

SÍNTESE DA CAULINITA PIROFOSFATO PARA INTERCALAÇÃO DE VITAMINA B1 VISANDO APLICAÇÃO COMO SUPLEMENTO VITAMÍNICO

Data de aceite: 02/05/2023

Andriéli Corrêa de Aquino

Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, LIMAN.
Naviraí – MS

Cintia Hisano

Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, LIMAN.
Naviraí – MS

Graciele Vieira Barbosa

Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, LIMAN.
Naviraí – MS

Alberto Adriano Cavalheiro

Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul, LIMAN.
Naviraí – MS

para aumento da biodisponibilidade de tiamina associada ao pirofosfato. A argila precursora foi obtida pelo método da coprecipitação e purificada por controle de medidas multiparâmetros e depois submetida a um processo de fixação do grupo pirofosfato na matriz antes executar a intercalação de tiamina, o princípio ativo da vitamina B1. Todos os intermediários foram caracterizados por espectroscopia no infravermelho, de modo a entender como o grupo pirofosfato e também a molécula de tiamina são ancorados na matriz da caulinita pirofosfato. Foi observado que o grupo pirofosfato se ancora predominantemente na superfície da rede de tetraedros de silicato da estrutura caulinita e que a tiamina é ancorada através dos grupos amina de sua molécula.

PALAVRAS-CHAVE: Argila sintética, caulinita, pirofosfato, tiamina.

SYNTHESIS OF PYROPHOSPHATE KAOLINITE FOR INTERCALATION OF VITAMIN B1 AIMING FOR APPLICATION AS A VITAMIN SUPPLEMENT

ABSTRACT: The development of pure synthetic clays with compositional control

RESUMO: O desenvolvimento de argilas sintéticas puras e com controle composicional para aplicações como matrizes para intercalação de fármacos, como as vitaminas hidrossolúveis atende uma demanda por novos produtos farmacêuticos de alto desempenho. Neste trabalho, foi investigado um procedimento de intercalação de vitamina B1 em uma matriz de argila sintética de caulinita pirofosfato

for applications such as matrices for drug intercalation, such as water-soluble vitamins, meets a demand for new high-performance pharmaceutical products. In this work, a procedure of intercalation of vitamin B1 in a synthetic clay matrix of pyrophosphate kaolinite was investigated to increase the bioavailability of thiamine associated with pyrophosphate. The precursor clay was obtained by the coprecipitation method and purified by controlling multiparameter measurements and then subjected to a process of fixation of the pyrophosphate group in the matrix before executing the intercalation of thiamine, the active principle of vitamin B1. All intermediates were characterized by infrared spectroscopy, in order to understand how the pyrophosphate group and also the thiamine molecule are anchored in the kaolinite pyrophosphate matrix. It was observed that pyrophosphate group is anchored predominantly on the surface of the silicate tetrahedra network of the kaolinite structure and that thiamine is anchored through the amine groups of its molecule.

KEYWORDS: Synthetic clay, kaolinite, pyrophosphate, thiamine.

1 | INTRODUÇÃO

Muitos recursos naturais tendem a se esgotar em um futuro não muito distante, o que tem impulsionado muitas pesquisas na busca de fontes alternativas e renováveis, com especial preocupação com o esgotamento de alguns minérios e argilas. Muitos depósitos de argilas nas margens de córregos e rios se apresentam contaminados, mas a agricultura e a pecuária extensiva também contribuem para este quadro. Os principais depósitos de argila no mundo estão em regiões subdesenvolvidas, como América do Sul, África Central e Índia, geralmente sem leis ambientais rígidas (SANTOS, 1992; TEIXEIRA-NETO & TEIXEIRA-NETO, 2009).

Muitas argilas naturais apresentam contaminantes que inviabilizam o uso como matéria-prima de cosméticos (KION, 2023; VEEGUM, 2023), elementos filtrantes e aditivos de preenchimento em alguns tipos de produtos ou outras aplicações em que a variação composicional é um fator limitante para aplicação em escala, como em matrizes para intercalação de fármacos e outros princípios ativos de interesse (FARAMAWY *et al.*, 2016; ZHOU *et al.*, 2018).

As argilas de filossilicato vêm se mostrando promissoras para formulação de fármacos de liberação controlada, dentro do conceito de “drug delivery”, especialmente aqueles de posologia oral ou de uso tópico. As argilas sintéticas ainda possuem a vantagem de poderem ser modificadas para conferir propriedades diferenciadas das argilas naturais, como a adição de algum componente da matriz argilosa em sinergia com o metabolismo do fármaco intercalado (TAMURA *et al.*, 2006; PERIOLI *et al.*, 2011).

