

## Estudo da variação no teor do precursor orgânico N,N"-1,4-fenileno-bis[N'-[3-(trietoxisilil)propil]-uréia na formação de sílicas híbridas mesoporosas

Vanessa Dalla Porta Eder (IC), Sílvia R. Grandó (PG), Edilson V. Benvenutti (PQ)  
LSS - Laboratório de Sólidos e Superfícies, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

### INTRODUÇÃO

Sílicas inorgânicas mesoporosas podem ser obtidas a partir da policondensação de ortosilicato de tetraetila (TEOS), usando-se surfactantes como direcionadores de estrutura. Essas sílicas apresentam organização estrutural e elevada área específica. Com a policondensação simultânea de TEOS e organossilanos, ocorre a incorporação de grupos orgânicos à rede da sílica, formando-se organossilicas mesoporosas<sup>1,2</sup>. Esses materiais apresentam potenciais aplicações como adsorventes, catalisadores, dispositivos ópticos e eletrônicos<sup>1</sup>. Empregando o uso do precursor organossilano N,N"-1,4-fenileno-bis[N'-[3-(trietoxisilil)propil]-uréia, aqui designado como bis-diuréia (BD), estudamos como a variação de sua proporção molar em relação ao precursor inorgânico TEOS afeta a organização estrutural e a área específica dos materiais híbridos sintetizados.

### EXPERIMENTAL

A síntese do material híbrido (PMO) foi realizada preparando-se uma solução aquosa de brometo de hexadeciltrimetilamônio (CTAB) como agente direcionador de estrutura, em meio básico (NH<sub>3</sub>). Sob agitação e temperatura de 60°C, foi adicionado à essa solução o precursor organossilano BD, já solubilizado em etanol, e o precursor inorgânico TEOS, ocorrendo a formação de um precipitado branco. Após 48 horas o sólido branco foi filtrado e lavado com água destilada. O surfactante foi removido com uso de solução de HCl 36% e etanol. Os materiais híbridos foram sintetizados usando-se 2,5%, 5%, 10% e 15% em mol de BD, e caracterizados por difração de raios X, análise elementar e isotermas de adsorção de N<sub>2</sub>.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

O difratograma da amostra PMO 2,5%, antes e após a retirada do surfactante, é mostrado na Figura 1. Observa-se uma diminuição na organização estrutural após a retirada do surfactante.

