

## Análise qualitativa de fases cristalinas por difração de raios X de policristais: Caracterização de um composto tipo Hidrotalcita

L. H. Chagas<sup>a</sup>, S. B. P. de Farias<sup>a</sup>, N. L. Speziali<sup>b</sup>, M. I. Yoshida<sup>c</sup>, S. S. X. Chiaro<sup>d</sup>, A. A. Leitão<sup>a</sup> e R. Diniz<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Departamento Química, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Brasil.

<sup>b</sup>Departamento de Física, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Brasil.

<sup>c</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Brasil.

<sup>d</sup>Centro de Pesquisas da Petrobras (CENPES), Rio de Janeiro, Brasil.

Hidrotalcita é um mineral com estrutura tipo brucita [Mg(OH)<sub>2</sub>] que possui a fórmula molecular Mg<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(OH)<sub>16</sub>CO<sub>3</sub>·4H<sub>2</sub>O [1]. Materiais sintéticos com estrutura tipo hidrotalcita (HTC) formam uma família de compostos com grande interesse em diversas áreas e possuem a fórmula geral [M<sup>2+</sup><sub>1-x</sub> M<sup>3+</sup><sub>x</sub> (OH)<sub>2</sub> (A<sup>n-</sup>)<sub>x/m</sub>].mH<sub>2</sub>O. Diversas técnicas são utilizadas para caracterizar materiais tipo hidrotalcita, mas a principal e mais frequentemente empregada é a difração de raios X de material policristalino (DRX).

No presente estudo, objetiva-se caracterizar, a partir de difração de raios X, análise termogravimétrica e espectroscopia vibracional (IV e Raman), um composto tipo hidrotalcita. Tal composto é uma amostra comercial cedida pelo CENPES. A análise qualitativa de fases cristalinas foi feita pelo método de Rietveld [2], utilizando o programa FullProf [3]. A função adotada para o ajuste de perfil foi a Pearson VII e, para o ajuste da radiação de fundo foi usada uma função polinomial de ordem 6. A Figura 1 mostra o resultado do refinamento que revelou a presença de três fases cristalinas, devidamente caracterizadas como Mg<sub>1,34</sub>Al<sub>0,66</sub>(OH)<sub>4</sub>(CO<sub>3</sub>)<sub>0,328</sub>·1,5H<sub>2</sub>O, AlO(OH) e Al(OH)<sub>3</sub>.

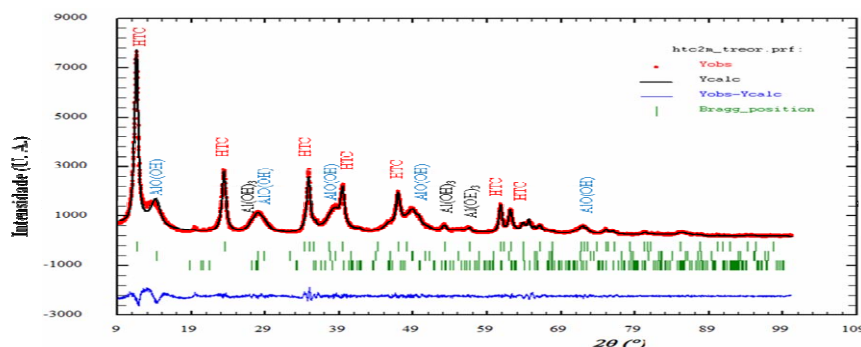


Figura 1: Resultado do refinamento estrutural da amostra.

Os valores que indicam a qualidade do ajuste para o refinamento são resumidos na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros estatísticos de qualidade de ajuste.

R <sub>wp</sub> (%)	R <sub>p</sub> (%)	R <sub>e</sub> (%)	χ <sup>2</sup> (%)
14,3	12,1	6,85	4,364

Todos os resultados obtidos a partir do refinamento Rietveld são suportados pelos dados da análise termogravimétrica, cuja TGA e DTA apresentam um perfil típico de HTC. Além disso, os espectros IV e Raman e a análise elementar corroboram com as análises por DRX.

[1] Duans X., Evans D. G., *Layered Double Hydroxides: Struct. and Bonding* **119**, Springer, (2005).

[2] Rietveld, H. M., *J. Appl. Cryst.* **2**, (1969), 65.

[3] <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/fullprof/php/reference.html>

Agradecimentos: CENPES/PETROBRAS; FAPEMIG; LabCri (UFMG), Anderson Dias (UFOP).