

Influência do meio de precipitação e de parâmetros pós-síntese na obtenção do hidróxido duplo lamelar de Mg/Al.

Palavras Chave: planejamento fatorial, cristalinidade, estabilidade térmica, teor de CO_3^{2-}

Introdução

Os hidróxidos duplos lamelares são baseados em uma rede de hidróxidos metálicos $\text{M}_2\text{+}/\text{M}_3\text{+}$ em que de forma geral $\text{M}_2\text{+}:\text{M}_3\text{+}$ molar pode ser 4:1, 3:1 e 2:1. Assim são produzidas cargas positivas dentro da lamela balanceadas por ânions no espaço interlamelar sendo assim um trocador aniônico. Tal propriedade permite a inserção de espécies aniônicas para promover, por exemplo, catálise heterogênea¹, remoção de metais pesados² e liberação controlada de princípios ativos³. Para realizar tais aplicações efetivamente, o material deve apresentar alta área superficial, cristalinidade e baixo teor de carbonato (para facilitar a troca iônica).

Resultados e Discussão

O HDL de Mg/Al foi sintetizado aplicando a abordagem do pH variável. Sobre uma placa de agitação, foram adicionados 100 mL de água destilada e massas de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ a um balão de fundo redondo de 250 mL com um magneto. A adição de solução de NaOH 1 mol L^{-1} foi realizada por gotejamento utilizando uma bureta. Para otimização das condições utilizou-se um planejamento fatorial²⁴. Os parâmetros variados foram: isolamento do precipitado (centrifugação [+], ou filtração [-]); lavagem com água Milli-Q (sim [+], ou não [-]); razão molar Mg/Al (3:1 [+], ou 2:1 [-]) e o meio (água destilada [+], ou água Milli-Q [-]). As amostras foram caracterizadas por Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR). Os resultados a serem analisados foram o tamanho de cristalito (Fórmula de Scherrer⁴), teor de CO_3^{2-} (deconvolução do espectro entre 1500 a 1200 cm^{-1} em FTIR).

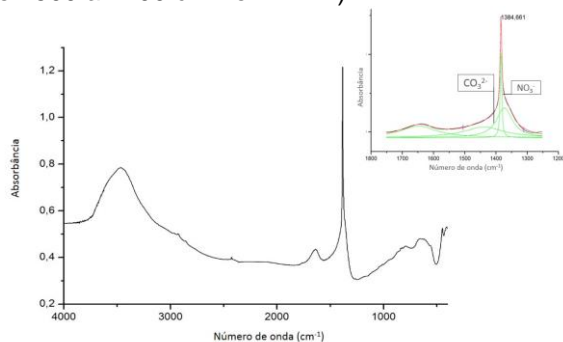


Figura 1. Espectro no infravermelho deconvoluído para estimar o grau de carbonatação.

Conclusões

Os resultados de tamanho de cristalito obtidos dos padrões de DRX não evidenciaram pelo cálculo dos efeitos qualquer interação ou fator importante no estabelecimento da cristalinidade tendo-se como base o cálculo do erro a partir das interações de terceira e quarta ordem. No que diz respeito à quantidade de carbonato, o meio tem enorme influência obtendo-se menores teores utilizando-se água Milli-Q. Interação importante é aquela entre o tipo de isolamento do precipitado e o meio, o que significa que o uso de água destilada está relacionada ao processo de filtração, enquanto a utilização de água Milli-Q tem correspondência à centrifugação. A estabilidade térmica dos materiais está no momento sendo avaliada por análise termogravimétrica.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPERJ.

¹. Silva, AC et al. J. Nanomater. 2013, 2013 1.

². Rahmanian, O. et al. Journal of Molecular Liquids 256, 2018, 9–15.

³. Mohanambe, L. et al. Inorg. Chem. 44, 2005, 2128–2130.

⁴. Weller, MT Inorganic Materials Chemistry, Oxford University Press, 1994.