

Funcionalização de Nanotubo de Carbono (MWCNT) com 3-Mercaptopropil trimetoxissilano e Avaliação em Estudos de Pré-Concentração de Cd²⁺

Marcela Z. Corazza (PG)¹, Bruna S. Fabrin (IC)¹, César Ricardo Teixeira Tarley^{1,2}(PQ)*

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. * ctarley@yahoo.com.br

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanálítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

Palavras Chave: funcionalização de nanotubo de carbono, 3-mercaptopropil trimetóxisilano, pré-concentração de cádmio, FAAS.

Introdução

Os nanotubos de carbono (NTC) são relativamente novos materiais com amplo número de aplicações devido às suas excelentes propriedades químicas, ópticas, mecânicas e elétricas [1]. Em ciências analíticas, os NTC são utilizados basicamente na confecção de sensores químicos, eletroquímicos e óticos, bem como sorvente em métodos de extração em fase sólida. Entretanto, devido à superfície hidrofóbica dos NTC, etapas prévias de modificação química são necessárias para viabilizar seu uso como extrator, sobretudo para sorção de íons metálicos. Procedimentos de oxidação química, gerando grupos hidroxilas, carbonilas e carboxilas na superfície dos NTC são reportados na literatura para elevar a capacidade de sorção de íons metálicos [2]. A modificação dos NTC com aminoácidos e com etilenodiamina também é uma alternativa adotada para este fim [3]. Outra alternativa que pode ser explorada é a modificação dos NTC com aminosilanos e mercaptosilanos [4], porém não tem sido descrito na literatura o uso dos NTC modificados com organosilanos em métodos analíticos de pré-concentração em fase sólida de íons metálicos. Assim sendo, no presente trabalho realizou-se modificação de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) com 3-mercaptopropil trimetoxissilano (3-MPT) e avaliou-se o desempenho do novo sorvente na sorção de Cd²⁺ utilizando sistema FIA acoplado a FAAS.

Resultados e Discussão

Inicialmente os NTC *in natura* (300 mg) foram oxidados com 40 mL de solução HNO₃:H₂SO₄ (v/v 3:1) durante 2 horas a 65°C sob refluxo. O NTC oxidado foi lavado, centrifugado com água até pH neutro e seco em estufa a 60°C por 24 horas. Para funcionalizar o MWCNT oxidado, 150 mg do material foram dispersos em 80 mL de etanol em banho de ultrassom por 30 minutos. Após dispersão, 300 µL de 3-MPT foi adicionado e mantido sob refluxo por 3 horas a 65°C. O MWCNT silanizado foi seco em estufa a 50°C por 12 horas. Em seguida uma mini-coluna feita em PVC foi recheada com 70 mg do sorvente, onde alíquotas de 20 mL de soluções de Cd²⁺ (pH 7,5 em tampão fosfato 0,10) foram pré-concentradas *on-line* a uma vazão de 6,0 mL min⁻¹, com posterior eluição com HCl 1,0 mol L⁻¹.

As condições otimizadas foram obtidas por meio de planejamento fatorial de dois níveis. Na Figura 1(a) apresenta os espectros de FT-IR do MWCNT oxidado e funcionalizado com 3-MPT. Os estiramentos simétricos e assimétricos ν_{as}(CH₂) e ν_s(CH₂) foram situados em 2933 e 2820 cm⁻¹. A banda de absorção em 1650 cm⁻¹ é devido às vibrações de deformação das moléculas de água adsorvidas [5]. O sinal em aproximadamente 1234 cm⁻¹ pode ser atribuído ao estiramento da vibração ν(C-O). Estiramentos em 771 e 1065 cm⁻¹ podem ser atribuídos ao estiramento ν(Si-O) e ν(Si-OH) característico do 3-MPT hidrolisado [6]. A presença do pico em 3449 cm⁻¹ no nanotubo oxidado representa os estiramentos ν(OH). A porcentagem em massa, determinada por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), foi de 83,66, 0,50 e 15,84% de carbono, ferro e oxigênio para o NTC oxidado. Foram obtidos percentuais de 57,25, 0,22, 19,07, 12,19 e 11,26%, respectivamente de C, Fe, O, S e Si para o material MWCNT-3-MPT, confirmando a funcionalização do MWCNT. Uma curva de calibração de 1 a 60 µg L⁻¹ apresentou coeficiente de correlação de 0,9988, limite de detecção de 0,26 µg L⁻¹ e limite de quantificação de 0,62 µg L⁻¹. O fator de pré-concentração obtido foi de 31,5.

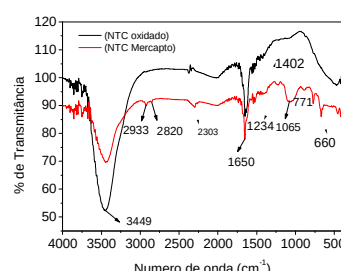


Figura 1. Espectro FT-IR do NTC oxidado e NTC silanizado com 3-MPT.

Conclusões

O NTC funcionalizado com 3-MPT mostrou-se eficaz na adsorção de cádmio, além de elevado fator de pré-concentração. Como próxima etapa, será realizado estudo de seletividade e comparação com NTC oxidado.

Agradecimentos

UEL, Fundação Araucária, CAPES, CNPq e INCTBioanalítica.

¹Vukovic, G.D., et. al. Chem. Eng. J. 2010, 157, 238-248.

²Rao, G.P. ; et. al. Sep. Purif. Technol. 2007, 58, 224-231.

³Zang, Z. ; et. al. J. Hazard. Mater. 2009, 958-963.