

PREPARAÇÃO DE MATERIAIS HÍBRIDOS USANDO CRISOTILA COMO MATERIAL FIBROSO

L. A. Rodrigues, R. E. da Silva, M. P. Theodoro, L. J., Maschio, M. L. C. P. da Silva

Escola de Engenharia de Lorena-USP/Departamento de Engenharia Química, CP-116, Lorena-SP, Brasil, CEP: 12600-000, e-mail: mlcaetano@dequi.eel.usp.br.

Resumo- A proposta deste trabalho a é utilização de compostos híbridos baseados em constituintes de origem natural tendo como objetivo a geração de materiais de baixo custo e com propriedades diferenciadas. Preparou-se materiais híbridos de diferentes proporções a base de crisotila e óxido de nióbio hidratado (Crisotila/ $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) e caracterizou-se por termogravimetria (TG), bem como por difração de raios-X (DRX). Por DRX, observa-se alteração na cristalinidade da crisotila pela presença do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ em sua superfície. A interação entre a crisotila e o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ pode ser confirmada por TG e DRX.

Palavras-chave: crisotila, óxido de nióbio hidratado, compostos híbridos.

Área do Conhecimento: Engenharias

Introdução

A crisotila é um silicato de magnésio hidratado fibroso de fórmula química $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, encontra-se na forma de fibras flexíveis, finas e sedosas e apresenta boas propriedades térmicas e mecânicas, bem como a resistência ao intemperismo. Por isso pode ser aplicada em processos industriais diversos. Essa fibra é bastante resistente ao sol e muito estável à altas temperaturas. Acima de 450°C , o hidróxido de magnésio superficial é irreversivelmente convertido a óxido de magnésio e as fibras tornam-se quebradiças (VALENTIM e JOEKES, 2006).

A preparação do óxido de nióbio hidratado por precipitação convencional, partindo do nióbio metálico tem demonstrado bons resultados no estudo catalítico das reações químicas, bem como nos processos de adsorção. O óxido de nióbio hidratado é normalmente obtido como precipitado branco com grau de hidratação variável (SANTOS *et al.*, 2002), apresentando características como alta atividade catalítica, seletividade e estabilidade para muitas reações (USHIKUBO *et al.*, 1993).

As mais recentes tecnologias requerem materiais com combinação de propriedades que não são encontradas nos materiais convencionais. Materiais híbridos são preparados pela combinação de componentes e constituem uma alternativa para produção de novos materiais multifuncionais, com larga faixa de aplicações (JANEGITZ *et al.*, 2007).

O objetivo desse trabalho é a síntese de um material híbrido a partir da deposição de óxido de nióbio (V) hidratado na superfície da crisotila via precipitação convencional (PC).

Metodologia

O $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ foi preparado pela dissolução de Nb em HNO_3 (65%) e HF (40%) na proporção 1:3 molar. Depois de todo material solubilizado, adicionou-se NH_4OH (1:3, 10 mL de NH_4OH e 30 mL de água deionizada), sob agitação constante até precipitação do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Em seguida o material foi filtrado, lavado com água deionizada até pH~6 e seco em estufa a 50°C até peso constante.

O híbrido crisotila/ $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (1:1 ou 2:1) foi preparado pela dissolução de Nb em HNO_3 (65%) e HF (40%) na proporção 1:3 molar. Depois de todo material solubilizado, adicionou-se NH_4OH (1:3, 10 mL de NH_4OH e 30 mL de água deionizada), sob agitação constante até pH~2. Adicionou-se as fibras de crisotila deixando-se em repouso por 30 min sem agitação. Após esse tempo, adicionou-se NH_4OH (1:3), sob agitação até precipitação do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (pH~8). A solução ficou em repouso por cerca de 12 h. Após esse período o material foi filtrado, lavado com água deionizada até pH~6 e seco em estufa a 120°C até peso constante.

Os materiais preparados foram caracterizados por difratometria de raios X (DRX) e termogravimetria (TG).

Os difratogramas foram obtidos em um difratômetro de raios-X da marca Shimadzu modelo XRD-6000, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha$, 30 kV, 40 mA, varredura 0,05 ($2\theta/5$ s) para valores de 2θ entre 10 e 70° .

A análise térmica foi realizada em uma termobalança da marca Shimadzu modelo TG-50, com razão de aquecimento $20^\circ\text{C min}^{-1}$ em fluxo

de nitrogênio, no intervalo de temperatura de 25 a 900 °C.

Resultados

Os difratogramas de raios X dos materiais preparados e da crisotila são mostrados nas Figuras de 1 a 4.

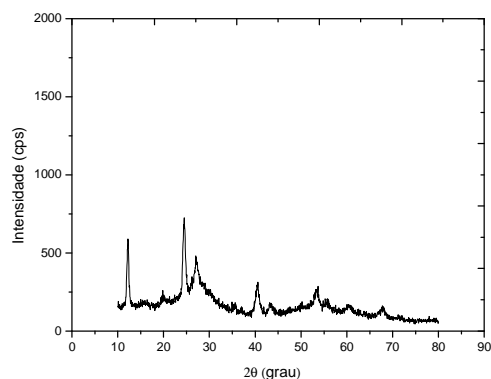


Figura 1- Difratograma de raios X do híbrido 1:1.

