

Carolina V. Bueno (IC)*, Jessica H. Ramos(PG), Léliz T. Arenas(PQ).

LSS - Laboratório de Sólidos e Superfícies. Instituto de Química, UFRGS, CP 15003, 91501-970 Porto Alegre, RS, vbueno.carolina@gmail.com

INTRODUÇÃO

A quitosana (QT) é um biopolímero extensamente utilizado em diversas áreas, como no tratamento de águas como floculante e adsorvente de íons metálicos e outros contaminantes, na medicina como carregadores de fármacos. Adicionalmente, a QT é considerada como suporte ideal para imobilização de proteínas¹. Com a finalidade de expandir mais sua aplicação, recentemente a comunidade científica tem mostrado bastante interesse na síntese de bioinorgânicos nanoestruturados a base QT com propriedades morfológicas adequadas².

Nesse sentido, neste trabalho foi obtido um híbrido bioinorgânico, sílica quitosana, com poros na região de mesoporos. Um estudo da influência da quantidade de QT nas propriedades texturais e na estabilidade térmica do híbrido também é apresentado.

PARTE EXPERIMENTAL

A síntese do híbrido foi realizada pelo método sol-gel, a partir da hidrólise e condensação de TEOS em presença de QT, utilizando como catalisador HCl e HF, e como solventes etanol e formamida. Foram preparadas três amostras contendo diferentes quantidades de QT, 1%, 2% e 4%, as quais foram designadas como 1%Q, 2%Q e 4%Q, respectivamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A área específica (S_{BET}) das amostras 1%Q e 2%Q apresentou valores próximos, 620 e 637 m^2g^{-1} , respectivamente, porém a amostra, 4%Q, apresentou uma S_{BET} significativamente menor, com 517 m^2g^{-1} .

As isotermas de adsorção e dessorção de N_2 das amostras mostradas na Figura 1(a) são típicas de materiais com mesoporos.

Mediante as curvas de distribuição de tamanho de poros obtida pelo BJH (Figura 1(b)), foi possível observar que a amostra 1%Q apresenta poros com máximo em 82 Å, já a amostra 2%Q apresenta duas regiões de poros com máximos em 93 Å e 53 Å, enquanto que a amostra 4%Q, possui poros com um máximo de 45 Å de diâmetro.

Esse resultado é indicativo de que o incremento de QT no híbrido causa diminuição na S_{BET} e no tamanho de poro.

