

Síntese de Compostos de Intercalação de Complexo de Níquel (II) em Suporte Lamelar.

Lorraine L. Greco Cavalcanti de Araujo* greco.lorraine@gmail.com (IC)¹, Eduardo Coelho Cerqueira (IC)², Áurea Armendane Barbosa (PG)³, Heloise Pastore(PQ)⁴ Jussara Lopes de Miranda (PQ)⁵,

^{1,2,3,5}Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro

⁴Departamento de Química Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas

Palavras Chave: DRX, Complexos de Níquel (II), Intercalação

Introdução

Estruturas inorgânicas lamelares são capazes de incorporar diferentes espécies catiônicas no seu espaçamento basal, formando compostos de intercalação com distâncias interlamelares diferentes, possibilitando, assim, o desenvolvimento de novos sistemas de sorção e catálise.

A fim de estudar e otimizar a intercalação de complexos organometálicos em suportes lamelares, foram realizadas variações de parâmetros como: temperatura, concentração e tempo.

A intercalação do complexo $[\text{Ni}(\text{bipy})_3]\text{Cl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ no suporte de estrutura lamelar definida foi investigada. Foram utilizados dois métodos: o primeiro consiste na reação de troca iônica direta do complexo catiônico com o cátion original presente entre as lamelas; e o segundo consiste na intercalação do complexo em um suporte lamelar modificado pela prévia intercalação de um surfactante (Brometo de hexadeciltrimetilamônio) para que ocorra espaçamento das lamelas.

Resultados e Discussão

O complexo citado foi sintetizado de acordo com a metodologia descrita em [1], sendo obtido rendimento de 90%. A caracterização do complexo foi realizada por espectroscopia no infravermelho, espectroscopia eletrônica no UV/visível e análise elementar (CHN), sendo os resultados obtidos concordantes com os descritos na literatura [2] e [3].

Os suportes utilizados constituíram-se de aluminofosfatos modificados, tendo sido analisados por espectroscopia no infravermelho e difração de raios-X (DRX). Foram realizadas diversas metodologias de intercalação e apenas em uma, utilizando o surfactante como espaçador lamelar prévio, em água, a 60°C e 12 dias, foi caracterizada a intercalação do complexo.

Na tabela 1 são apresentados os valores de espaçamento lamelar obtidos após as intercalações do surfactante e do complexo no aluminofosfato. Esses valores foram calculados através da Lei de Bragg a partir dos valores experimentais obtidos por DRX. Nota-se que ocorre um aumento da distância interlamelar considerável após a intercalação do surfactante e uma contração após a intercalação do complexo. Isso pode ser explicado pelo fato do

surfactante possuir cadeia linear longa, gerando maior abertura lamelar que o complexo.

A solução residual da intercalação do complexo foi analisada por Espectroscopia no UV/visível visando quantificar o processo. Os resultados estão expressos na tabela 2, constatando-se que houve uma intercalação de 14% do complexo.

Tabela 1: Cálculo da quantidade intercalada a partir das medidas espectrofotométricas

	Concentração da solução inicial (g/L)	Concentração da solução residual (g/L)	Porcentagem Intercalada
Valor	37,95	32,61	14%

Tabela 2: Cálculo das distâncias interlamelares

Amostra	Distância (Å)
Suporte Lamelar	18,6
Suporte após intercalação com surfactante	35,3
Suporte após intercalação com complexo	32,9

Conclusões

A partir dos resultados obtidos foi possível concluir que a intercalação direta do complexo $[\text{Ni}(\text{bipy})_3]^{2+}$ não ocorre.

A intercalação prévia do surfactante no suporte original é um bom recurso para aumentar o espaçamento antes de realizar a intercalação com o complexo.

Percebe-se também que na intercalação do surfactante é necessário utilizar uma alta razão deste para a massa do suporte.

Aquecimento e tempo de agitação também são fatores essenciais para que ocorra intercalação.

Agradecimentos

Agradecemos ao PRH01-ANP, a Técnica Leonice Bezerra, ao Instituto de Química-UFRJ e ao Núcleo de Catálise-UFRJ.

¹Ruiz-Pérez, C.; Lorenzo, P.; Lloret, F.; Julve, M. *Inorg. Chim. Acta.* **2002**, 336, 131

²Lever, A. B. P. *Inorganic Electronic Spectroscopy.* **1968**, 333

³Clark, R. J. H.; Williams, C. S. *Spectrochim. Acta.* **1967**, 23A, 1055