

Avaliação da cristalinidade de hidrotalcitas substituídas por cobalto

Stephane B. P. Farias^{1*}(PG), Sandra S. X. Chiaro (PQ)², Renata Diniz¹(PQ).
stephane_farias@hotmail.com

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

²CENPES, Petrobrás, Rio de Janeiro - RJ

Palavras Chave: hidrotalcitas, difração de raios x, cristalinidade.

Introdução

As hidrotalcitas são argilas naturais ou sintéticas definidas como hidróxidos duplos lamelares (HDL). Esses compostos exibem várias propriedades estruturais e químicas, além de possuir uma grande estabilidade térmica, que os tornam de grande importância tecnológica na obtenção de novos catalisadores. A estrutura básica lamelar dos HDL é baseada na da brucita $[Mg(OH)_2]$, que consiste de íons magnésio rodeado octaetricamente por íons hidroxila^{1,2}. A substituição de parte dos cátions divalentes por cátions trivalentes dão origem aos compostos tipo hidrotalcita. Esses compostos possuem as lamelas carregadas positivamente que são contrabalanceadas por ânions. A possibilidade de variar a identidade e a proporção dos cátions di- e trivalentes assim como a identidade dos ânions interlamelares fornecem uma grande variedade de materiais cuja fórmula geral é $M^{II}_{1-x}M^{III}_x(OH)_2(A^{m-})_{x/m} \cdot nH_2O$. Hidrotalcitas com mais de dois tipos de metais são chamados de HDL ternários, e normalmente envolvem dois diferentes cátions metálicos de carga +2 (M^{II}), podendo variar a razão M^{II}/M^{III} . A co-precipitação^{1,3} é o método mais utilizado para preparar HDL.

Este trabalho descreve a síntese de hidrotalcitas substituídas por cobalto, pelo método de co-precipitação com proporções diferentes entre Mg/Co. Os produtos formados foram analisados por difração de raios X para avaliação do grau de cristalinidade.

Resultados e Discussão

Os compostos foram sintetizados pelo método de co-precipitação utilizando pH variável com a proporção $M^{II}/Al^{3+}=2$. A substituição do Mg^{2+} pelo Co^{2+} foi realizada nas proporções de 25%, 50%, 75% e 100%. Para a avaliação da cristalinidade utilizou-se a técnica de difração de raios x de material policristalino (pó) em um difratômetro marca Rigaku, modelo Geigerflex utilizando tubo de cobalto ($K_{\alpha}Cu = 1,78 \text{ \AA}$). 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 característicos de hidrotalcitas, com picos em $11,7^\circ$, $23,7^\circ$, $34,8^\circ$ e $60,7^\circ$ em 2θ . A figura 1 mostra os difratogramas obtidos.

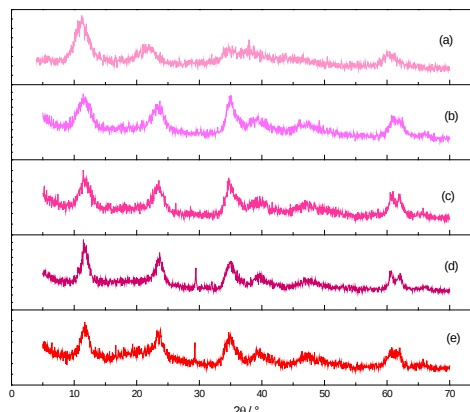


Figura 1. Difratograma das amostras de HDL, contendo em a) 0%, b) 25 %, c) 50%, d) 75% e e) 100% de Co_{2+} no sítio M^{II} .

O difratograma mostra de a-e as proporções de 0 a 100% de cobalto, respectivamente. Pode-se observar que com o aumento da proporção de cobalto nas hidrotalcitas há um pequeno aumento na cristalinidade que pode ser verificada por uma ligeira diminuição da largura a meia altura do pico 006, que é o mais intenso em $2\theta = 11,7^\circ$. Além dos picos em torno de 23° , 35° e 60° serem mais estreitos em relação à hidrotalcita não substituída (difratograma a). Os resultados de difração de raios X sugerem que a substituição na proporção de 75% de cobalto (Fig. 1d) favorece a formação de um HDL mais cristalino devido aos picos mais intensos, estreitos e bem definidos em comparação com os demais difratogramas.

Conclusões

Foi possível, neste trabalho, sintetizar compostos tipo hidrotalcitas pelo método de co-precipitação com baixo grau de cristalinidade. Os resultados demonstraram que embora seja mais simples, a síntese realizada sem controle de pH, forma compostos pouco cristalinos. Entretanto, utilizar um tratamento hidrotérmico após a síntese com pH variável pode auxiliar no aumento da cristalinidade desses compostos.

Agradecimentos

FAPEMIG, CENPES, LabCri (DF-UFG)

¹ Crepaldi, E.L., Valim, J.B., Química Nova, **volume 21**, 300 (1998).

² Cavani, F., Trifiro, F.; Vaccari, *Catalysis Today*, **volume 11**, 173(1991)

³ Miyata, S., *Clay Clay Minerals*, **volume 23**, 369-375 (1975).