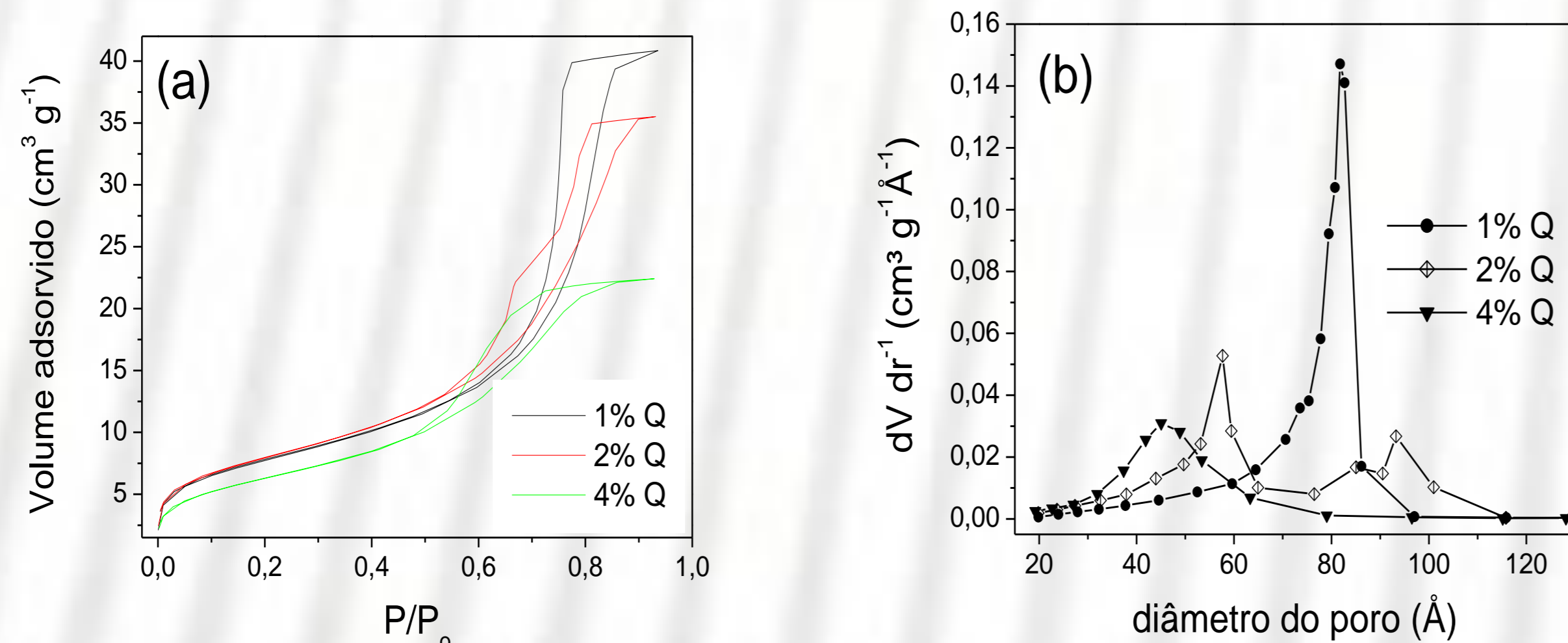


Figura 1. (a) Isotermas de adsorção e dessorção de N_2 e (b) curva de distribuição de tamanho de poros das amostras.

As curvas termogravimétricas que são representadas na Figura 2, mostram que a perda de massa até 120 °C pode ser atribuída à dessorção de água, sendo muito menor para a amostra 4%Q. Observa-se também, uma perda de massa correspondente à dessorção de orgânico, a partir de 180 °C para amostra 1%Q, de 150 °C para amostra 2%Q e de 130 °C para amostra 4%Q. Isso mostra que a estabilidade térmica diminuiu com o incremento de QT no híbrido.

