

Síntese em meio aquoso e caracterização de sais de Al_{13}^{7+} .

Thiago Duarte (IC)*, Celso Aparecido Bertran (PQ)¹.



*g072492@iqm.unicamp.br

¹Departamento de Físico-Química, Instituto de Química, CP 6154, Universidade Estadual de Campinas – Unicamp

CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil.

Introdução

As espécies hidroxiladas de Al_{13} presentes em solução aquosa de Al^{3+} possuem grande importância para as pesquisas nas áreas médica, farmacêutica, tratamento de água e no suporte de catalisadores.

Soluções destas espécies preparadas pela alcalinização da solução de $AlCl_3$, são denominadas de cloreto de polialumínio (PAC). Nessa solução, diversas espécies hidroxiladas de alumínio coexistem, porém para cada valor de pH da solução há a predominância de uma delas sobre as demais.

Para pH entre 4 e 5 a espécie predominante é o Al_{13} (**Figura 1**). A espécie Al_{13} pode ser isolada dos demais hidróxidos de alumínio devido à insolubilidade do sal formado entre o cátion $Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}^{7+}$ e o íon sulfato.

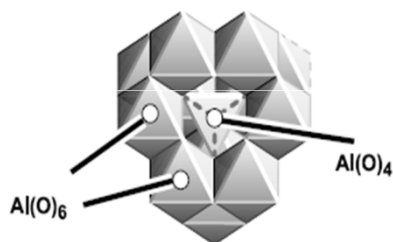


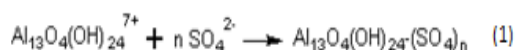
Figura 1: representação para o Al_{13} .

Metodologia

Neste trabalho, estudou-se dois métodos para preparação do PAC: a) adição lenta de Na_2CO_3 na solução de $AlCl_3$ ou b) pela hidrólise da uréia em solução de $AlCl_3$.

A síntese do PAC, no qual a espécie predominante fosse o Al_{13} , foi realizada pelo deslocamento dos equilíbrios das espécies hidroxiladas de alumínio através do ajuste do pH entre 4 e 5.

A espécie Al_{13} foi separada da solução como sulfato insolúvel, pela adição de solução de Na_2SO_4 , como indicado pela **Reação 1**:



Para ambos os métodos utilizados, observou-se a precipitação do $Al_{13}-(SO_4)$.

Resultados e Discussão

Os compostos obtidos em ambas sínteses foram caracterizados por DRX. A **Figura 2** e a **Figura 3** mostram os difratogramas obtidos pela síntese pela adição de Na_2CO_3 e pela hidrólise de uréia, respectivamente.

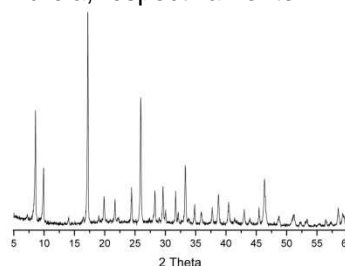


Figura 2: difratograma de DRX do $Al_{13}-(SO_4)_n$ pelo Na_2CO_3 .

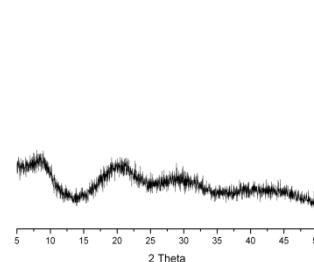


Figura 3: difratograma de DRX do $Al_{13}-(SO_4)_n$ pela uréia.

O difratograma da **Figura 2** comprova a formação da espécie, quando comparado com o difratograma obtido por Shi e colaboradores¹. Entretanto não se observou o mesmo pela síntese com uréia, conforme visto pelo difratograma da **Figura 3**.

O $Al_{13}-(SO_4)_n$ foi caracterizado quanto à sua composição estequiométrica por análise elemental de Al^{3+} por ICP-OES e TGA. Os resultados permitiram estabelecer a fórmula $Na[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}](SO_4)_3 \cdot 16H_2O$ para o composto. A fórmula determinada concorda com a fórmula do composto sintetizado por Kloprogge e colaboradores².

Conclusão

Observou-se que o cátion Al_{13} foi sintetizado em ambos os métodos de síntese. A fórmula $Na[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}](SO_4)_3 \cdot 16H_2O$ determinada para ambos os compostos é concordante com a literatura.

A síntese através da hidrólise da uréia permitiu um maior controle do pH, evitando-se os efeitos de concentração local dos reagentes que resultariam na formação de hidróxido de alumínio. O caráter amorfo do Al_{13} obtido por esta rota pode estar relacionado com a interação peculiar entre a uréia e o cátion Al^{3+} .

Agradecimentos



¹Shi, B.; Li, G.; Wang, D. S. e Tang, H. X. Sep. Purif. Tech. **2007**, 54, 88.

²Kloprogge, J. T.; Ruan H.; Frost, R. L. Spec. Acta Part A. **2000**, 56, 2405.