

## Síntese e caracterização de vermiculitas lixiviadas silanizadas com mercaptopropil.

Maria G. Fonseca<sup>1\*</sup> (PQ), Albaneide F. Wanderley<sup>2</sup> (PQ), Luiza N. H. Arakaki<sup>1</sup> (PQ).

<sup>1</sup>Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Química, João Pessoa, PB. <sup>2</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, Campus de Picuí, PB.  
mgardennia@quimica.ufpb.br

Palavras Chave: vermiculita, lixiviação controlada, organofuncionalização.

### Introdução

A lixiviação ácida de argilominerías tem sido utilizada com o objetivo de melhorar as propriedades texturais e a reatividade da superfície da matriz, facilitando a incorporação de moléculas orgânicas na superfície dos sólidos<sup>1</sup>. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi a obtenção de novos híbridos inorgânico-orgânicos formados pela reação entre a vermiculitas lixiviadas com HCl e, posterior silanização com mercaptopropiltrimetoxissilano. Na lixiviação, a vermiculita V0 reagiu HCl 2,0 mol dm<sup>-3</sup> na razão 1g:10cm<sup>3</sup>, sob agitação mecânica, a temperatura ambiente nos tempos de 24 h (V1), 48 h (V2), 72 h (V3) e 96 h (V4). As suspensões foram filtradas e lavadas com água deionizada até teste de cloreto negativo. Na silanização, os sólidos V0, V1, V2, V3 e V4 foram ativados em vácuo, a 393 K. Em seguida, 3,0 g de suporte foram dispersos em 100,0 cm<sup>3</sup> de xileno, sob agitação a temperatura de 353 K em N<sub>2</sub>. Em seguida, adicionou-se 5 ml do agente sililante deixando a reação por 48 h. Os sólidos (V0-SH, V1-SH, V2-SH, V3-SH e V4-SH) obtidos foram lavados com uma mistura de propanona e etanol e secos sob vácuo durante 24 h.

### Resultados e Discussão

Os dados de DRX mostraram que à medida que o tempo da lixiviação aumentou, a cristalinidade dos sólidos diminuiu. Este comportamento foi atribuído a maior quantidade de metais dissolvidos durante o processo de lixiviação e, portanto, há uma estruturação da vermiculita precursora. Os dados de área superficial foram 114, 230, 324, 496 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> para os sólidos Vx (x=1 a 4) respectivamente. Para vermiculita V0, o valor é de 16 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>. Isto indica que a lixiviação controlada permite a alteração das propriedades texturais com formação de sólidos de alta área superficial. Os dados de análise química indicaram que o teor de SiO<sub>2</sub> aumentou devido à saída de outros componentes como alumínio, ferro e magnésio que diminuíram significativa à medida que o tempo reacional cresceu. Os resultados de análise elementar carbono e enxofre (Tabela 1) mostra que a quantidade máxima de grupos orgânicos (n) imobilizados foi de 3,12 mmol g<sup>-1</sup>, no sólido V4-SH. A reação de silanização com a vermiculita, nas mesmas condições, não ocorreu. O tratamento ácido conduziu a algumas mudanças nos espectros na região do infravermelho dos sólidos lixiviados em relação à vermiculita sódica. O pico referente aos

grupos siloxanos em 1000 cm<sup>-1</sup> foi deslocado para a região entorno de 1071 cm<sup>-1</sup>, característico das silicas, enquanto que o estiramento vibracional referente a ligação Al-O diminuiu sua intensidade. O movimento vibracional da ligação Al-O (Al octaédrico) surge nas amostras lixiviadas entorno de 800 cm<sup>-1</sup>. Em 975 cm<sup>-1</sup> foi possível identificar uma pequena banda relacionada a deformação axial dos grupos silanóis (Si-O-H) formados. Os espectros dos sólidos modificados indicaram a presença de dois novos picos em 2942 e 2858 cm<sup>-1</sup> referentes à vibração de estiramento assimétrico e simétrico do grupo (C-H) para todos os sólidos, além das vibrações típicas do precursor.

Tabela 1. Dados de CS (%) para os sólidos modificados e n é o número de grupos orgânicos

Sólidos	%C	%S	n
V1-SH	2,28	1,64	0,64
V2-SH	3,92	3,36	1,10
V3-SH	8,75	8,13	2,50
V4-SH	11,99	10,30	3,12

O RMN de <sup>29</sup>Si no estado sólido permitiu diferenciar o ambiente químico em torno do silício nas estruturas dos precursores e dos híbridos. Após as reações de silanização, foi possível identificar os grupos T<sup>3</sup>, T<sup>2</sup> e T<sup>1</sup> (Figura 1), confirmando a reação de silanização. Os picos em -59 (T<sup>2</sup>) e -68 (T<sup>3</sup>) ppm foram atribuídos aos grupos trialcóxissilanos ancorados na superfície de formas bidentada e tridentada, respectivamente. Os espectros de RMN de <sup>13</sup>C dos sólidos funcionalizados mostraram um sinal em 13 ppm refere-se ao carbono diretamente ligado ao átomo de silício e mais um sinal de ressonância mais intenso na região entre 27-28 ppm, atribuído aos outros dois carbonos da cadeia.

### Conclusões

Os resultados apresentados sugerem que a lixiviação controlada da vermiculita com HCl em tempos de até 96h formam sólidos porosos de alta área superficial que possuem reatividade frente à silanos melhoradas.

### Agradecimentos

CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.

<sup>1</sup>Steudel, A.; Batenburg, L. F.; Fischer, H., *Applied Clay Sci.*, 2009, 44, 95.