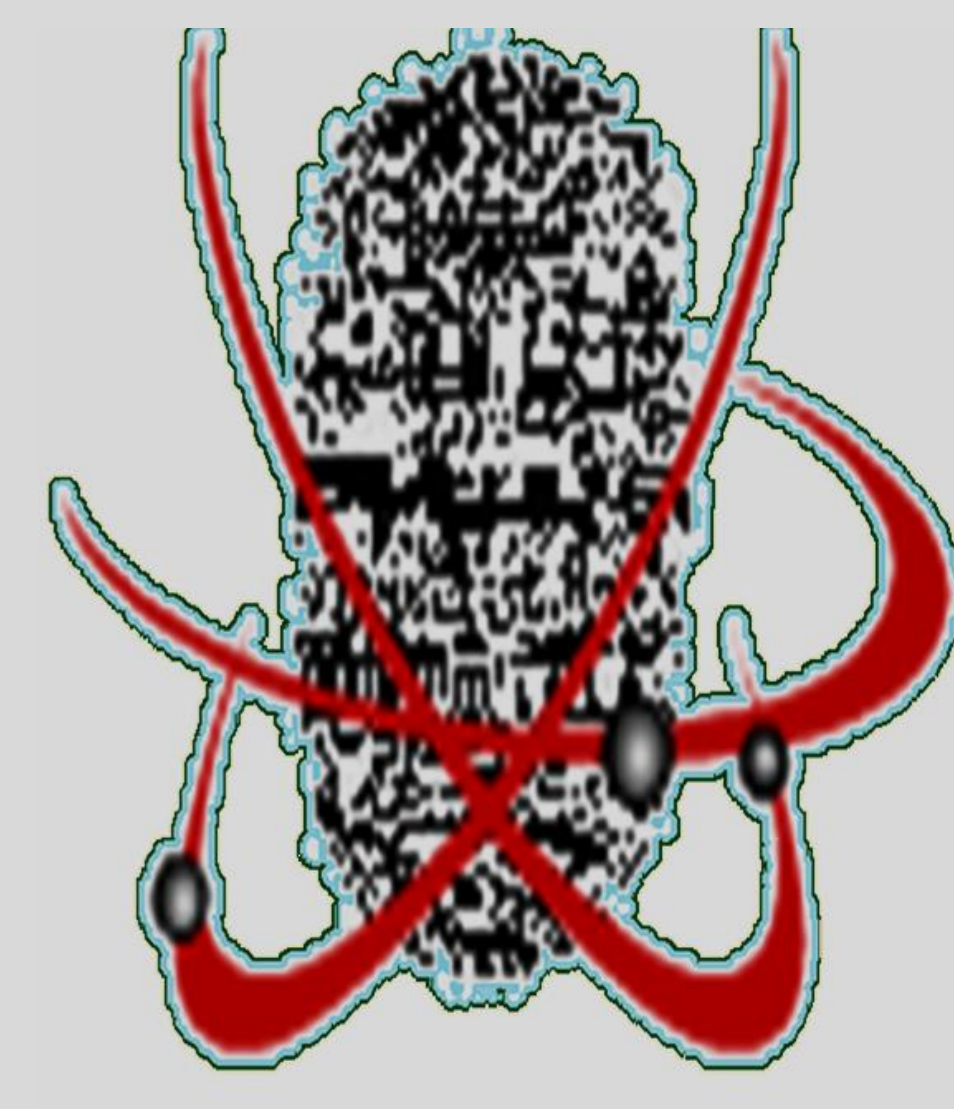




CARACTERIZACIÓN DE NANOCOMPUESTOS Cu²⁺-MONTMORILLONITA CON POSIBLES APLICACIONES AGRÍCOLAS

Autores: Ávila, Graciela Noemí¹, Arroyo, Julio Cesar² y Burgos, Mauro Exequiel³
Departamento de Química, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de Salta
Avenida Bolivia 5150, A4408FVY Salta, Argentina.

graciela.avila@exa.unsa.edu.ar¹, julioarroyo@exa.unsa.edu.ar², mauroexe.burgos@gmail.com³



C.I.U.N.Sa

Universidad
Nacional de Salta

INTRODUCCIÓN

Las nuevas plantaciones de citrus deben en lo posible estar libres de enfermedades provocadas por plagas. Los materiales inorgánicos antimicrobianos están constituidos por iones de metales pesados con acción biocida, como plata, zinc y cobre. Se propone estudiar las características fisicoquímicas de un material Cu²⁺-montmorillonita partiendo de una arcilla bentonítica procedente de la Patagonia Argentina (Río Negro), con posibles aplicaciones agrícolas.

OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es realizar la caracterización fisicoquímica de una arcilla bentonítica procedente de la Patagonia Argentina (Río Negro), para preparar compuestos Cu²⁺-montmorillonita con aplicaciones agrícolas.

MATERIALES Y MÉTODOS

Para la preparación de la arcilla, se pesaron 120 g de la misma y se colocaron en una probeta de 2 L, se enrazó con agua destilada, se homogeneizó y se esperó hasta que se deposite la arena. Por sifonado se extrajo la suspensión de arcilla separando así la fracción fina y descartando la constituida por arena. Se agregó 117 g de NaCl (s) en la suspensión de arcilla y se enrasó con agua destilada a 2 L obteniéndose una concentración de NaCl 1 M. Se dejó reposar 24 horas y se retiró el líquido claro por sifonado.

Se centrifugó la suspensión resultante a una velocidad de 7000 rpm durante 4 min. Se resuspendió para lavar y se repitió el procedimiento hasta que se obtuvo una suspensión estable no separable por centrifugación. Posteriormente se separó la fracción menor a 2 µm, para ello se colocó la suspensión arcillosa en un cilindro de Atterberg y se enrasó a 40 cm con agua destilada.

Se dejó reposar 16 horas y se extrajo por sifonado los primeros 20 cm. Se repitió hasta alcanzar una situación de compromiso entre el agua agregada y la arcilla <2 µm. Luego se procedió a secar en estufa a 100°C durante 48 hs. Finalmente la arcilla seca fue molida en mortero y tamizada, separándose la fracción <100 µm. De este modo se obtuvo el material homoionizado.

Cinéticas de adsorción: determinación de tiempos de equilibrio y parámetro cinéticos

El estudio en batches individuales, se realizó usando frascos plásticos cerrados donde se colocaron 100 mg de mineral y sobre él se agregaron 8 mL de agua destilada y luego 2 mL de solución del metal de concentración 1000 ppm, se los colocó en agitación y se retiraron a distintos tiempos: 10, 30, 45, 60, 90, 120, 180, 240 y 360 minutos. Luego se sometieron a centrifugación y posteriormente se determinaron las concentraciones de los metales en los sobrenadantes mediante Espectroscopia de Absorción Atómica (Equipo GBC 904AA). La experiencia se realizó por duplicado.

Los parámetros cinéticos se obtuvieron a partir de ajustar los datos obtenidos en la cinética de adsorción a los modelos de *pseudo primer orden* y al modelo de *pseudo segundo orden*.

Isotermas de adsorción y determinación de parámetros de equilibrio

Para la obtención de las diferentes isotermas de adsorción, se prepararon soluciones individuales de concentración exactamente conocida y de forma creciente. Las mismas se pusieron en contacto con cada material el tiempo de equilibrio determinado previamente. Transcurrido el tiempo específico, se centrifugó cada solución y se midió la concentración del sobrenadante mediante Espectroscopia de Absorción Atómica, para luego calcular la cantidad de masa adsorbida. Se trabajó a 2 niveles de pH diferentes 6 y 5,5.

Los parámetros de equilibrio se obtuvieron al ajustar los datos obtenidos en las isotermas, mediante los modelos de Langmuir y de Freundlich.

Análisis por difracción de rayos X

Se dispersaron 22 mg de arcilla con ultrasonido en 1,5 mL de agua destilada y la suspensión fue pipeteada sobre un vidrio y secada a temperatura ambiente 48 hrs. Se empleó un difractómetro PANALYTICAL, X'pert PRO equipado con ánodo de Cu, monocromador de grafito, voltaje de 40 Kv y corriente de 40 mA. La velocidad de escaneo fue de 0.02°/seg, con un paso de 10 seg y 2θ en un rango de 3° a 70°.

