

Síntese e estabilização do Hidróxido de Cobre (II) preparado em solução aquosa livre de surfactantes

Machado, I. P.^{1*}; Merízio, L. G.²; Muri, E. J. B.²; Marins, A. A. L.²; Machado, L. C.²;
Passos, C. A. C.³; Abílio, V. T.³; Rodrigues, R. V.¹

1 Instituto de Química, Universidade de São Paulo, IQ-USP, São Paulo, SP, Brasil

2 Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, DQUI-UFES, Vitória, ES, Brasil

3 Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, DFIS-UFES, Vitória, ES, Brasil

Resumo

Esse trabalho consistiu na preparação e estabilização do Hidróxido de Cobre (II) a partir da simples adição de uma solução de NaOH às soluções aquosas de CuCl_2 e CuSO_4 à temperatura de 10°C . Os efeitos da concentração de Cu^{2+} e da adição de amônia também foram investigados. Após os procedimentos de síntese, os seis produtos obtidos foram lavados e secos a vácuo. Os ensaios de Análise Termogravimétrica (TG) indicaram diferenças sutis nas curvas de perda de massa dos produtos, sugerindo que os géis produzidos na presença de NH_3 mais estáveis. Os resultados da Difratometria de Raios-X (DRX) indicaram a fase ortorrômbica do $\text{Cu}(\text{OH})_2$ para todos os produtos, sem a presença de impurezas. Verificou-se que o gel mais estável foi o produzido a partir de CuCl_2 na presença de amônia: apresentou maior cristalinidade e maior tempo de estabilidade (2 meses), quando comparado com os demais, sugerindo a importância do contra-íon e da amônia na formação e estabilização do Hidróxido de Cobre.

Palavras chaves: Hidróxido de Cobre, Síntese, Termogravimetria.

1. Introdução

O Hidróxido de Cobre (II), $\text{Cu}(\text{OH})_2$, é um material que apresenta diversas aplicações, por exemplo em catálise¹ e em compósitos óticos². É considerado uma fase metaestável, pois converte-se espontaneamente a CuO no estado sólido a 150°C e em solução aquosa a temperatura ambiente.⁴ Por esse fato, é um potencial precursor dos óxidos de cobre, largamente empregados como semicondutores, precursores de cerâmicas, eletrodos e sensores de gás.^{1,3,4}

A síntese do $\text{Cu}(\text{OH})_2$ envolve principalmente métodos sol-gel e o uso surfactantes, com a finalidade de controlar a forma e o tamanho de partícula.^{1,3,5} Entretanto essas práticas não visam a obtenção do material puro. Desse modo, o objetivo desse trabalho consistiu em preparar e estabilizar o $\text{Cu}(\text{OH})_2$ partindo de rotas simples em solução aquosa, dispensando o uso de surfactantes para obter produtos puros.

2. Materiais e Métodos

As seis rotas de síntese desenvolvidas estão apresentadas na tabela 1. O procedimento de síntese consistiu na adição estequiométrica de uma solução $\text{NaOH } 1,0\text{mol.L}^{-1}$ às soluções de Cu^{2+} descritas na tabela, seguida de 5 minutos de agitação constante. A adição de 5mL de NH_3 concentrada foi feita nas rotas 3, 4, 5 e 6. Todas as reações foram feitas a 10°C .

Rota	Precursor de Cobre	Concentração (mol.L^{-1})	Adição de NH_3
1	CuCl_2	0,1	Não
2	CuCl_2	0,5	Não
3	CuSO_4	0,1	Sim
4	CuSO_4	0,5	Sim
5	CuCl_2	0,1	Sim
6	CuCl_2	0,5	Sim

Tabela 1: Rotas de síntese adotadas.

Após 24h de repouso em geladeira, os seis produtos obtidos foram lavados com água deionizada gelada, com auxílio de uma centrífuga, e secos a vácuo por 6h.

Em seguida foram submetidos aos ensaios de TG em um TA Instruments modelo SDTQ600, com rampa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$ até 1000°C e atmosfera dinâmica de ar sintético, e DRX pelo método do pó em um Bruker D8 Discover (radiação Cu K α $\lambda = 1,5418\text{\AA}$).

3. Resultados e Discussão

Estão apresentadas nas figuras 1 e 2, respectivamente, as curvas termogravimétricas e os difratogramas de raios-X dos $\text{Cu}(\text{OH})_2$ produzidos pelas seis rotas.

