,80(Exp.); 4ª perda(%) = 39,65. O resíduo da TG/DTG (N_2) foi o mesmo que para TG/DTG (O_2) $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$ (367,98 g/mol).

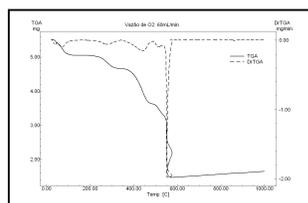


Figura 1. Curvas TG/DTG (O_2)

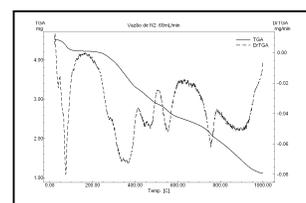


Figura 2. Curvas TG/DTG (N_2)

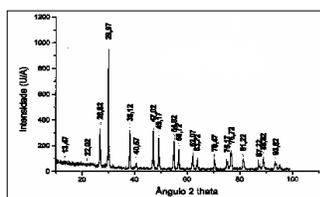


Figura 3. DRX do Resíduo da TG $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$

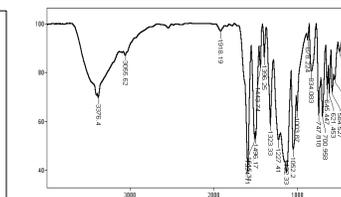


Figura 4. IR do $\text{Eu}(\text{DAS})_2\cdot\text{H}_2\text{O}$

Conclusões

No trabalho procurou-se mostrar que o efeito redutor da difenil-4-amina sulfonato na reação com o íon Eu(III) sendo insuficiente, o torna mais estável através da complexação. Os dados comparativos da TG/DTG (O_2 e N_2) e DRX indicam que o composto formado apresenta cinética de perda de massa diferente para as atmosferas empregadas, mas produzindo ao final o $\text{Eu}_2\text{O}_2\text{S}$ em ambos os casos.

Agradecimentos

UFES, CNPq, Petrobrás e FAPES.

¹Machado, L. C.; Marins, A. A. L.; Muri, E. J. B.; Lacerda, J. A. S.; Balthar, V. O.; Fulvio, P. F. e Freitas, J. C. C. *Therm. Anal. Cal.* **2004**, 615.

²Papish, E. T.; Taylor, M. T.; Jernigan III, F. E.; Rodig, M. J.; Shawhan, R. R.; Yap, G. P. A. e Jové, F. A.; *Inorganic Chemistry*. **2006**, 45, 2242-2250.