As principais características químicas dos materiais adsorventes aplicados como matrizes para fármacos são a morfologia e estrutura em camadas, como nos filossilicatos, mas também a afinidade química de sua superfície com grupos funcionais específicos das moléculas dos princípios ativos a serem intercalados. Diversas vitaminas possuem

afinidade química com o espaço intercamadas dos filossilicatos, entre elas as vitaminas hidrossolúveis, como a vitamina C e as do complexo B (GROPPER & SMITH, 2012; RUBERT, *et al.*, 2017).

E uma destas vitaminas é de especial interesse para formulação de suplementos, a vitamina B1, cada vez menos disponível no organismo devido ao aumento do consumo de alimentos processados e pobre em cereais não beneficiados. E isso porque a tiamina, o princípio ativo da vitamina B1, só é encontrada em altos teores nas cascas destes cereais e os sintomas de sua carência só se manifesta depois de longos períodos de carência. Deste modo, o objetivo deste trabalho foi desenvolver procedimentos experimentais de obtenção da argila de caulinita pirofosfato intercalada com tiamina visando obter um biomaterial para posterior estudo como suplemento vitamínico de liberação controlada de vitamina B1.

2 | METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Os reagentes utilizados para a síntese das amostras foram metassilicato de sódio hidratado $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (Dinâmica), nitrato de alumínio nonahidratado $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Dinâmica), hidróxido de sódio NaOH (Neon), hidrogenofosfato de amônio $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (J. T. Baker) e cloridrato de tiamina $\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{ClN}_4\text{OS} \cdot \text{HCl}$ (Êxodo Científica). O ajuste de pH foi feito com ácido nítrico 65 % HNO_3 (VETEC) e os processos de dissolução e diluição de reagentes, bem como a purificação da argila, com água destilada obtida de um destilador do tipo Pilsen, apresentando condutividade iônica variando de 5 a 30 $\mu\text{S cm}^{-1}$. Os resíduos gerados nos procedimentos foram armazenados em recipientes apropriados, sendo destinados a tratamento adequado antes do descarte final.

Visando observar as variações das características da argila precursora até a intercalação final da amostra de Caulinita Pirofosfato com Tiamina, amostras intermediárias também foram caracterizadas, incluindo amostras não fosfatadas para comparação. A relação das amostras, com suas composições nominais e condições de obtenção é mostrada na Tabela 1.

Amostra	Descrição	Composição nominal	Condição de Obtenção
CH	Caulinita Hidroxilada	$\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$	Precipitação, digestão, purificação, secagem a 100 °C e trituração.
CF	Caulinita Fosfatada	$\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_4(\text{HPO}_4)_2$	Adição de hidrogenofosfato de amônio na amostra CH, secagem a 150 °C e trituração.
CS	Caulinita Seca	$\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$	Amostra CH sem adição de hidrogenofosfato de amônio e processada como a amostra CF.
CP	Caulinita Pirofosfato	$\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_4\text{P}_2\text{O}_7$	Tratamento térmico da amostra CF a 450 °C e trituração.
CC	Caulinita Calcinada	$\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{12}(\text{OH})_4$	Tratamento térmico da amostra CS a 450 °C e trituração.

CPT	Caulinita Pirofosfato + Tiamina	$Al_4Si_4O_{11}(OH)_3P_2O_7 + C_{12}H_{17}N_4OS$	Suspensão aquosa da amostra CP em solução de Cloridrato de Tiamina e secagem a 60 °C.
-----	---------------------------------------	--	---

Tabela 1: Descrição das amostras de argila desde a argila precursora até o material final de caulinita pirofosfato intercalada com tiamina.

O procedimento de obtenção da argila precursora teve início com a padronização por gravimetria do metassilicato de sódio hidratado, pois o controle da razão entre silício e alumínio depende da aferição do grau de hidratação exato deste reagente. O procedimento foi conduzido usando parâmetros de calcinação capazes de produzir o silicato de sódio Na_2SiO_3 , cuja massa final calcinada é usada para obter o título percentual em relação a massa de reagente hidratado $Na_2SiO_3 \cdot xH_2O$.

O procedimento foi feito em triplicata, usando cadinhos de porcelana para calcinar as amostras a 550 °C por 2 h, com taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹ e resfriamento livre (HAYNES et al., 2015). Os dados foram usados para obter um valor médio de título percentual, permitindo corrigir a massa de reagente metassilicato de sódio hidratado e obter a composição nominal de caulinita $Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$, após purificação e secagem a 100 °C. Assim, a argila precursora foi obtida por coprecipitação rápida usando soluções de nitrato de alumínio III nonahidratado e de metassilicato de sódio hidratado. As massas de cada reagente foram pesadas com base em cálculos estequiométricos e dissolvidas em 200 mL de água destilada, antes de serem adicionadas simultaneamente em um béquer reacional de 1 L contendo 200 mL de solução de hidróxido de sódio em quantidade calculada para obter a argila precursora $Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$, mantendo a solução em vigorosa agitação durante toda a coprecipitação, que durou em torno de 20 s (Figura 1.a).