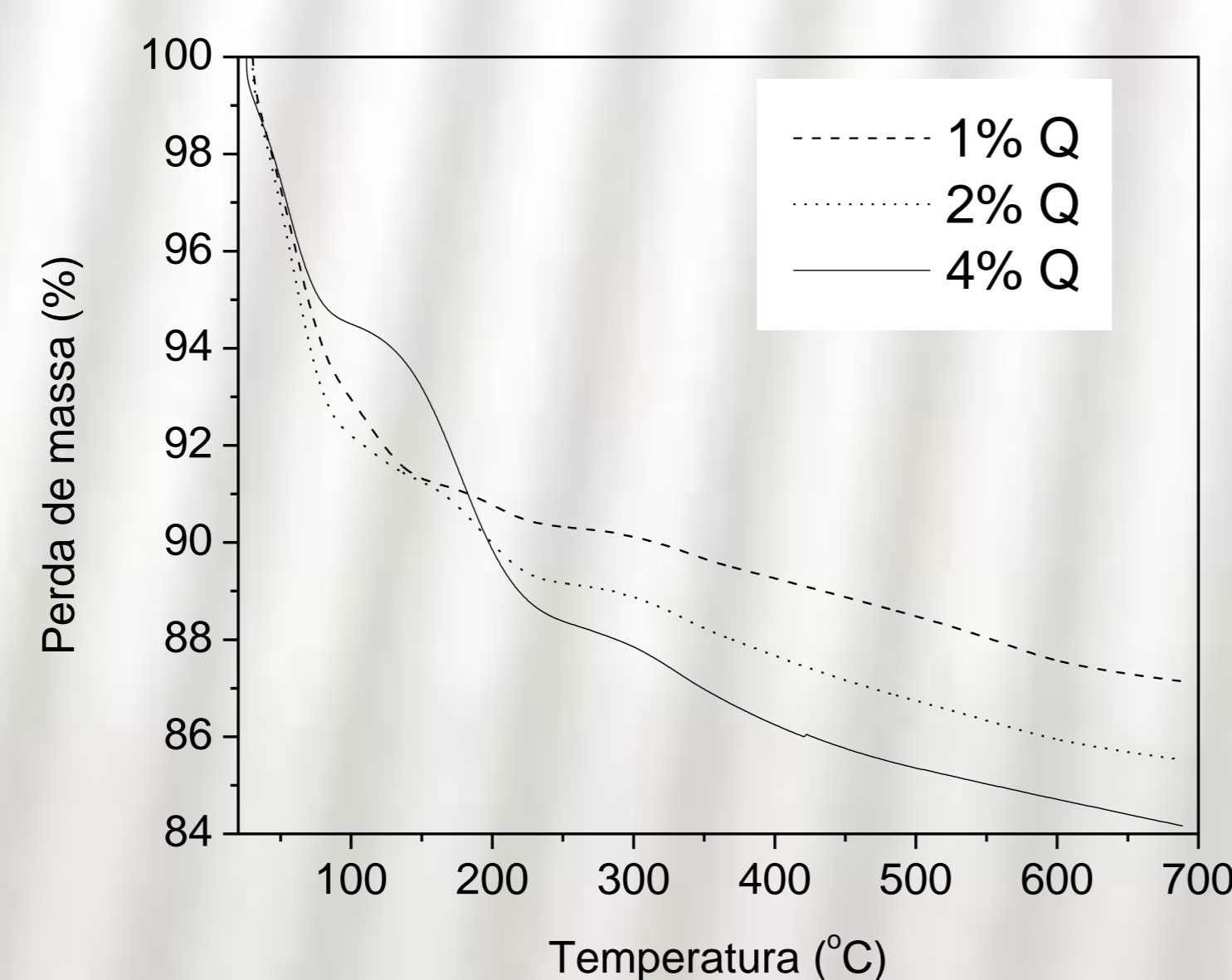


Figura 2. Curvas termogravimétricas das amostras do híbrido sílica quitosana.

A presença dos componentes orgânico e inorgânico nas amostras foi confirmada pela análise no infravermelho. Os espectros obtidos são mostrados na Figura 3. O componente orgânico pode ser identificado pelas bandas em 1647 e 1609 cm^{-1} que são atribuídas à deformação angular do NH_2 da QT, essas bandas apresentaram um deslocamento no híbrido para valores de 1686 e 1644 cm^{-1} , respectivamente.

A intensidade do pico no entanto, variou com as concentrações de quitosana adicionadas. A amostra de 1%Q possui pico de maior intensidade, enquanto as de 2%Q e 4%Q apresentaram picos com intensidades menores, esse resultado é indicativo de que a adição de 1% de QT no híbrido foi a que teve maior incorporação na rede inorgânica. O componente inorgânico pode ser identificado pela banda 1870 cm^{-1} atribuída às vibrações de segunda ordem da sílica.