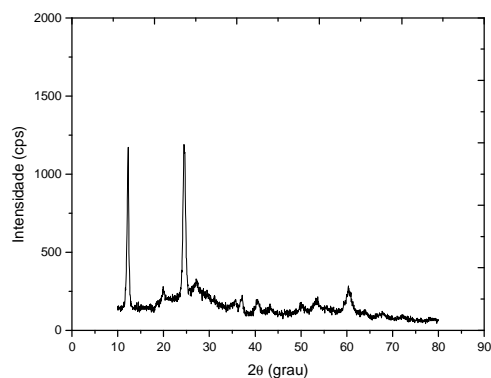


Figura 2- Difratograma de raios X do híbrido 2:1.

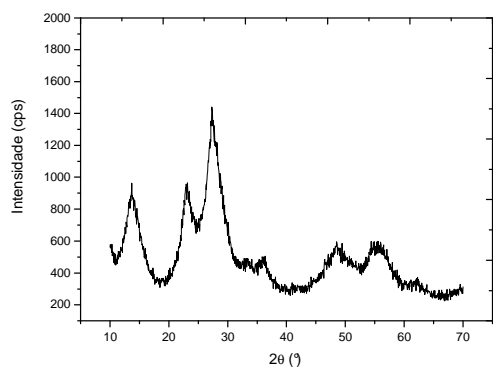


Figura 3- Difratograma de raios X do Nb₂O₅.nH₂O.

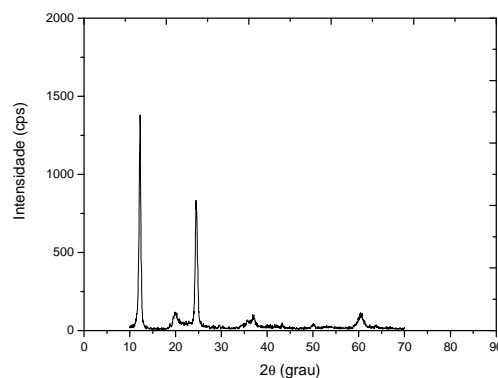


Figura 4- Difratograma de raios X da crisotila.

As curvas TG dos materiais híbridos e da crisotila são apresentadas nas Figuras de 5 a 8.

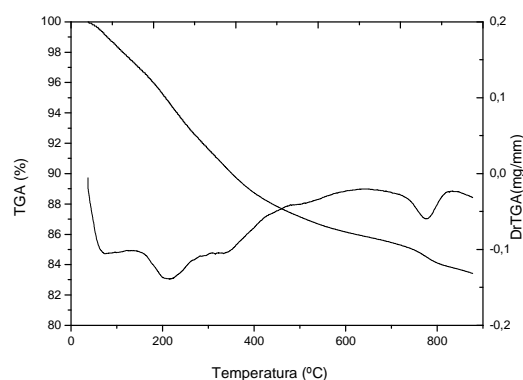


Figura 5- Curva TG do material híbrido 1:1.

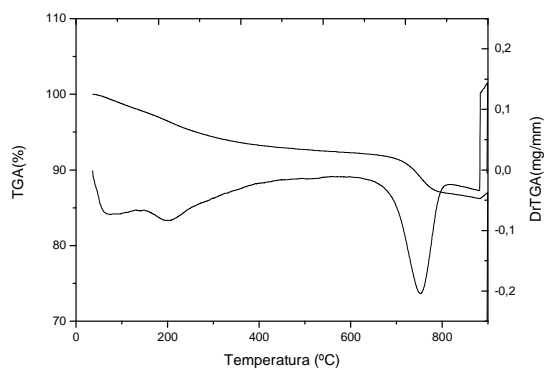


Figura 6- Curva TG do material híbrido 2:1.

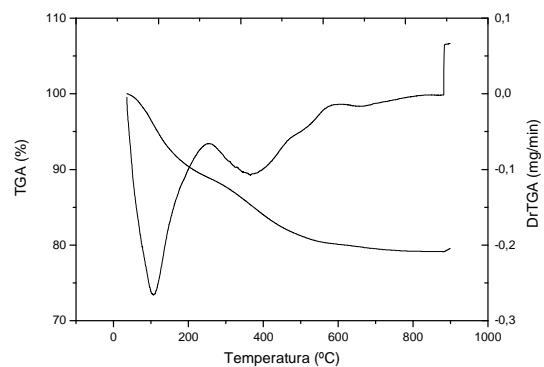


Figura 7- Curva TG do Nb₂O₅.nH₂O.

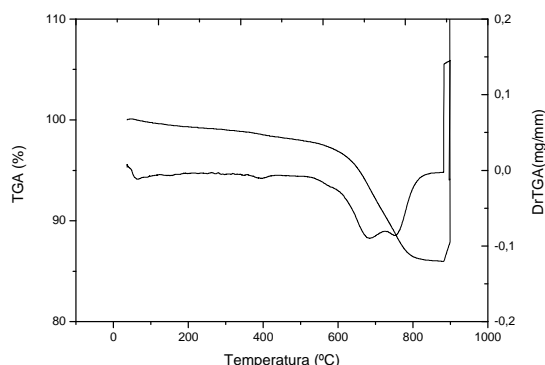


Figura 8- Curva TG da crisotila.