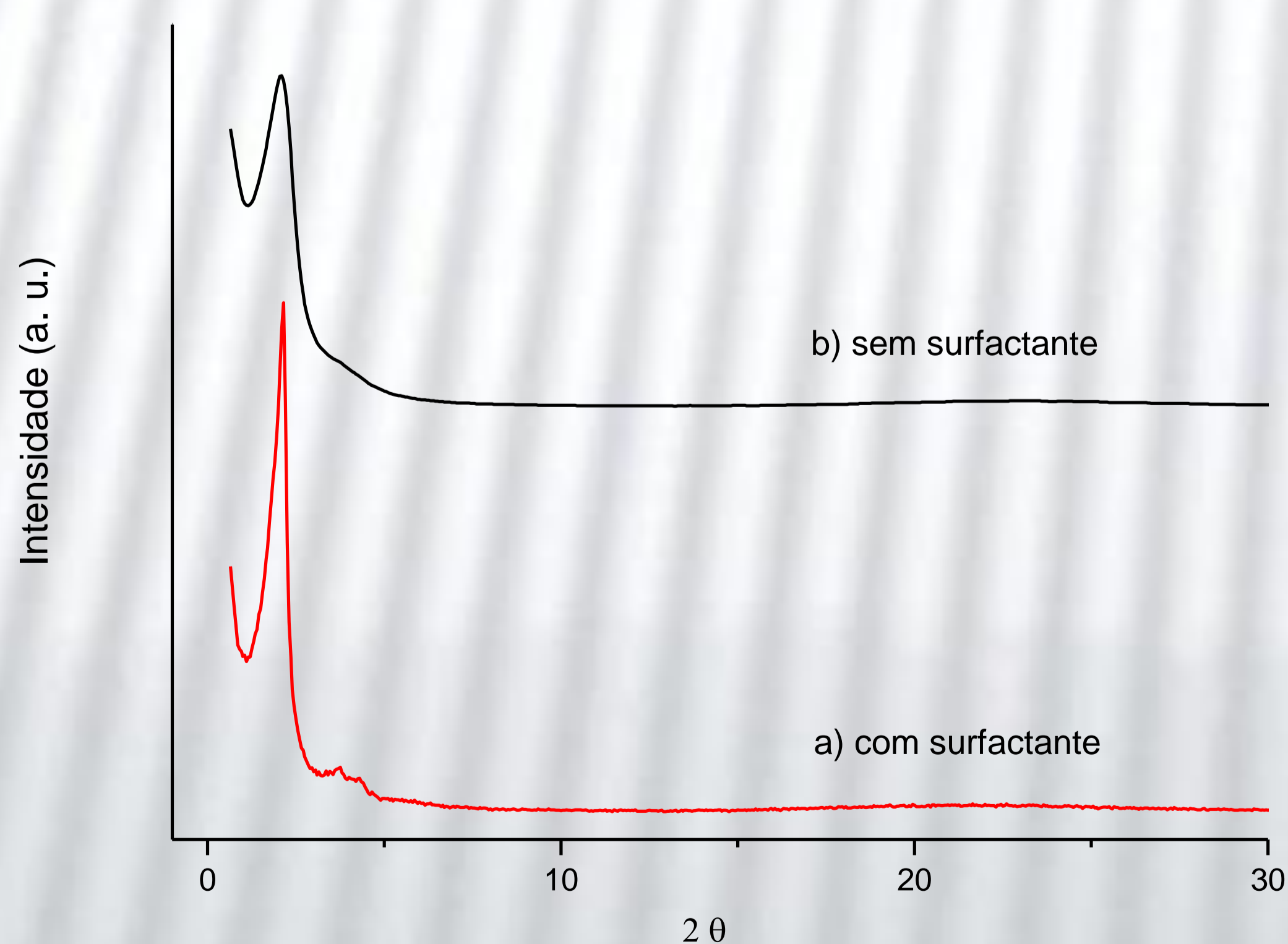


Figura 1. Difratograma de PMO 2,5% a) com surfactante e b) sem surfactante.

Em todas as amostras observa-se um aumento nas áreas específicas após a retirada do surfactante, comprovando a sua extração satisfatória (Tabela 1). Os PMOs sem surfactante apresentam elevadas áreas específicas, calculadas pelo método BET, que decresce com o aumento na porcentagem de grupos orgânicos, provenientes do BD (Tabela 1).

	PMO 2,5%	PMO 5%	PMO 10%	PMO 15%
Área específica – Com surfactante (m <sup>2</sup> /g)	80	77	94	97
Área específica – Sem surfactante (m <sup>2</sup> /g)	573	463	397	254
Análise Elementar (mmol de grupo Orgânico/g)	0,355	0,568	0,872	1,348

Tabela 1. Áreas específicas e análise elementar dos materiais híbridos.

A incorporação dos grupos orgânicos na estrutura final dos materiais foi confirmada por análise elementar, como mostrado na Tabela 1.

A Figura 2 mostra a difração de raios X dos PMOs após a extração do CTAB. Todos os materiais apresentam um pico em 2<sup>o</sup> de aproximadamente 2,15°, indicando a presença de organização. Entretanto, observa-se a redução na intensidade dos picos com o aumento na porcentagem de BD, ressaltando que a presença dos grupos orgânicos nos poros leva à formação de materiais com menor grau de organização.

