

Síntese sem uso de solvente de agentes sililantes com centros básicos nitrogênio e enxofre para incorporação em sílica mesoporosa

Fernando J. V. E. de Oliveira* (PG), Claudio Airoidi (PQ)

volpi@iqm.unicamp.br

Instituto de Química, UNICAMP – caixa postal 6154, Campinas, SP

Palavras Chave: sílica mesoporosa, reação sem solvente, sol-gel, híbrido

Introdução

O interesse por materiais mesoporosos tem crescido exponencialmente nos últimos anos devido às interessantes propriedades que essas matrizes apresentam. A classe mais explorada dentre os materiais mesoporosos são os derivados de sílica e podem ser obtidos através de diferentes procedimentos de síntese, variando-se as proporções entre reagentes, em condições rigorosamente definidas¹. O processo sol-gel é bastante utilizado na síntese dessas matrizes, cujo mecanismo é regido pelas diferenças entre as taxas de hidrólise e condensação de um precursor inorgânico. Também é usual a inserção de grupos funcionais do tipo amino ou mercapto nesses materiais. Assim, podem ser aplicados na adsorção de metais poluentes, sensores de gases, catálise etc.

O presente trabalho apresenta a síntese de agentes sililantes contendo de um a três nitrogênios nas cadeias, suas modificações com tiouréia em uma etapa sem a utilização de solvente. A posterior incorporação desses agentes modificados em matrizes mesoporosas de sílica foi realizada por co-condensação. Ao final, temos seis amostras, sendo três com os silanos comerciais e três contendo tiouréia.

Resultados e Discussão

Os materiais foram denominados com **N**, para o número de nitrogênios e quando funcionalizados com tiouréia, com a letra **T**.

Tabela 1 Razão C/N e grau de imobilização para todas as matrizes.

Material	N / %	G / mmol g ⁻¹
S-N	1,94 ± 0,00	1,39
S-2N	3,85 ± 0,01	1,37
S-3N	2,51 ± 0,09	0,59
S-NT	1,24 ± 0,08	0,88
S-2NT	2,35 ± 0,03	0,84
S-3NT	2,34 ± 0,00	0,56

Os resultados de análise elementar da Tabela 1 mostram que houve uma redução no grau de funcionalização de acordo com o aumento da cadeia dos silanos.

A Figura 1 mostra os difratogramas que comprovam a formação da estrutura de arranjo hexagonal, característico dos materiais tipo MCM-41. O plano (100) é observado em torno de 2,6°.

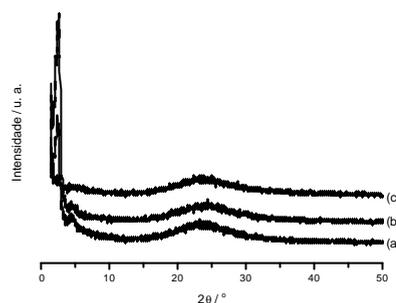


Figura 1. Difratogramas das amostras S-NT (a), S-2NT (b) e S-3NT (c).

O RMN de ²⁹Si do material S-2NT (Fig 2) apresenta espécies do tipo T, que confirmam a efetiva ligação covalente entre a matriz inorgânica e o agente modificado. Para os outros materiais o comportamento foi semelhante.

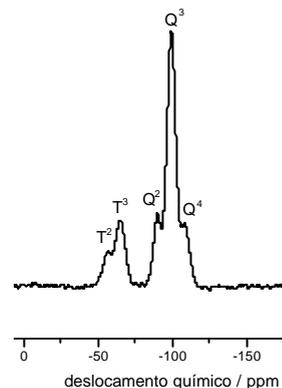


Figura 2. RMN de Si para a amostra S-2NT.

Conclusões

Os agentes funcionalizados com tiouréia foram obtidos com sucesso em procedimento sem solvente. A incorporação desses nas matrizes mesoporosas bem como a estrutura inorgânica foram comprovadas conforme mostram algumas técnicas de caracterização.

Agradecimentos

FAPESP & CNPq

¹ Hoffmann, F., Cornelius, M., Morell, J., Fröba, M.,
Angew. Chem. Int. Ed., 45 (2006) 3216.