O volume foi aumentado para 800 mL com água destilada e o pH ajustado para 10 com ácido nítrico 65 % antes de aquecer a suspensão a 80 °C e manter por 2 h em agitação. Após resfriamento (Figura 1.b) e sedimentação por 24 h (Figura 1.c), a amostra foi purificada em dois estágios por filtração em funil de Buchner com bomba de vácuo e lavagem com porções de 500 mL de água destilada, com controle multiparâmetros de pH e condutividade iônica dos filtrados, com um aparelho da marca AKSO, modelo AK151.

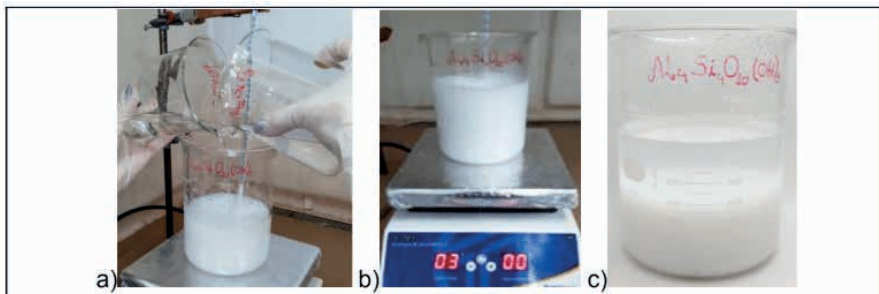


Figura 1: Obtenção da argila precursora: a) adição das soluções aquosas de metassilicato de sódio e nitrato de alumínio em solução de NaOH, b) digestão a 80 °C por 2 h e c) sedimentação em temperatura ambiente por 24 h.

No primeiro estágio, o precipitado foi lavado por dois ciclos e depois retornado à digestão nas mesmas condições anteriores e sedimentação de modo similar ao anterior, seguindo o processo de purificação com porções de 500 mL de água destilada até que os valores de condutividade iônica se mantivessem constantes. Por fim, o precipitado foi drenado (Figura 2.a) e seco em estufa a 80 °C por 24 h ainda no papel filtro, desimpregnado e transferido para um almofariz de porcelana (Figura 2.b), onde foi desagregado (Figura 2.c) e transferido a um béquer para secagem em estufa a 100 °C por 24 h (Figura 2.d), obtendo-se a amostra de Caulinita Hidroxilada (CH).

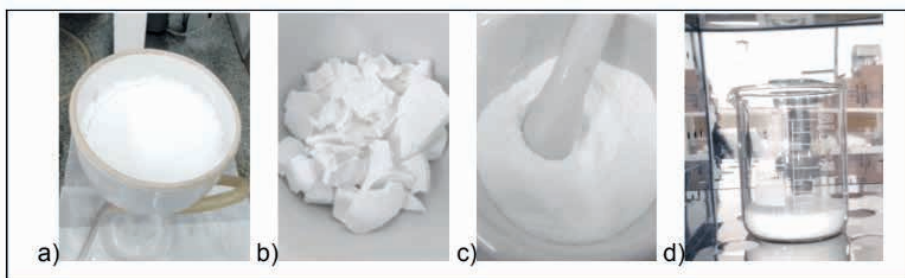


Figura 2: Purificação da argila precursora: a) lavagem com água destilada e drenagem, b) aglomerados secos a 80 °C por 24 h, c) argila triturada e d) amostra de Caulinita Hidroxilada (CH) após secagem a 100 °C por 24 h.

Para obtenção da amostra de Caulinita Fosfatada (CF), a amostra CH foi acrescida de solução de hidrogenofosfato de amônio em razão de 2 mols de hidrogenofosfato para 1 mol de caulinita (Figura 3.a). A pasta formada foi seca a 150 °C por 24 h (Figura 3.b) e triturada em almofariz (Figura 3.c). A amostra CP foi obtida calcinando-se a amostra CF a 450 °C por 2 h (Figura 3.d), obtendo-se a amostra de Caulinita Pirofosfato (CP). Procedimento similar foi executado com uma alíquota da amostra CH sem adição de hidrogenofosfato de amônio, obtendo a amostra de Caulinita Seca (CS) e de Caulinita

Calcinada (CC), para entender os efeitos do processamento.

