

Síntese de Sílica Mesoporosa Hexagonal Híbrida Obtida Através do Tautômero Iminotiol/Tiouréia

Syed Badshah* (PG), Adnan Khan (PG), Vaeudo V. Oliveira (PG), Claudio Airoidi (PQ)

Instituto de Química, Unicamp, Caixa Postal 6154, 13084-971 Campinas-SP, syedbadshah@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: Síntese, tiouréia, mesoporosa, sílica,

Introdução

A sílica mesoporosa vem sendo largamente explorada devido às interessantes propriedades dos grupos pendentes das superfícies porosas. Essa classe de materiais possui aplicações em diferentes campos, tais como: sensores químicos, catalisadores, remoção de metais e liberação controlada de fármacos.

Síntese

Um novo agente sililante (Si-ITTU) derivado do tautômero iminotiol/tiouréia foi sintetizado através da reação entre os compostos 3-aminopropiltrimetoxissilano e etilisotiocianato, livre de solvente e de catalisador, sob agitação magnética por 7 h. A sílica mesoporosa foi obtida por reação de co-condensação entre Si-ITTU e TEOS na presença de CTAB como agente direcionador e NH_4OH como catalisador. Durante a síntese, 7,2 g de CTAB foram adicionadas a uma solução contendo 150 cm^3 de água, 135 cm^3 de etanol, e 39 cm^3 de NH_4OH 28-30 %, sob agitação vigorosa à temperatura ambiente por 30 min. Uma mistura de silano consistindo de TEOS (49,1 mmol) e Si-ITTU (5,50 mmol) foi adicionada à solução sob agitação por mais 2 h. O produto foi filtrado, lavado com etanol e seco. O CTAB foi removido por refluxo do material em solução $1,0 \text{ mol dm}^{-3}$ EtOH/HCl.

Resultados e Discussão

O espectro no infravermelho, Fig. 1(A), apresenta estiramentos em 1100 cm^{-1} e 900 cm^{-1} devido ao siloxano e silanóis, respectivamente. A vibração $-\text{CH}_2$ em 2950 cm^{-1} está relacionada à cadeia orgânica do agente sililante. Os difratogramas de XRD, Fig.1 (B), apresentam um pico em $2\theta = 2,65$ relativo ao plano (100), correspondendo ao grupo espacial $P6mm$ da sílica mesoporosa 2D-hexagonal do tipo MCM-41. Os picos nos espectros de ^{13}C RMN da sílica mesoporosa em 7,9; 15,4; 22,2; 41,5; 47,2; 57,7; 167,2 e 181,0 ppm são atribuídos aos respectivos carbonos da sílica mesoporosa híbrida, cuja estrutura proposta e identificação de carbonos estão indicados no topo esquerdo, Fig. 1(C). A presença de Q^2 [$\text{Si}(\text{OSi})_2(\text{OH})_2$], Q^3 [$\text{Si}(\text{OSi})_3(\text{OH})$] e Q^4 [$\text{Si}(\text{OSi})_4$], em -91, -99 e -110 ppm, respectivamente, corrobora com um modelo mesoestruturado. A presença de T^2 [$\text{RSi}(\text{OSi})_2(\text{OH})$] e T^3 [$\text{RSi}(\text{OSi})_3$], em -56 ppm e -65 ppm, respectivamente, no espectro de ^{29}Si RMN no estado sólido confirma a ligação covalente da

porção orgânica à estrutura inorgânica, Fig. 1 (D). O material híbrido sintetizado foi utilizado em sorção de Pb^{2+} de soluções aquosas. Os dados se ajustam ao modelo de isoterma de sorção de Langmuir, apresentando uma capacidade de $1,60 \text{ mmol g}^{-1}$, Fig. 1 (E).

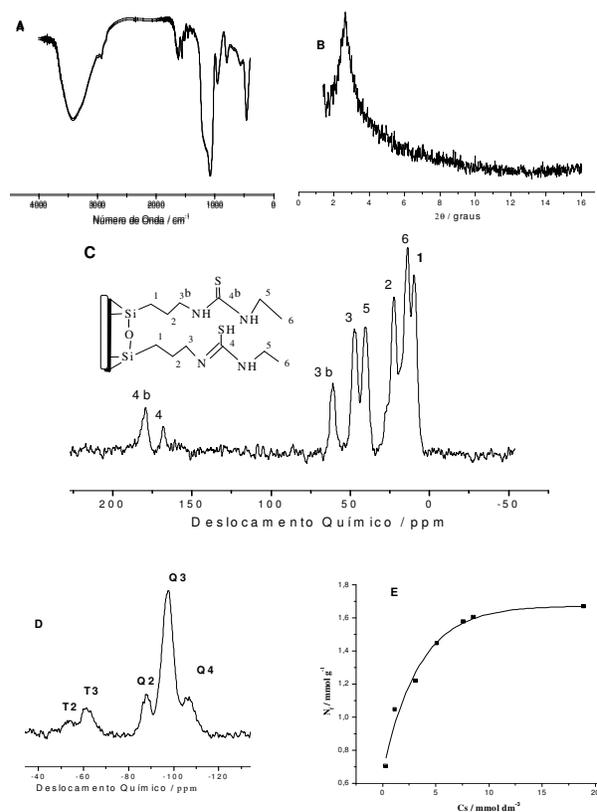


Figura 1. Espectro no infravermelho da sílica mesoporosa (A); XRD (B); ^{13}C RMN no estado sólido (C); ^{29}Si RMN no estado sólido (D) e isoterma de sorção (E).

Conclusões

A sílica mesoporosa híbrida com iminotiol e tiouréia foi sintetizada com sucesso através de co-condensação. O material apresenta potencial promissor para remoção de Pb^{2+} de soluções aquosas.

Agradecimentos

FAPESP e TWAS-CNPq.

1. I. I. Slowing, B. G. Trewyn, S. Giri, and Victor S.-Y. Lin, *Adv. Funct. Mater.* **2007**, 17, 1225.