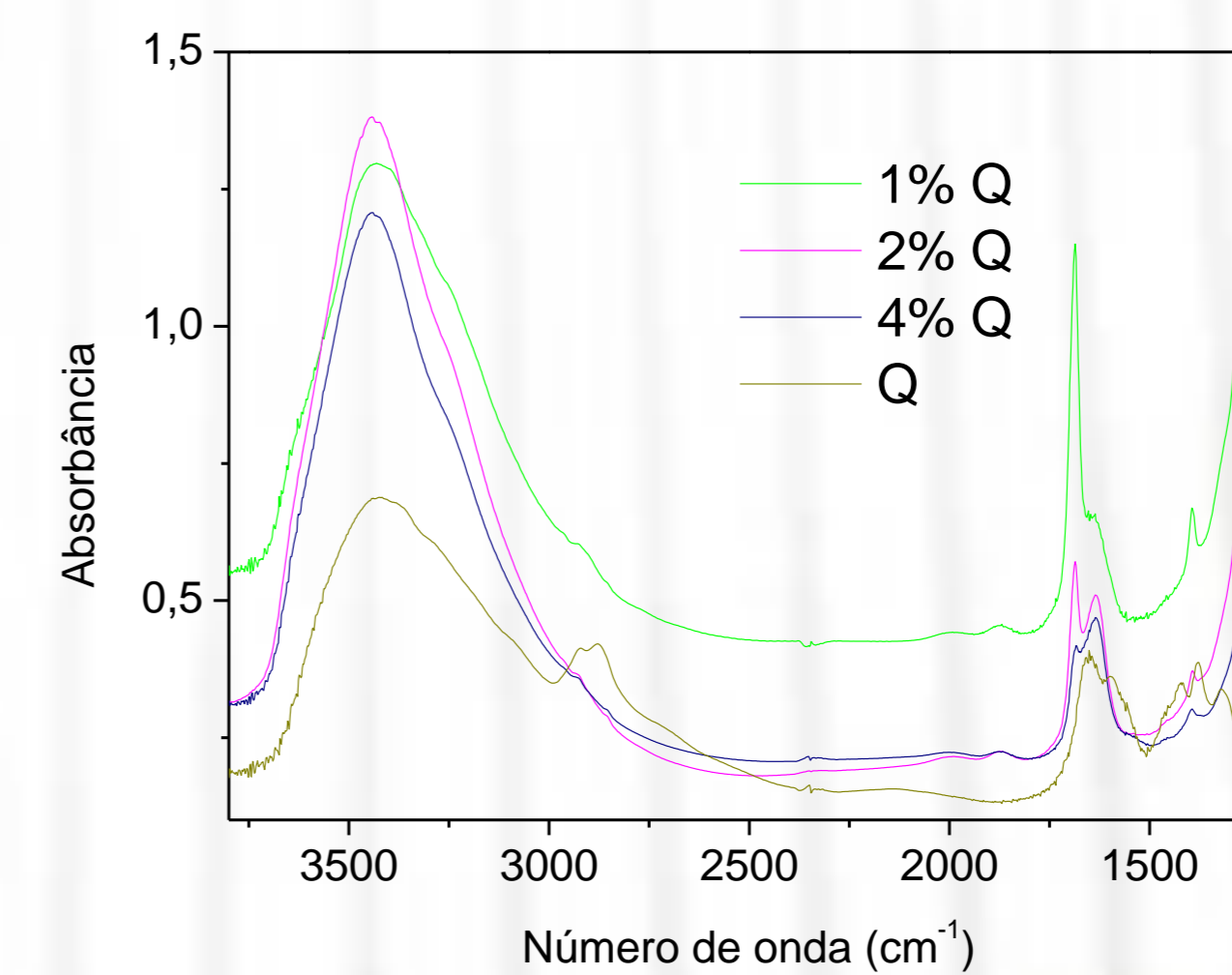


Figura 3. Espectros no infravermelho das amostras do híbrido sílica quitosana, feitas em KBr.

A ftalocianina tetrasulfonada de cobre II (FTCu) foi imobilizada na superfície do híbrido e foi caracterizada por UV-visível. Na Figura 4 são observados os dois picos de transição eletrônica da FTCu em 593 e 687nm.