Por fim, a intercalação de caulinita pirofosfato (CP) foi conduzida pesando-se uma alíquota da amostra CP e adicionando-se solução de dicloridrato de tiamina com quantidade equimolar em relação à argila. O volume da suspensão foi ajustado para 150 mL e agitado por 1 h antes da evaporação da água em estufa a 60 °C por 24 h (Figura 3.e), sendo o material seco triturado em almofariz (Figura 3.f) para obtenção da amostra CPT.

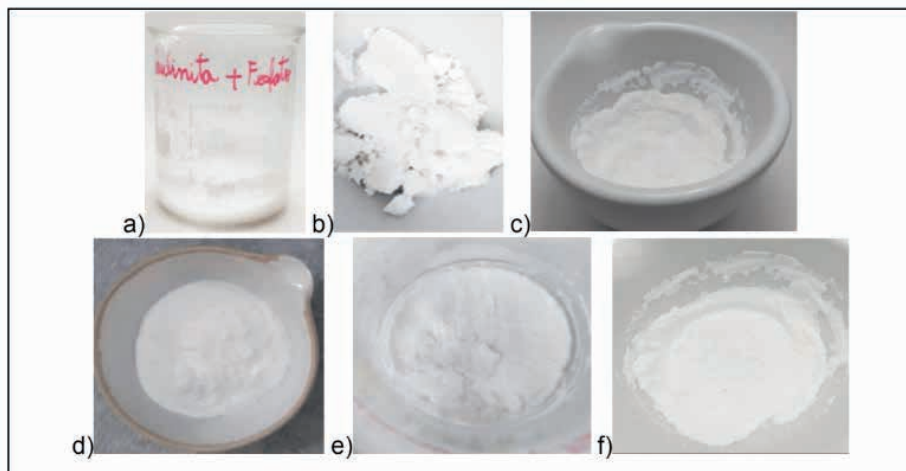


Figura 3: Pirofosfatação e Intercalação com Tiamina: a) mistura da amostra CH com hidrogenofosfato, b) secagem a 150 °C (amostra CF), c) trituração da amostra CF, d) calcinação a 450 °C (amostra CP), e) mistura CP e tiamina após secagem a 60 °C (amostra CPT) e f) trituração final da amostra CPT.

As alterações causadas pela adição de hidrogenofosfato, processamentos e tratamentos térmicos, além da forma de ancoragem da tiamina na matriz de argila foram investigadas por caracterização por espectroscopia no infravermelho médio. Foi usado um equipamento da *Thermo Scientific*TM, modelo Nicolet iS50, com acessório de Refletância Total Atenuada e cristal de germânio como elemento de reflexão interna, um detector DTGS e um divisor de feixes de KBr. As análises foram realizadas com uma resolução de 4 cm⁻¹, acumulando 64 varreduras na faixa de 3800 a 670 cm⁻¹.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Figura 4 são apresentadas as curvas multiparâmetros do processo de purificação. Observou-se que os valores de pH para os filtrados do primeiro ciclo (Figura 4.a) se apresentam mais ácidos do que a suspensão de recristalização, que teve o pH ajustado para 10. Isso indica uma troca iônica durante a recristalização, incorporando cátions de Na⁺ e liberando próton H⁺ (SHAW, 1975). Após o segundo ciclo de recristalização, que ocorre depois da remoção do excesso de hidróxido de sódio e nitrato de sódio gerados

como subprodutos da precipitação, o pH dos filtrados sobe para um patamar entre 9,5 e 10, característico do produto de solubilidade da caulinita purificada.

Na Figura 4.b é mostrada a variação da condutividade iônica para os filtrados. Apesar de aparentar pequena variação, o eixo das ordenadas está em escala logarítmica, o que denota um processo de lavagem efetivo. Assim, a condutividade iônica inicial diminui de $30.000 \mu\text{S cm}^{-1}$ para $2.000 \mu\text{S cm}^{-1}$ no primeiro ciclo de lavagem, caindo para abaixo de $100 \mu\text{S cm}^{-1}$ até o quinto ciclo e para $25 \mu\text{S cm}^{-1}$ no oitavo e último ciclo. Como a condutividade tende a se estabilizar neste patamar superior ao da água destilada usada no processo, constata-se que o precipitado tende a lixiviar com lavagens excedentes.

Esta amostra purificada e seca a 100°C por 24 h, denominada amostra CH, foi caracterizada por espectroscopia no infravermelho e comparada com a amostra de caulinita fosfatada seca a 150°C , denominada amostra CF (Figura 5.a). Esta mesma amostra também foi comparada a amostra reidratada e seca a 150°C , denominada amostra CS (Figura 5.b.).