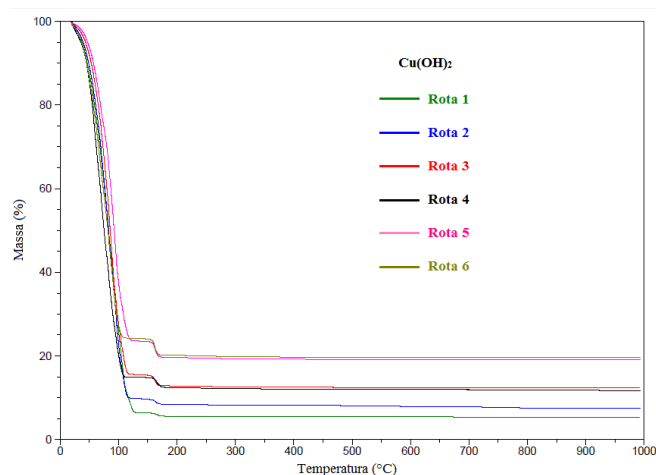


Figura 1: Curvas termogravimétricas dos produtos.

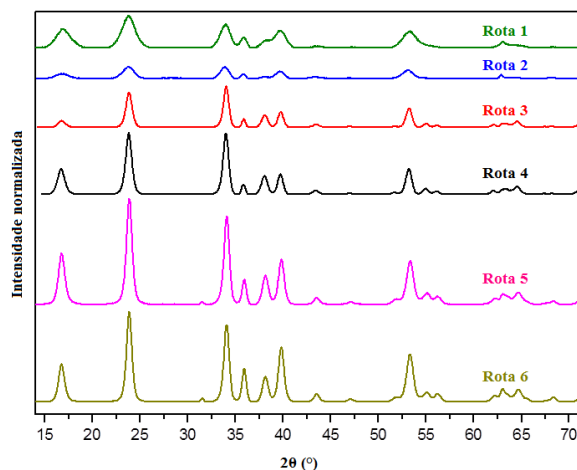


Figura 2: Difratogramas de raios-X dos seis produtos.

Nota-se nas curvas de TG que os produtos das rotas 5 e 6 apresentam maior massa final que os produtos 3 e 4, que possuem maior massa que os produtos das rotas 1 e 2. Isso sugere que a estabilização do $\text{Cu}(\text{OH})_2$ é

promovida pela NH_3 e pela força do campo ligante do contra-íon: como o Cl^- é um ligante mais fraco que o SO_4^{2-} , os produtos 5 e 6 são mais estáveis. Isso pode ser verificado nos difratogramas de raios-X, uma vez que os produtos 5 e 6 apresentam a maior cristalinidade dentre os demais. De fato, enquanto os produtos das rotas 1 e 2 permanecem na fase $\text{Cu}(\text{OH})_2$ por até três semanas, os produtos 5 e 6 permanecem na fase metaestável por até dois meses.

Os difratogramas apontam a fase ortorrômbica do $\text{Cu}(\text{OH})_2$ para todos os produtos. É importante ressaltar que não foram observados indícios de impurezas nem nas curvas de TG nem nos difratogramas, indicando a eficiência das rotas na obtenção de produtos puros.

4. Conclusões

As rotas se mostraram eficientes na produção do $\text{Cu}(\text{OH})_2$ pureza e estabilidade satisfatórias. A presença de NH_3 , aliada à temperatura e à força do campo ligante do contra-íon, são os principais fatores responsáveis pela estabilidade e cristalinidade do material.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPES (#63700921) pelo apoio financeiro e ao Laboratório de Raios-X – Núcleo de Competências em Química do Petróleo, UFES.

6. Referências

- 1 - Guanhua Lin, Wenfeng Jia, Wensheng Lu, Long Jiang. Journal of Colloid and Interface Science 353, 392–397, 2011.
- 2 - Abd El-sadek M S, Moorthy Babu, S. Journal of Solid State Chemistry 184, 1135–1140, 2011.
- 3 - Conghua Lu, Limin Qi, Jinhu Yang, Dayong Zhang, Nianzu Wu, Jiming Ma. J. Phys. Chem. B 108, 17825–17831, 2004.
- 4 - Cudennec Y, Lecerf A. Solid State Sciences 5, 1471–1474, 2003.
- 5 - Henry M, Bonhomme C, Livage J. Journal of Sol-Gel Science and Technology 6, 155–167, 1996.