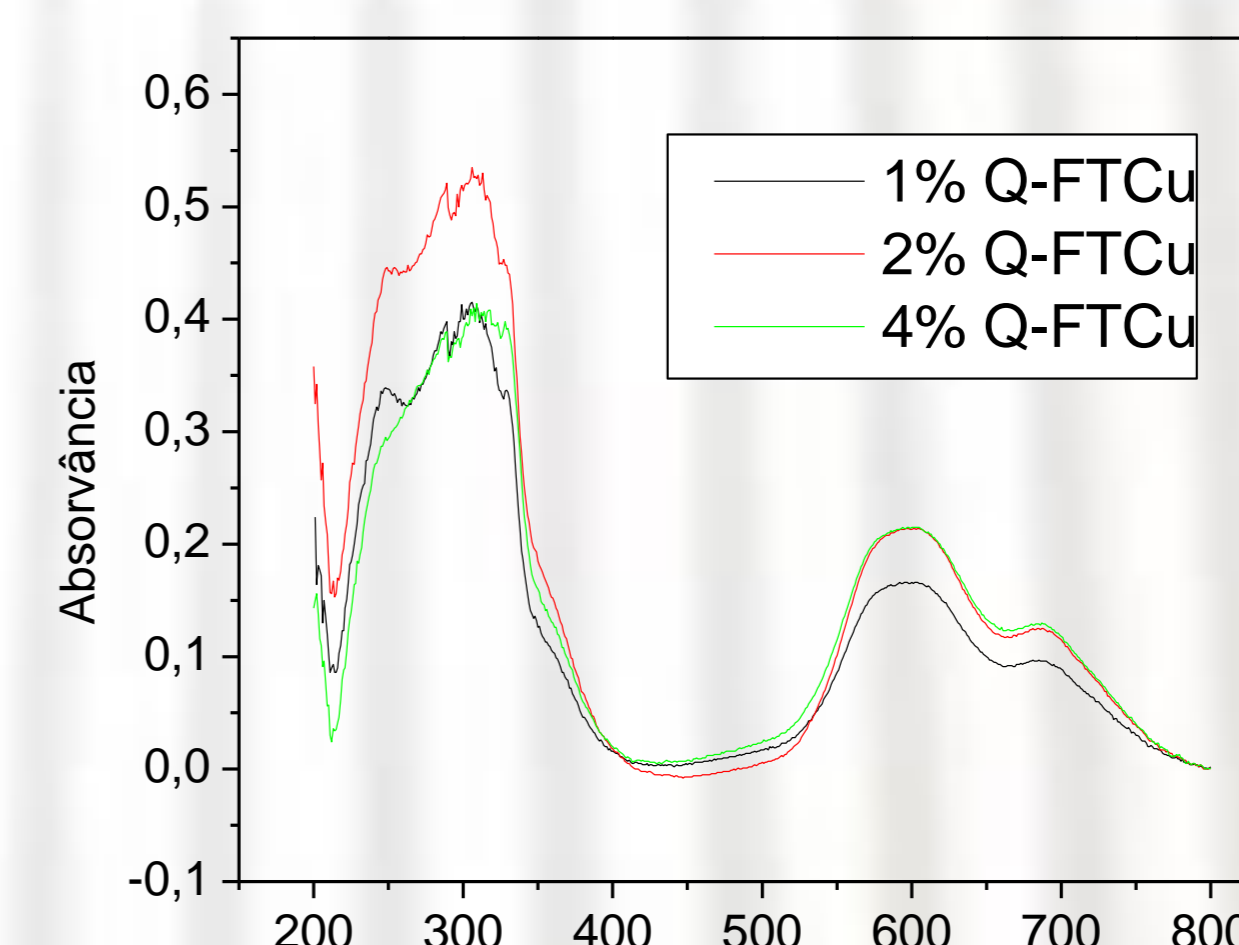


Figura 4. Análise de UV-VIS das amostras Q-FTCu.

As amostras foram usadas para a construção de eletrodos de pasta de carbono. A Figura 5 mostra os voltamogramas cíclicos feitos com a amostra 1%Q e com amostra 1%Q-FTCu, na presença de uma solução de 0,47 $mmol L^{-1}$ de paracetamol, observa-se um par redox com potencial médio em 0,28V correspondente a oxidação e redução do paracetamol. A intensidade desses picos foi aumentada significativamente utilizando o eletrodo 1%Q-FTCu indicando a capacidade electrocatalítica da amostra.