Os espectros são apresentados seccionados para facilitar a identificação das bandas e suas alterações entre as amostras. As bandas foram identificadas com base em trabalhos da literatura (PADMAJA *et al.*, 2001; VASCONCELOS *et al.*, 2012). As bandas em números de onda maiores (acima de 3000 cm^{-1}) são atribuídas ao grupo hidroxila, com dois tipos de estiramentos O-H, um localizado em 3400 cm^{-1} , atribuído ao grupo OH da água e outro, em 3230 cm^{-1} , atribuído ao grupo O-H de hidróxidos metálicos de superfície. A terceira banda em 3060 cm^{-1} é atribuída à deformação O-H do tipo torção fora do plano e ocorre associada aos estiramentos mencionados acima.

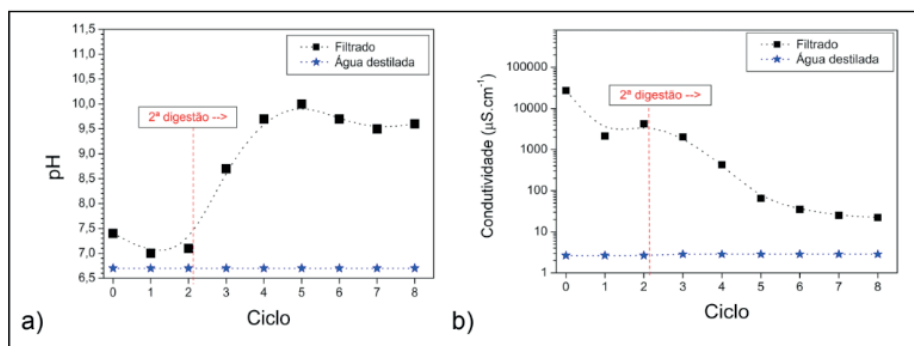


Figura 4: Parâmetros físico-químicos dos filtrados durante a lavagem do precipitado de caulinita: a) pH e b) condutividade elétrica.

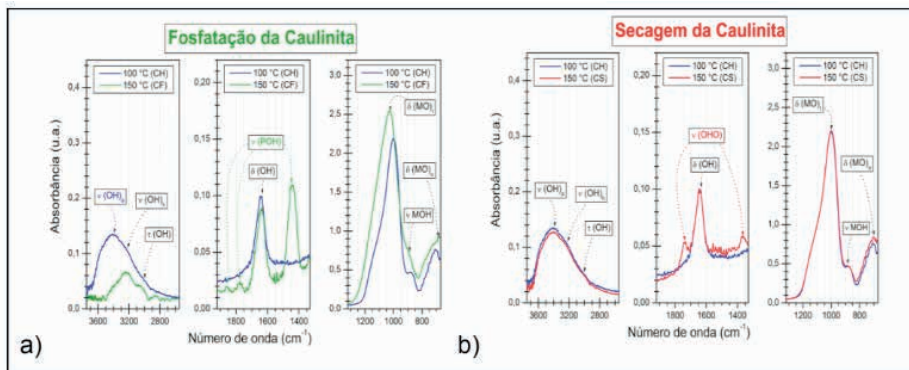


Figura 5: Espectros no infravermelho seccionados da amostra CH comparada às amostras: a) CF e b) CS.

Na Figura 5.a são mostrados os espectros de infravermelho das amostras CH e CF, para observar o efeito da fosfatação da caulinita. É possível observar que depois da fosfatação e secagem a 150 °C, a banda associada à água de hidratação $\nu(\text{OH})_a$ em 3400 cm^{-1} tem sua intensidade bastante reduzida, indicando perda de água. Enquanto isso, a banda associada aos hidróxidos metálicos de superfície $\nu(\text{OH})_n$ em 3230 cm^{-1} e a banda de deformação O-H do tipo torsão fora do plano $\tau(\text{OH})$ em 3060 cm^{-1} sofrem reduções menores de intensidade.

Na região intermediária do espectro, aparecem bandas associadas ao grupo hidrogenofosfato $\nu(\text{POH})$ para a amostra CF, em especial, a banda em 1440 cm^{-1} , bem mais intensa. A banda associada à deformação O-H em hidróxidos metálicos $\delta(\text{OH})$ em 1650 cm^{-1} sofre pequena redução de intensidade, indicando algum tipo de interação com a matriz de caulinita.