Termogravimetría y Análisis Térmico Diferencial

Los estudios de termogravimetría y análisis térmico diferencial se realizaron simultáneamente, en un equipo Rigaku TAS 1100 empleando un rango de temperatura desde condiciones ambientales hasta 1200 °C, con una velocidad de calentamiento de 20 °C/min en atmósfera estática de aire, empleando alrededor de 20 mg de material.

RESULTADOS Y DISCUSIONES

Se determinó que la capacidad de intercambio catiónico fue de 98 meq/100g. Los parámetros cinéticos de la adsorción de Cu²⁺ en montmorillonita se obtuvieron a partir del ajuste de datos obtenidos a los modelos de *pseudo primer orden* y *pseudo segundo orden*, siendo este último el que mejor ajusta, alcanzándose el tiempo de equilibrio a las 4 horas. Los valores de Q (meq/100g arcilla) obtenidos, se encuentran en un rango de 65 a 85 /100 g arcilla, lo que corresponde con el rango específico de montmorillonitas de tipo cálcicas, que por lo común de su composición se deduce que son éstos los metales libres interlaminares intercambiables durante el proceso de adsorción. Se observa de acuerdo a los datos experimentales que la bentonita presenta un buen ajuste al modelo de Langmuir con un coeficiente de correlación de Pearson de **0,9876**. En los ámbitos estudiados, no es muy significativo el efecto del pH en el proceso de adsorción.