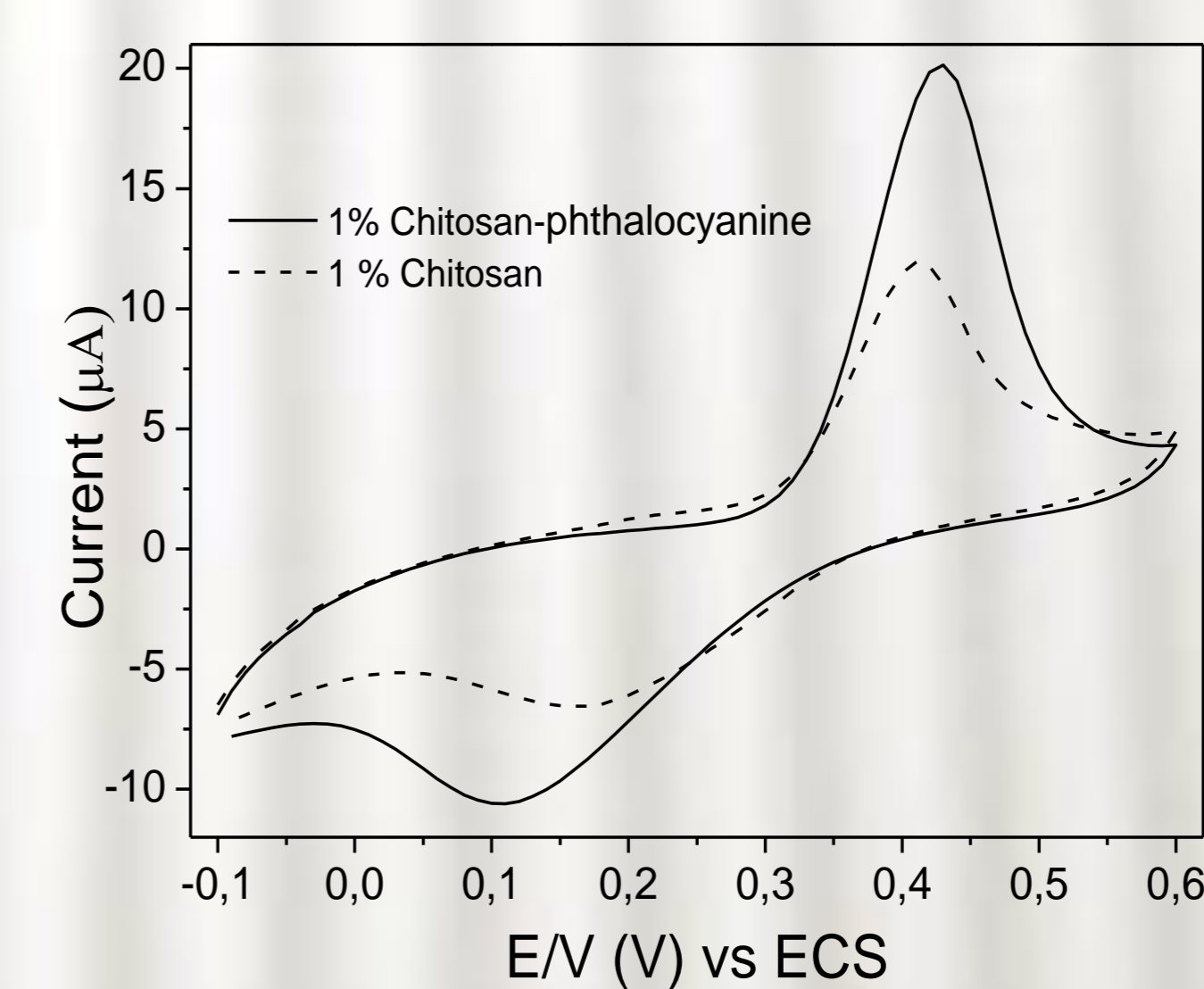


Figura 5. Voltamogramas cíclicos obtidos na presença de 0,47 $mmol L^{-1}$ de paracetamol.

CONCLUSÃO

Foi obtido um híbrido bioinorgânico, sílica quitosana, com considerável área superficial e poros na região de mesoporos. O incremento de Quitosana na estrutura do híbrido levou a uma redução na S_{BET} e no tamanho de poro assim como a uma diminuição na estabilidade térmica. Foi imobilizada a espécie eletroativa FTCu na superfície do híbrido apresentando um melhor desempenho na oxidação e redução do paracetamol.

REFERÊNCIAS

- 1 Nurhidayatullaili, M. J.; Hazizan M. D. A.; Zulkifli, A. *Compos. Interfaces*, 2011, 18, 449.
- 2 Al-Sagheer, F. A.; Merchant, S. *Carbohydr. Polym.* 2011, 85, 356.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CAPES, FAPERGS, CNPq e Propesq pelas bolsas concedidas e pelo apoio financeiro.