Já na região de menor número de onda (abaixo de 1300 cm^{-1}) aparecem três bandas associadas à estrutura em camadas de aluminossilicatos hidroxilados, com dois tipos de deformação da ligação metal-oxigênio. Uma delas, a mais energética está situada em 1000 cm^{-1} e é atribuída à deformação M-O em tetraedros. A de menor energia, situada em 710 cm^{-1} , é atribuída à deformação M-O em octaedros. Já a banda em 870 cm^{-1} é atribuída ao estiramento M-OH de superfície em hidróxidos metálicos.

Como estas bandas ficam mais intensas e alargadas com a fosfatação, é provável que as subcamadas de tetraedros e octaedros estejam afetadas pela presença de fosfato, mas a banda associada à deformação M-O em tetraedros em 1000 cm^{-1} parece ser bem mais afetada que a banda de deformação M-O em octaedros em 710 cm^{-1} e também que a banda de estiramento M-OH de superfície em 870 cm^{-1} .

Na Figura 5.b são mostrados os espectros de infravermelho das amostras CH e CS, para observar o efeito do aumento da temperatura, sem o efeito da fosfatação. É possível observar que não há alteração significativa das bandas de hidroxila, evidenciando que o

efeito observado entre as amostras CH e CF se deve à presença de fosfato na estrutura. No entanto, é possível observar na região intermediária do espectro da amostra CS o aparecimento de duas bandas de estiramentos O-H-O em ligação de hidrogênio $\nu(\text{OHO})$ em 1740 e 1360 cm^{-1} , inexistentes nas amostras CH e CF.

Na região de menor número de onda, apenas a banda em 710 cm^{-1} , associada à deformação M-O em octaedros é atribuída sofre pequena alteração, indicando que a desidratação aumenta a interação dos grupos hidroxilas da subcamada de octaedros de alumínio para ancoragem intercadas. Com isso, podemos supor que a ancoragem da caulinita seca através de ligações de hidrogênio dos grupos hidroxilas de superfície é substituída pelo hidrogenofosfato na amostra CF.

Quando ambas as amostras CF e CS são calinadas a 450 °C , também é possível observar o efeito do pirofosfato na caulinita (amostra CP), como mostrado pelos espectros comparativos da Figura 6.

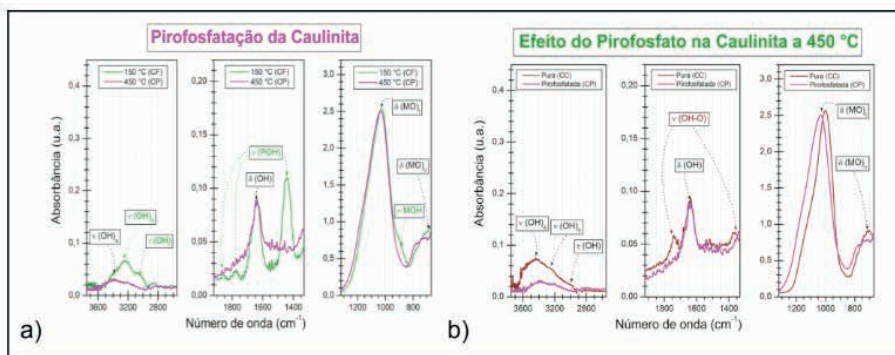


Figura 6: Espectros no infravermelho seccionados da amostra CP comparada às amostras: a) CF e b) CC.

Na região de maior número de onda, observa-se uma perda de intensidade significativa nas bandas de hidroxila para a amostra CP, quando comparada a amostra CF (Figura 6.a). Na região intermediária, observa-se o desaparecimento da banda de hidrogenofosfato $\nu(\text{POH})$ em 1440 cm^{-1} para a amostra CP, confirmando que o processo de pirofosfatação ocorreu, uma vez que o grupo pirofosfato não possui grupo hidroxila associado, que origina esta banda, como no hidrogenofosfato. Em menor número de onda, observa-se que a deformação M-O em octaedros de alumínio em 710 cm^{-1} sofre alargamento e a banda de estiramento M-OH de superfície em 870 cm^{-1} desaparece, indicando forte desidroxilação do material. Por outro lado, a banda de deformação M-O de octaedros de silício em 1000 cm^{-1} , essencialmente não hidroxilada, não sofre alteração neste processo.

Na Figura 6.b são mostrados os espectros comparativos das amostras CC e CP, buscando evidenciar a influencia do pirofosfato na caulinita sem influencia da temperatura,

já que ambas as amostras foram tratadas a 450 °C. É interessante notar que mesmo calcinada a 450 °C, a amostra CC apresenta bandas de hidroxila na região de maior número de onda.