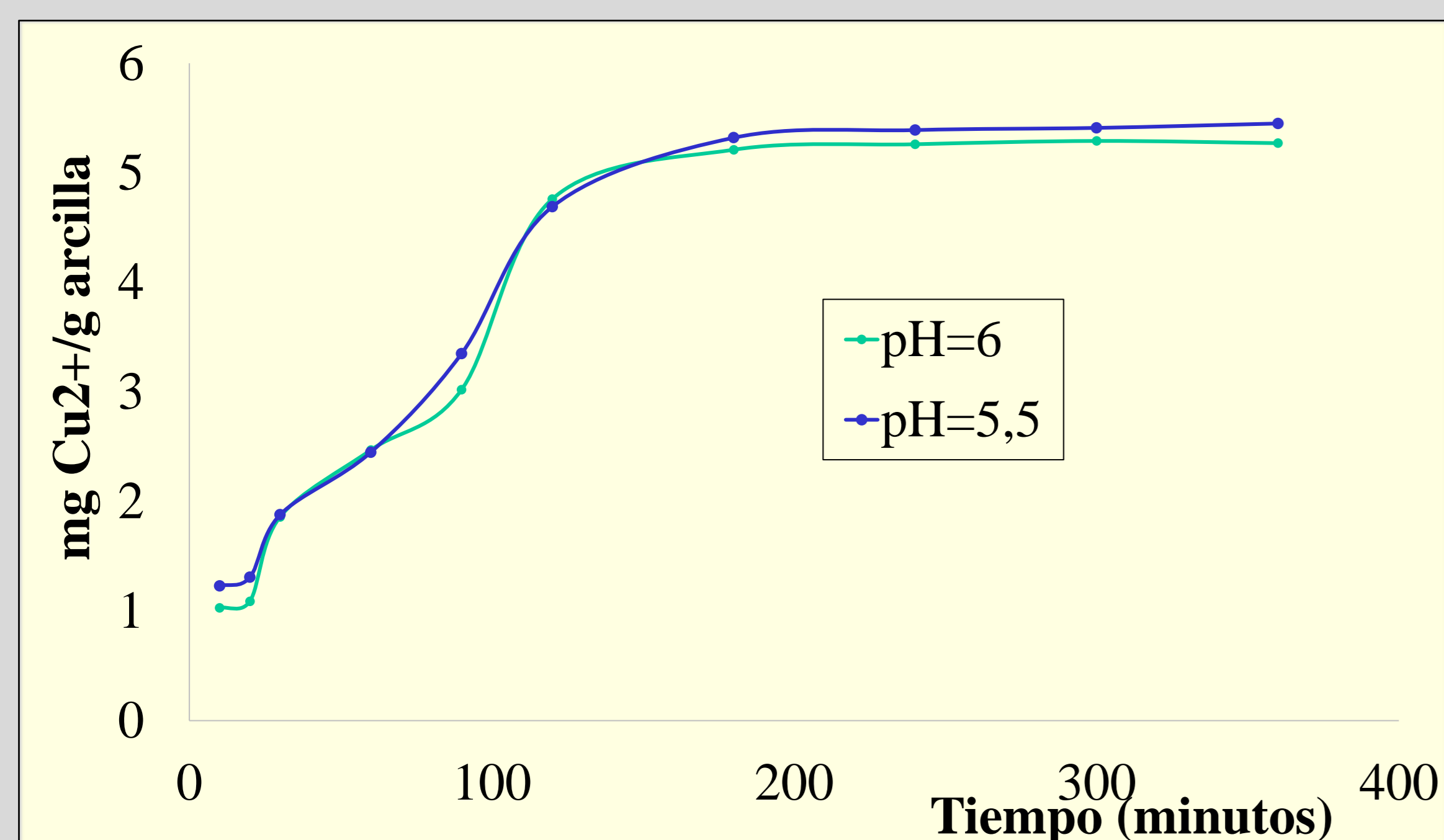


Figura1. Tiempo de equilibrio para Cu²⁺

Parámetros	Langmuir	
	pH=6	pH=5,5
q _{max} (mg ads/g)	15,34	14,68
β (L/mg)	0,03	0,02
R ²	0,9876	0,912
Parámetros	Freundlich	
	pH=6	pH=5,5
K _f (L/g)	3,84	3,72
N	3,55	7,16
R ²	0,9748	0,9941

Cuadro 1. Parámetros de Equilibrio

<i>pseudo segundo orden</i>	Cu ²⁺
q _{eq experimental} (mg/g)	4,605
q _{eq} (mg/g)	4,554
K ₂ (g/mg minutos)	0,015
R ²	0,9863

Cuadro 2. Parámetros Cinéticos

StotalBET (m ² /g)	S _{EXT} (m ² /g)	S _{µp} (m ² /g)	V _{µp} (cm ³ /g)	V _{meso} (cm ³ /g)
67	19	48	0,32	0,78

Cuadro 3. Parámetros de superficie

CONCLUSIÓN

En los análisis termogravimétricos se encuentra una pérdida progresiva de masa hasta que culmina la experiencia alcanzados los 1000 °C. Esta pérdida corresponde en la primera parte a la pérdida de moléculas de agua adsorbidas en la superficie seguido por la etapa de deshidroxilación. En el Análisis térmico diferencial se distingue un pico exotérmico alrededor de los 100 °C correspondiente a la pérdida de agua fisisorbida.

Se encontró además que el área específica BET fue de 67 m²/g para el material estudiado. Y que el volumen de poro determinado es de 0,78 cm³/g lo que indica que se trata de un material mesoporoso.

Empleando análisis por difracción de Rayos X se pudo determinar mediante el pico de reflexión, d001, que la distancia interlaminares es de 12,27 Å.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Y. Zhou, M. Xia, Y. Ye, C. Hu, Antimicrobial ability of Cu²⁺-montmorillonite, Appl. Clay Sci. 27 (2004) 215–218
- (2) K.C. Carson, J.G. Bartlett, T.J. Tan, T.V. Riley, In vitro susceptibility of methicillin-resistant Staphylococcus aureus and methicillin-susceptible Staphylococcus aureus to a New antimicrobial, copper silicate, Antimicrob. Agents Chemother. 51 (2007) 4505–4507.
- (3) Naranjo, P. M.; Molina, J.; Sham, E. L. and Farfán Torres, E. M. Química Nova (2015) Synthesis and characterization of HDTMA-organoclays: insights into their structural properties (36).166-171.