

Análise da Extração de Molde Polimérico em Filmes de Sílica Mesoporosa Ordenada por Espectroscopia no Infravermelho

Silvanna L. A. Maranhão(PQ)¹, Luis C. C. da Silva(PG)², Jivaldo R. Matos(PQ)² e Márcia C. A. Fantini(PQ)¹.

¹Instituto de Física da Universidade de São Paulo, Lab. Cristalografia - Travessa R da Rua do Matão, no. 187, Cidade Universitária - 05508-900, São Paulo, SP, Brasil; ²Instituto de Química da Universidade de São Paulo; Lab. Análise Térmica - Av. Prof. Lineu Prestes, 748 - Cidade Universitária - 05508-900, São Paulo – SP, Brasil; *silvanna@if.usp.br

Palavras Chave: sílica, filmes mesoporosos, raios X, infravermelho.

Introdução

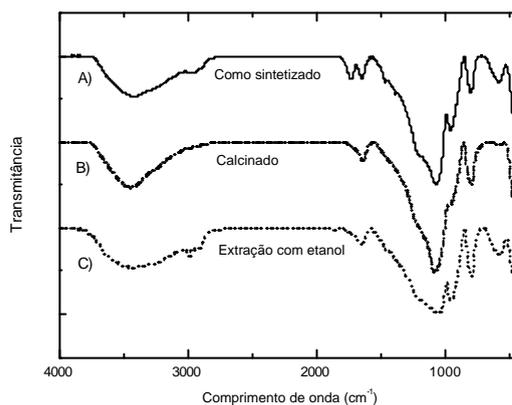
No início da década de 90, a obtenção das sílicas mesoporosas ordenadas através de um agente direcionador de estrutura foi um marco na síntese desses materiais, com destaque para o uso dos copolímeros blocos [1]. Eles conduzem à formação de estruturas estáveis e com propriedades de organização ajustáveis, permitindo a produção de poros com estrutura cilíndrica, hexagonal, cúbica ou lamelar [2]. Na remoção do molde (*template*), há formação de grupos silanóis, pontos que possibilitam a funcionalização dos poros com espécies químicas, resultando em materiais com diferentes aplicações. Nas sílicas calcinadas a concentração de grupos silanóis é menor, devido às condensações a altas temperaturas, processo que favorece a formação de grupos siloxanos. Neste trabalho investigamos a extração do *template* por espectroscopia no infravermelho.

Resultados e Discussão

Utilizando Pluronic P123 como agente modulador e tetraetilortossilicato como fonte de sílica, os filmes foram depositados por *dip-coating* de solução contendo água e etanol. Substratos de lâminas de vidro, aço inox, plástico e Kapton foram utilizados. Filmes transparentes, com boa aderência e espessura de 200-600 nm (Alpha-Step 500 Surface Profiler) foram depositados. Inicialmente o molde foi extraído por calcinação à 400°C, na razão de aquecimento de 1°C/min. Visando maior controle no colapso da estrutura dos poros, a remoção do molde foi também efetuada em um sistema de refluxo, em aparato de soxhlet, com etanol a 80°C. Micrografias de transmissão revelaram filmes bem ordenados, com estrutura hexagonal de poros em forma cilíndrica, na sua maioria paralelos ao substrato. Resultados de refletividade de raios X e de espalhamento de raios X a baixo ângulo confirmaram a presença da estrutura hexagonal, tipo SBA-15. Esses dados mostraram um encolhimento das estruturas, resultante do processo de calcinação, fato abrandado com a remoção do polímero em sistema de refluxo com etanol.

Para analisar a remoção do molde, foram realizadas medidas de espectroscopia no infravermelho de amostras de SBA-15 como sintetizado, calcinado e

com o molde extraído com etanol. Como os filmes não apresentaram espectros bem definidos, foram



analisados os géis de SBA-15. Os géis foram secos a 100°C por 12 horas resultando em um pó fino.

A banda em ~ 3.400 cm⁻¹ está relacionada à vibração -OH de moléculas de água [3]. As bandas entre 2850-3000cm⁻¹ em A) e C) podem ser atribuídas às vibrações GH do polímero. Em B) essas absorções não são perceptíveis, o que sugere a sua completa remoção pelo processo de calcinação e apenas a sua parcial remoção por extração com etanol. Em 960 cm⁻¹ a banda correspondente aos grupos silanóis é mais intensa nos espectros A) e C) e fraca no espectro B) sugerindo que o processo de calcinação reduz a sua presença. Como esperado, a banda de absorção de grupos siloxanos, em 1080 cm⁻¹, está mais intensa na amostra calcinada, amostra B).

Conclusões

Filmes de SBA-15 com estrutura de poros em forma cilíndrica, na sua maioria paralelos ao substrato, foram obtidos. A calcinação mostrou-se o processo mais eficiente para a remoção do molde, e menor colapso da estrutura ocorre na extração com etanol. Processos mistos são sugeridos.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq e FAPESP.

¹ Ciesla, U.; Demuth, D.G.; Leon, R.; Petroff, P.M.; Stucky, G.D.; Unger, K.; Schuth, F.; J. Chem. Soc., Chem. Commun. (1994), 1387.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

² Zhao, D.; Feng, J.; Huo, Q.; Melosh, N.; Fredrickson, G.H.; Chmelka, B.F.; Stucky, G.D.; *Science*. 279 (1998), 548.

³ Tian B., Liu X., Yu C., Gao F., Luo Q., Xie S., Bo Tu and Zhao D. *Chem. Commun.* (2002), 1186.