Quando se consideram as bandas de ligação de hidrogênio $\nu(\text{OHO})$ em 1740 e 1360 cm^{-1} na amostra CC, pode-se inferir que parte das hidroxilas da subcamada de octaedros é preservada, por estar estabilizada por ancoragem intercadas. Por este mesmo motivo, a banda de deformação $\delta(\text{OH})$ em 1650 cm^{-1} não se altera. Já na região de menor número de onda, é possível notar que as bandas de deformação M-O sofrem alargamentos, tanto para a banda de tetraedros em 1000 cm^{-1} , como a de octaedros em 710 cm^{-1} , além de não aparecer a banda em 870 cm^{-1} . Mas, o efeito mais pronunciado ocorre para a banda em 1000 cm^{-1} , com deslocamento para maior energia, indicando que o grupo pirofosfato se ancora nesta subcamada.

A amostra de Caulinita Pirofosfato (CP) submetida à intercalação com tiamina, denominada amostra CPT, também foi caracterizada por espectroscopia no infravermelho. Os espectros das amostras CP e CPT são mostrados na Figura 7, juntamente com o espectro do precursor de cloridrato de tiamina usado no processo de intercalação.

O espectro de infravermelho da molécula de tiamina possui grande número de bandas e sobreposições devido à vários grupos funcionais, com um anel pirimidínico contendo grupos metila, amina primária e secundária e também um anel tiazol contendo uma cadeia alifática com um grupo álcool. Além disso, na forma de cloridrato, o espectro sofre várias alterações nas posições e sobreposições das bandas (NUGRAHANI & KARTINI, 2016), dificultando a identificação das bandas com base em tabelas genéricas de grupos funcionais (SOCRATES, 1994; SILVERSTEIN *et al.*, 2000). Deste modo, os espectros são discutidos através das diferenças entre as amostras CP e CPT, com base em bandas mais evidentes do cloridrato de tiamina.

Nas regiões de maior número de onda e intermediária, é possível observar que a contribuição das bandas de absorção da tiamina é mais pronunciada. Como a amostra CPT apresenta bandas similares a do cloridrato de tiamina, ao contrário da amostra CP, fica comprovada a efetividade da intercalação da tiamina na matriz de caulinita pirofosfato. Mas, as bandas de estiramento N-H mostram grandes alterações, quando se comparam os espectros da amostra CPT com o do precursor de cloridrato de tiamina, indicando fortes interações da tiamina com a matriz de caulinita pirofosfato.

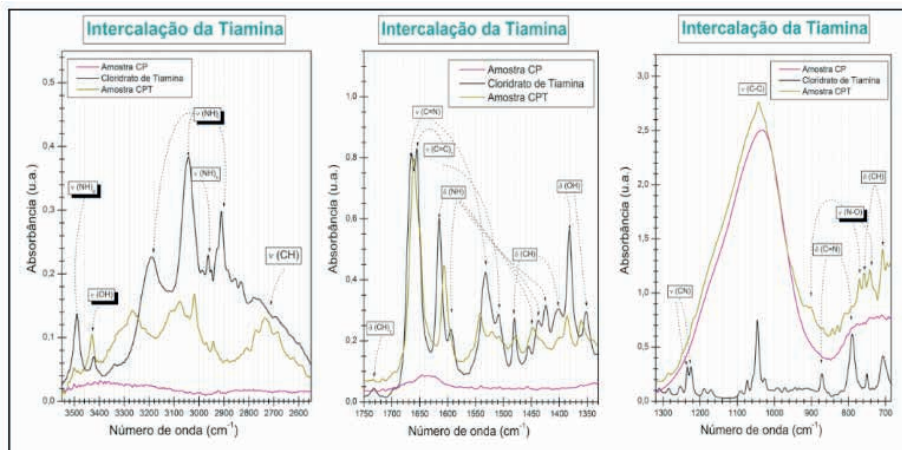


Figura 7: Espectros no infravermelho seccionados comparativos para as amostras CP e CPT e do precursor de cloridrato de tiamina.

Ao observar a região entre 1630 e 1580 cm^{-1} , observa-se que um duplete atribuído a deformações da ligação N-H no espectro do cloridrato de tiamina, aparece como uma única banda na amostra CPT, indicando haver interação dos grupos amina na ancoragem. Mas, outras partes da molécula parecem também serem afetadas pela ancoragem, uma vez que as bandas de estiramentos C=C e C=N do cloridrato de tiamina também são alterados na amostra CPT, indicando que os anéis são afetados por efeito de ressonância.

