

SBA-15 contendo alto grau de funcionalização pela incorporação de silanos modificados com tiocarbamida

Fernando J V E Oliveira* (PG) e Claudio Airoidi (PQ)

volpi@iqm.unicamp.br

Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Caixa Postal 6154, Campinas, SP.

Palavras Chave: tiocarbamida, sílica mesoporosa, SBA-15, adsorção, calorimetria

Introdução

Os materiais mesoporosos ganham a cada dia mais atenção da comunidade científica, devido às inúmeras aplicações dos mesmos em diferentes áreas de pesquisa. O grande controle sobre a síntese desses compostos permite aplicações como sensores, colunas cromatográficas, sistemas de liberação controlada, adsorção de metais, corantes etc. Tais aplicações são dependentes de grupos funcionais incorporados às matrizes. Assim, este trabalho reporta a preparação de sílica mesoporosa tipo SBA-15 contendo silanos modificados com tiocarbamida. O silano modificado com tiocarbamida foi obtido em ausência de solvente, reduzindo o custo e contribuindo para a prática de processos menos agressivos ao ambiente. As sílicas apresentam altos teores de grupos nitrogênio e enxofre aos materiais, sendo aplicados à adsorção de metais tóxicos, cuja interação dos mesmos com as matrizes foi monitorada por calorimetria.

Resultados e Discussão

Nas sínteses, três silanos contendo de um a três átomos de nitrogênio nas cadeias foram modificados com tiocarbamida e incorporados à SBA-15, sendo as amostras denominadas S-NT, S-2NT e S-3NT, para um, dois e três nitrogênios, respectivamente. Todas as amostras foram caracterizadas por análise elementar, infravermelho, RMN dos núcleos ^{13}C e ^{29}Si , termogravimetria, difração de raio X, adsorção de nitrogênio e microscopias eletrônica e de transmissão.

Tabela 1. Resultados de análise elementar para as matrizes funcionalizadas.

Amostra	N / %	S / %	G (mmol g ⁻¹)
S-NT	11,94±0,30	3,94±0,02	7,96
S-2NT	14,55±0,12	7,59±0,01	10,38
S-3NT	9,72±0,02	2,21±0,05	6,92

A Tabela 1 traz os altos valores do grau de imobilização baseados na quantidade de nitrogênio.

Figura 1. Espectros de Infravermelho das amostras S-NT, S-2NT e S-3NT.

A Figura 1 mostra vibrações típicas dos silanos modificados com tiocarbamida, enfatizando os estiramentos NH, em 3200 cm⁻¹, CH₂, em 2950 cm⁻¹ e NCS, em 2054 cm⁻¹.

Os espectros de RMN de ^{13}C apresentam os sinais dos carbonos das cadeias dos silanos modificados. Para ^{29}Si , os sinais T² e T³ inferem a efetiva ligação covalente entre os agentes formados e a matriz inorgânica.

Além disso, todas as características da SBA-15 foram preservadas após a reação com os silanos, mantendo a alta área superficial (>1000 m² g⁻¹), cuja decresce conforme a quantidade de grupos incorporados à matriz mesoporosa.

As isotermas de adsorção possuem o perfil de Langmuir e são ajustadas pelo método não-linear. Assim, os parâmetros N^S (número de mols necessários para a formação da monocamada) e b (constante de equilíbrio) são obtidos. Contudo, os dados da batelada são relacionados com os resultados de titulação calorimétrica, obtendo-se então, os parâmetros ΔH , ΔG e ΔS .

Conclusões

As sílicas funcionalizadas com agentes sililantes contendo tiocarbamida apresentaram altos teores de grupos imobilizados. O método utilizado abre novas possibilidades para funcionalização em matrizes de silicatos. Assim, os materiais apresentam grande potencial na remoção de cátions poluentes, além das interações determinadas por calorimetria mostrarem sistemas em estudo energeticamente favoráveis.

Agradecimentos

FAPESP

¹ Dey, R. K.; Oliveira, F. J. V. E. e Airoidi, C. *Colloids Surf. A* **2008**, 324, 41.

FIGURA 1

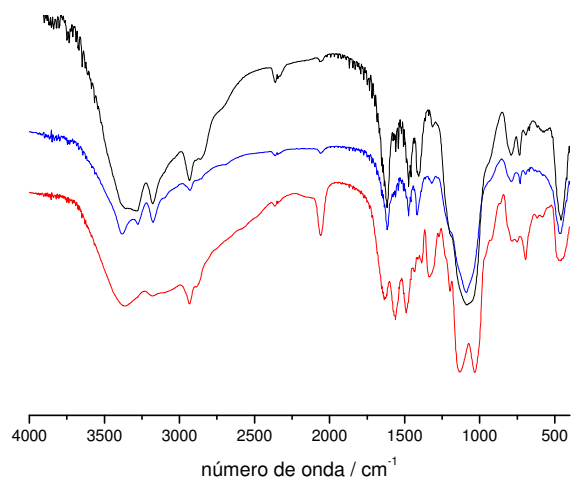


Fig. 1