A Tabela 1 mostra a porcentagem de perda de massa ocorrida nos híbridos.

Tabela 1- Resultados obtidos por meio das curvas TG para os materiais preparados, com perda de massa (Mp), intervalo de temperatura (ΔT), temperatura de maior velocidade de perda de massa obtida pela curva diferencial (dM).

Híbrido	dM (°C)	ΔT (°C)	Mp (%)
(1:1)	75	25-150	2,9
	219	150-350	5,8
	777	350-900	7,6
			$\Sigma=16,3$
(2:1)	80	25-125	1,3
	176	125-400	4,4
	758	400-900	9,0
			$\Sigma=14,7$
Nb ₂ O ₅ .nH ₂ O	107	25-250	9,0
	367	250-800	11,6
			$\Sigma=20,6$
crisotila	—	25-500	2,0
	684	500-900	11,8
	764		
			$\Sigma=13,8$

Discussão

Os difratogramas de raios X dos materiais preparados e da crisotila (Figuras de 1 a 4) apresentam picos definidos, revelando seu caráter cristalino. Pode-se observar que a deposição do Nb₂O₅.nH₂O nas fibras de crisotila ocasiona uma redução na cristalinidade do material. Os difratogramas dos materiais (Figuras 1, 2 e 4) apresentam reflexões correspondentes à da ficha cristalográfica da crisotila (JCPDS nº 25-0645). Não foi possível a identificação das reflexões do óxido de nióbio hidratado por não haver fichas JCPDS para o óxido de nióbio hidratado.

Através da Tabela 1 observa-se um redução na quantidade de massa perdida com o aumento da proporção de crisotila nos híbridos, evidenciando a interação crisotila/Nb₂O₅.nH₂O. As curvas TG dos híbridos (Figuras 5 e 6) apresentam perda de massa ocorrendo em três etapas distintas, enquanto que a curvas do óxido metálico

hidratado e da crisotila apresentam perda em duas etapas distintas (Figuras 7 e 8). Para o Nb₂O₅.nH₂O a primeira etapa a perda de massa é decorrente da eliminação das moléculas de água mais fracamente ligadas à matriz e a segunda devido à eliminação das moléculas de água mais fortemente ligadas à matriz (TAGLIAFERRO *et al.*, 2005), enquanto que para a crisotila a perda referente à segunda etapa é decorrente da desidroxilação dos grupos Mg-OH (FONSECA e AIROLDI, 1999). Para os híbridos a primeira etapa de perda de massa é decorrente da eliminação das moléculas de água mais fracamente ligadas à matriz, a segunda devido à eliminação das moléculas de água mais fortemente ligadas à matriz e na terceira a perda pode ser atribuída à desidroxilação dos grupos Mg-OH (TAGLIAFERRO *et al.*, 2005; FONSECA e AIROLDI, 1999). Pode-se observar no primeiro e no segundo intervalo de perda uma diminuição na temperatura de decomposição para os materiais híbridos em relação ao Nb₂O₅.nH₂O, decorrente da interação crisotila/Nb₂O₅.nH₂O.

Conclusão

Variando-se a razão crisotila/Nb₂O₅.nH₂O pode-se gerar materiais híbridos com propriedades diferenciadas. A interação entre a crisotila e o Nb₂O₅.nH₂O pode ser confirmada por TG e DRX.

Referências

- FONSECA, M. G.; AIROLDI, C. Action of silylating agents on a chrysotile surface and subsequent reactions with 2-pyridine and 2-thiophene carbaldehydes. **J. Mater. Chem.** V.9, p.1375-1380, 1999.
- JANEGITZ, B. C.; MARCOLINO JUNIOR, L. H.; FATIBELLO-FILHO, O. Anodic stripping voltammetric determination of copper (II) in wastewaters using a carbon paste electrode modified with chitosan. **Quim. Nova** V.30, n.7, p.1673-1676, 2007.
- SANTOS, A. C. B.; KOVER, W. B.; FARO, A. C. J. Transition metal oxides additivated with sulphate or phosphate as catalysts for the cracking of cumene and supports for sulphided nickel-tungsten hydrocracking catalysts. **Applied Catalysis A: General**, V. 153, p. 83-101, 1997.
- TAGLIAFERRO, G. V.; SILVA, G. L. J. P.; SILVA, M.L. C. P. Influência do agente precipitante na preparação do óxido de nióbio (v) hidratado pelo

método da precipitação em solução homogênea.

Quim. Nova, V.28, p.250-254, 2005.

-USHIKUBO, T.; IIZUKA, T.; HATTORI, H.; TANABE, K. Preparation of highly acidic hydrated niobium oxide. **Catalysis Today**, V. 16, p. 291-295, 1993.

-VALENTIM, I. B.; JOEKES, I. Adsorption of sodium dodecylsulfate on chrysotile. **Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects**, V. 290, p. 106–111, 2006.