Já na região de baixa energia, predomina as bandas de absorção da caulinita pirofosfato, mas há o surgimento de bandas de estiramento N-O, em torno de 900 cm^{-1} , e também entre 800 e 750 cm^{-1} , os quais são ausentes tanto na amostra CP como no precursor de cloridrato de tiamina. Isso demonstra que a intercalação da tiamina na caulinita pirofosfato envolve o aparecimento de interações entre o nitrogênio dos grupos amina com o oxigênio de superfície, principalmente da subcamada de tetraedros de silício, mas também pode haver interações com o oxigênio do grupo pirofosfato da caulinita.

Considerando a importância de desenvolver suplementos de vitamina B1 de liberação controlada de alto desempenho e também que o metabolismo desta vitamina está associado à presença de pirofosfato, os resultados deste trabalho mostram que há grande potencial de desenvolvimento deste tipo de suplemento, demandando mais estudos sobre este tipo de material, em especial quanto aos mecanismos de dessorção em fluido gástrico simulado, permitindo avançar para um estágio posterior de ensaios clínicos.

4 | SUPORTE FINANCEIRO E AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FUNDECT e CNPq, pelo apoio financeiro e a CAPES e PIBAP-UEMS, bolsas de pesquisa concedidas.

REFERÊNCIAS

FARAMAWY, S.; EL-NAGGAR, A. Y.; EL-FADLY, A. M.; EL-SABAGH, S. M.; IBRAHIM, A. A. Silica, alumina and aluminosilicates as solid stationary phases in gas chromatography. **Arabian Journal of Chemistry**, V. 9, n. 1, p. S765-S775, 2016.

GROPPER, S. S.; SMITH, J. L. **Advanced Nutrition and Human Metabolism**. 6a ed. USA: Wadsworth, 2012. 586 p.

HAYNES, W. N.; LIDE, D. R.; BRUNO, T. J. **Handbook of Chemistry and Physics**, 95 th ed. Boca Raton, FL. United States of America, CRC Press, 2015.

KION. Kion Cosmetics. Disponível em: <www.kioncosmetics.com>. Acesso em 10/02/2022.

NUGRAHANI, I.; KARTINI, C. Determination of Thiamine HCl (Vitamin B1) and Pyridoxine HCl (Vitamin B6) Content in Tablet by FTIR. **International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences**, v. 8, n. 10, p. 257-264, 2016.

PADMAJA, P.; ANILKUMAR, G. M.; MUKUNDAN, P.; ARULDHAS, G.; WARRIER, K. G. K. Characterisation of stoichiometric sol-gel mullite by fourier transform infrared spectroscopy. **Int. J. Inorg. Mater.**, v.3, n.7, p. 693-698, 2001.

PERIOLI, L.; POSATI, T.; NOCCHETTI, M.; BELLEZZA, F.; COSTANTINO, U.; CIPICIANI, A. Intercalation and release of antiinflammatory drug diclofenac into nanosized ZnAl hydrotalcite-like compound. **Applied Clay Science**. v. 53, n.3, p. 374-378, 2011.

RUBERT, A; ENGEL, B; ROHLFES, A. L. B; MARQUARDT, L; BACCAR, N. M. Vitaminas do complexo B: uma breve revisão. **Revista Jovens Pesquisadores**, v. 7, n. 1, p. 30-45, 2017.

SANTOS, P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 3a. Ed. Edgar Blücher, São Paulo-SP, 1992.

SHAW, D. J. **Introdução à Química dos colóides e de superfície**. São Paulo: **Edgard** Blucher, 1975.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000.

SOCRATES, G. **Infrared characteristic group frequencies: tables and charts**. 2nd ed. Chichester: John Wiley & Sons, 1994.

TAMURA, H.; CHIBA, J.; ITO, M.; TAKEDA, T.; KIKKAWA, S.; MAWATARI, Y.; TABATA, M. Formation of hydrotalcite in aqueous solutions and intercalation of ATP by anion exchange. **Journal of Colloid Interface Science**. v. 15, n. 300, p. 648-654, 2006.

TEIXEIRA-NETO, E.; TEIXEIRA-NETO, A. A. Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado. **Química Nova**, V. 32, n. 3, p. 809-817, 2009.

VASCONCELOS, D. C. L; NUNES, E. H. M.; VASCONCELOS, W. L. AES and FTIR characterization of sol-gel alumina films. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 358, n. 11, p. 1374-1379, 2012.

VEEGUM. **Magnesium Aluminum Silicate**. Disponível em: <www.vanderbiltminerals.com/products/veegum-ez>. Acesso em 10/02/2023.

ZHOU, Y.; QUAN, G.; WU, Q.; ZHANG, X.; NIU, B.; WU, B.; HUANG, Y.; PAN, X.; WUA, C. Mesoporous silica nanoparticles for drug and gene delivery. **Acta Pharmaceutica Sinica B**. v. 8, n. 2, p. 165-177, 2018.