

Controle do Tamanho de Cristalitos de MgO via Impregnação Úmida Incipiente em Negro de Fumo

Daniel R. Araújo (PG)^{*}, Claudinei F. de Oliveira (PG), José A. Dias (PQ) e Sílvia C. L. Dias (PQ)

Universidade de Brasília, Instituto de Química, Laboratório de Catálise, Campus Darcy Ribeiro - Asa Norte, caixa postal 04478, Brasília/DF, 70904-970: E-mail: danieliq@unb.br ou jdias@unb.br.

Palavras Chave: Óxido de magnésio, negro de fumo, DRX, tamanho de cristalito.

Introdução

Negro de fumo é um material que apresenta diversas aplicações (e.g., pigmento para plásticos e agente de reforço para borrachas). Ele é constituído de partículas esféricas de carbono de tamanho coloidal (<100nm) [1]. O óxido de magnésio tem sido amplamente utilizado como material refratário na indústria, além disso, suas propriedades básicas favorecem seu uso como catalisador em diversas reações orgânicas [2]. O objetivo desse trabalho é a síntese, com tamanho controlado, de MgO através de impregnação úmida incipiente em alguns tipos de negro de fumo, seguida de uma pirólise controlada do carbono e utilizando difração de raios X (DRX) como ferramenta de caracterização.

Resultados e Discussão

Amostras de óxido de magnésio foram preparadas com teor de 10% em massa, através do método de impregnação úmida incipiente em três tipos de negro de fumo: M-120, M-280 e M-570 (Cabot Corporation), utilizando $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (Aldrich) como precursor metálico. Todo o procedimento de secagem foi realizado em um rotaevaporador a 80°C por 4 h. Os materiais foram calcinados a 550°C/6h para a pirólise do negro de fumo. Os difratogramas de raios X foram obtidos com um incremento de 0,05° e uma varredura de 1°/min.

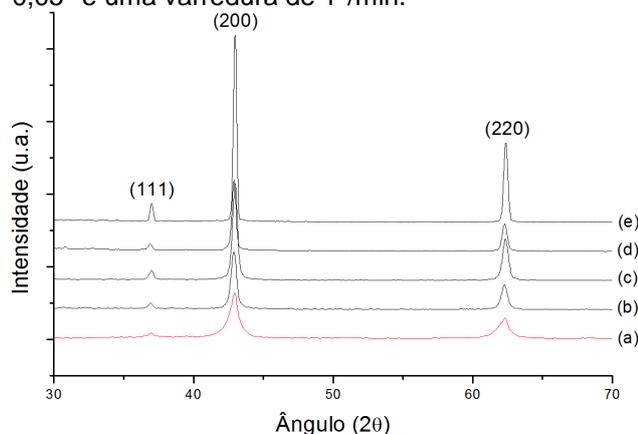


Figura 1. Difratogramas de amostras de MgO: comercial (MgO-C) (a); incipiente no M-120 (MgO-120) (b); M-280 (MgO-280) (c); M-570 (MgO-570) (d) e do precursor puro calcinado (MgO-P) (e).

A Fig. 1 indica a presença de três picos principais,

com seus respectivos planos de reflexão hkl , referentes a uma fase pura da periclase MgO [2].

Pode-se perceber pelos difratogramas que houve uma nítida diminuição na largura da base de todos os picos, a partir do óxido comercial. Isso indica um aumento no tamanho dos cristalitos, o que pode ser confirmado pela tabela abaixo:

Tabela 1. Tamanho dos cristalitos de MgO^{*}

DRX (nm)	Amostras				
	MgO-C	MgO-120	MgO-280	MgO-570	MgO-P
(200)	16,93	20,32	23,23	36,80	42,14
(220)	16,51	26,34	20,86	26,37	61,77

* Tamanho dos cristalitos pela Equação de Scherrer com base na largura a meia altura dos picos mais intensos nos planos (200) e (220).

De acordo com a Tabela 1, os tamanhos seguiram uma ordem crescente para o pico mais intenso, tendo como menor cristalito o do MgO-C, e como maior, o MgO-P. As amostras de negro de fumo se mostraram bem seletivas quanto ao tamanho dos cristalitos, levando a valores intermediários.

Conclusões

Os cristalitos de MgO apresentaram uma variação no tamanho, a partir do controle com alguns tipos de negro de fumo. Esse experimento tende a ser reproduzível para outros óxidos, mantendo valores bem próximos aos encontrados e com uma distribuição bem homogênea. Isso é viável, pois a atividade catalítica depende fortemente do tamanho dos cristalitos e/ou partículas do catalisador e muitos processos convencionais de síntese ainda são limitados quanto a isso.

Agradecimentos

UnB/DPP/IQ, CAPES, FINATEC, MCT/CNPq e à CABOT Corporation que forneceu as amostras do negro de fumo.

¹ Weizhong, Z.; Miser, D. E.; Chan, W.G. e Hajaligol, M. R. *Carbon* **2004**, *42*, 1841.

² Meshkani, F.; Rezaei, M. *Powder Technology* **2009**, *196*, 85.