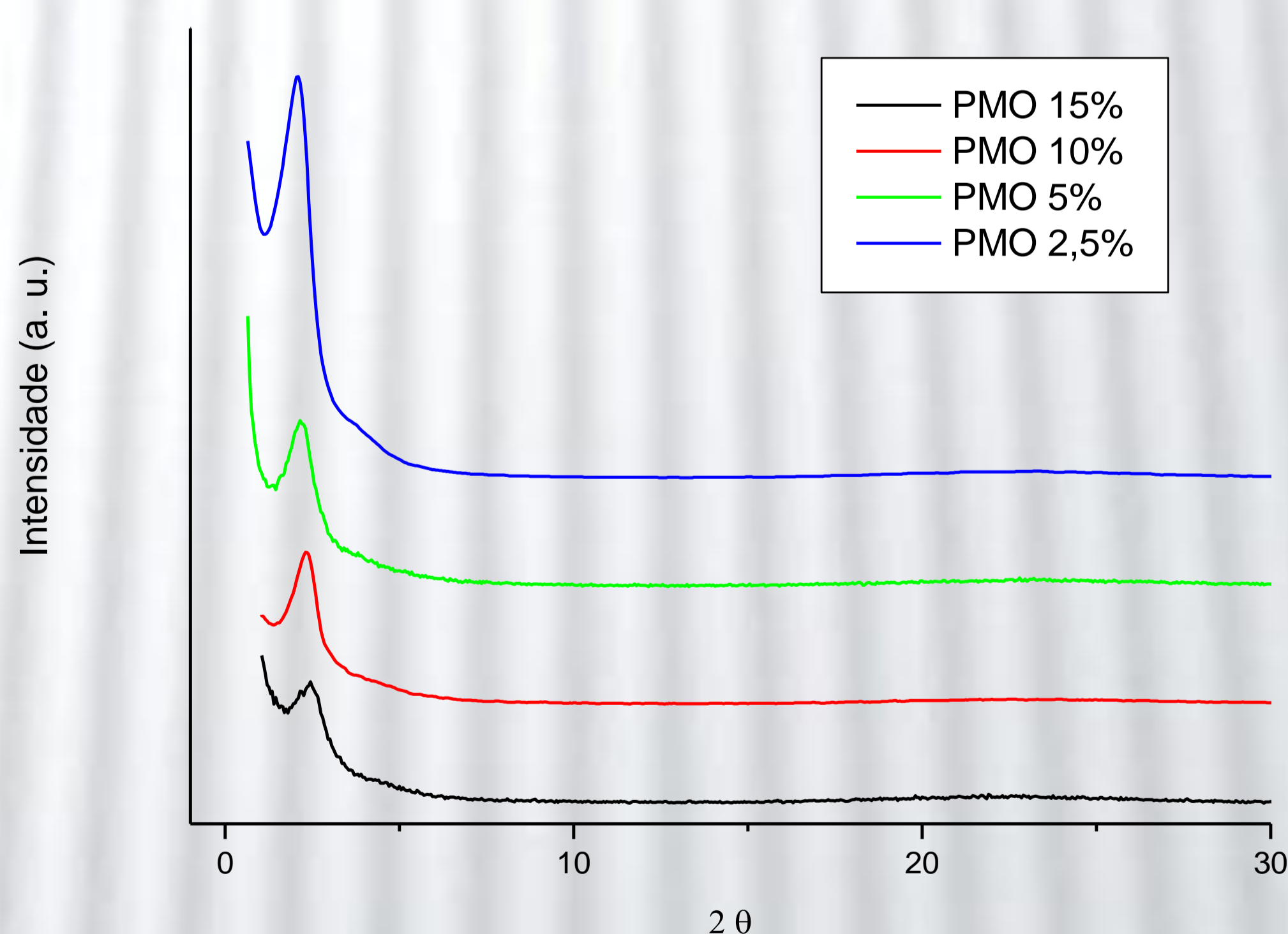


Figura 2. Difratograma dos PMOs, após retirada do surfactante.

### REFERÊNCIAS

- Martens, J.A.; Jammaer, J.; Bajpe, S.; Aerts, A.; Lorgouilloux, Y.; Kirschhock, C.E.A. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2011, 140, 2-8.
- Luo, Y.; Yang, P.; Lin, J. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2008, 111, 194-199.

### AGRADECIMENTOS

