

Síntese, Caracterização e Avaliação do Grau de Cristalinidade de Hidrotalcitas

S.B.P. Farias¹, S. S. X. Chiaro², R. Diniz¹.

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Brasil.

²CENPES, Petrobrás, Rio de Janeiro - RJ

As hidrotalcitas são argilas naturais ou sintéticas e podem ser denominadas como hidróxidos duplos lamelares (HDL). Exibem uma notável gama de propriedades estruturais, químicas, além de possuir uma grande estabilidade térmica, que torna estes materiais de grande importância tecnológica na obtenção de novos materiais catalíticos. Possuem fórmula geral $M^{II}_{1-x}M^{III}_x(OH)_2(A^{m-})_{x/m} \cdot nH_2O$.

A co-precipitação^{1,3} é o método mais utilizado para preparar HDL. Outro método importante para a síntese de hidrotalcitas é a reação de hidrólise de uréia⁴ ($CO(NH_2)_2$), que resulta em um pH em torno de 9, dependendo da temperatura de hidrólise, sendo muito útil para a formação desses HDL.

Este trabalho foi baseado na síntese de compostos tipo hidrotalcita pelo método de co-precipitação a pH variável com posterior tratamento hidrotérmico, pH constante (mantido em 8,5) e método de hidrólise da uréia para avaliação dos graus de cristalinidade e de pureza. Para todas as sínteses utilizou-se a proporção $Mg^{2+}/Al^{3+} = 2$. Para a avaliação da cristalinidade utilizou-se a técnica de difração de raios x de material policristalino, utilizando um difratômetro marca Rigaku, modelo Geigerflex utilizando tubo de cobalto ($K_{\alpha}Co = 1.78 \text{ \AA}$) e tubo de cobre ($K_{\alpha}Cu = 1.56 \text{ \AA}$). Os dados foram coletados na faixa de 2θ entre 5° e 70° . As fendas foram DS/SS = 1° e RS = 0,6 mm com geometria de Bragg-Brentano.

Todos os materiais sintetizados mostraram difratogramas com perfil característico de hidrotalcitas, que tem grupo espacial R-3m, apresentando diferentes graus de cristalinidade. A figura 1 a seguir mostra os difratogramas, onde observam-se os picos mais intensos em torno de $12,0^\circ$ e $24,0^\circ$, para o tubo de cobre e $13,45^\circ$ e $27,3^\circ$ para tubo de cobalto, não apresentando em nenhum caso reflexões que possam estar associadas a outros compostos cristalinos tais como hidróxidos metálicos simples.

Nas condições utilizadas neste trabalho, foi possível sintetizar hidrotalcitas por diferentes rotas obtendo diferentes graus de cristalinidade. Os resultados demonstraram os materiais com maior cristalinidade foi obtido pelo método de hidrólise de uréia, o que pode ser verificado pelos picos mais estreitos e bem definidos observados no difratograma. Este método é muito útil para a formação das hidrotalcitas devido à lenta formação dos ânions durante o tratamento hidrotérmico que contribui para a alta cristalinidade desses materiais. Após um refinamento qualitativo pelo método de Rietveld foi encontrada os seguintes valores de célula unitária: $a = b = 3,04175(4) \text{ \AA}$, $c = 22,68180(1) \text{ \AA}$ e $\alpha = \beta = 90,0^\circ$, $\gamma = 120,0^\circ$ com o grupo espacial R-3m.

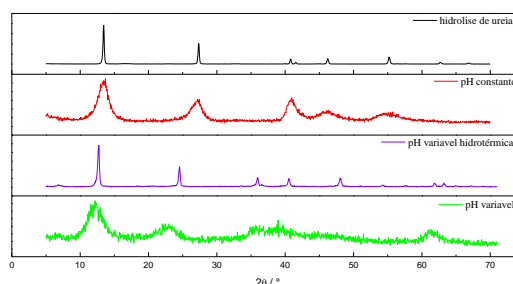


Figura 1: Difratograma.

- [1] Crepaldi, E.L., Valim, J.B., Química Nova, **volume 21**, 300 (1998).
- [2] Miyata, S., *Clay Clay Minerals*, **volume 23**, 369-375 (1975).
- [3] Cavani, F., Trifiro, F.; Vaccari., *Catalysis Today*, **volume 11**, 173 (1991).
- [4] Ogawa, M., Kaiho, H., *Langmuir*, **volume 18**, n 11, 4241. (2002).

Agradecimentos: FAPEMIG, Capes; UFJF, LabCri (DF-UFMG)