



# INCORPORAÇÃO DE GRUPOS FUNCIONAIS EM MATRIZES DE SÍLICA MESOPOROSA DO TIPO SBA-15: INVESTIGAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE SÍNTESE E APLICAÇÃO

Hellockston Gomes de Brito<sup>1</sup>; José Robson Lopes do Vale<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal da Paraíba, Departamento de Química/CCEN - [hellockstongomes@gmail.com](mailto:hellockstongomes@gmail.com)

<sup>2</sup> Universidade Federal da Paraíba, Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica –  
[robsonlopes98@gmail.com](mailto:robsonlopes98@gmail.com)

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo preparar matrizes de sílicas mesoporosas do tipo SBA-15 e realizar funcionalizações, através da silanização por um organossilano contendo grupos amino terminais. Para a obtenção das sílicas híbridas funcionalizadas, foi desenvolvido um planejamento fatorial variando-se o tempo e a temperatura, utilizando-se um organossilano funcional que foi incorporado na matriz inorgânica. Este planejamento foi realizado para a obtenção de um material com o máximo grau de incorporação de grupos funcionais em função de variações em parâmetros de reação. As amostras de SBA-15 funcionalizadas foram caracterizadas por espectroscopia do infravermelho, análise elementar e ressonância magnética nuclear para <sup>13</sup>C e <sup>29</sup>Si. Essas técnicas evidenciaram que houve a interação covalente do aminosilano com a superfície da SBA-15 para todas as amostras. Ao final, as amostras foram submetidas a ensaios de adsorção dos corantes azul de remazol RN, vermelho remazol RB e amarelo de remazol GR, e os perfis das isotermas de tempo mostraram valores de 90, 170 e 50 minutos, respectivamente, com relação ao estabelecimento do equilíbrio. Os resultados de capacidade máxima de adsorção ( $Q_e$ ) foram de 374, 394,5 e 384 mg g<sup>-1</sup>, para os corantes azul, vermelho e amarelo, respectivamente. Portanto, a superfície funcionalizada foi empregada com sucesso na remoção de corantes em meio aquoso e pode atuar como agente de descontaminação em efluentes industriais, bem como através de estudos adequados pode ser usado na despoluição de hidrocarbonetos presentes no meio aquático.

**Palavras-chave:** SBA-15, silanização, adsorção, corantes.

## 1. INTRODUÇÃO

Na década de 90, os chamados materiais mesoporosos, demonstravam baixa atividade catalítica e estabilidade hidrotérmica quando comparados as zeólitas, devido às paredes porosas amorfas. Em 1992, um grupo de pesquisa da Mobil<sup>®</sup> descobriu uma nova família de materiais que demonstrava propriedades texturais únicas, assim conseguiram melhorar o desempenho dos materiais quanto a atividade catalítica e estabilidade

hidrotérmica [ZHAO, 1998]. A mesoescala dos materiais mesoporosos é definida pela IUPAC através de uma faixa de diâmetros de poros entre 2 e 50 nm [ALMEIDA, 2012].

O uso de direcionadores iônicos e não-iônicos é responsável pelo arranjo poroso e ordenado da estrutura. Assim, como exemplos de materiais mesoporosos podem ser citados a família M41S e SBA, onde dependendo do uso do surfatante, apresentam diferentes conformações como as mesofases



hexagonal, cúbica e lamelar, mostradas na Figura 1.

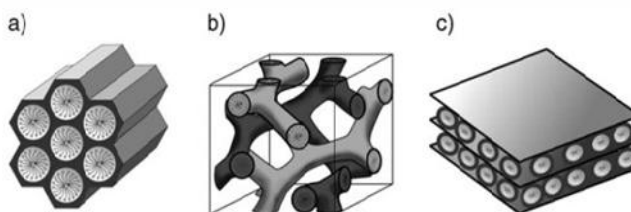


Figura 1- Mesofases hexagonal (a), cúbica (b) e lamelar (c) [Adaptado de HOFFMANN, 2006].

Este trabalho tem por objetivo a obtenção de sílicas mesoporosas do tipo SBA-15 e investiga parâmetros da etapa de funcionalização, no intuito de conseguir a maior incorporação de grupos amino na matriz da sílica.

### 1.1- Sílica

A sílica é um polímero inorgânico, consistindo de grupos siloxanos (Si-O-Si) no interior da rede e grupos silanóis (Si-OH) na superfície. Esse material, desperta o interesse nos cientistas pela reatividade de superfície, estabilidade e possibilidade de adsorção de moléculas ou íons [NASSAR, 2002]. A Figura 2 representa a unidade estrutural da sílica, constituída de tetraedros  $\text{SiO}_4^{2-}$ .

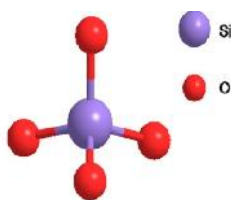


Figura 2– Unidade estrutural tetraédrica da sílica.

### 1.2- SBA-15

A SBA-15 (acrônimo para o termo em inglês *Santa Barbara amorphous*) é uma das variedades de sílicas mesoporosas que apresenta mesofase hexagonal e utiliza copolímeros do tipo bloco como direcionadores, como o P123 que apresenta um bloco de polipropileno

e blocos terminais de polietileno [ZHAO, 1998].

### 1.3- Formação da sílica mesoporosa SBA-15

A polimerização de monômeros do precursor de silício constituindo uma rede contínua é o resultado das reações do chamado processo sol-gel, que tem como precursor o tetraetilortossilicato, para a formação da sílica mesoporosa. Em meio aquoso, o precursor é hidrolisado e em seguida sofre condensação com moléculas vizinhas também hidrolisadas. Então ocorre a polimerização, formando uma rede de átomos de silício e oxigênio ligados, formando os grupos siloxanos (Si-O-Si), como também a presença de grupos silanóis (Si-OH) [WAN, 2007]. A Figura 3 mostra a obtenção desses materiais.

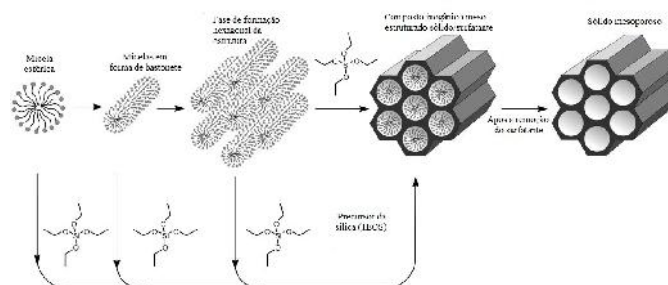


Figura 3- Mecanismo de formação de sílicas mesoporosas com a estrutura direcionada por um molde molecular, tendo como fonte de silício o TEOS [Adaptado de HOFFMANN, 2006].

A obtenção da estrutura mesoporosa da sílica é baseada na hidrólise e condensação de uma fonte de silício em torno de um molde molecular pré-ordenado em solução, também chamado de template [KRESGE, 1992]. No caso, a espécie utilizada como template, também chamado de direcionador, é o copolímero tribloco P123, que interage de maneira não-iônica com a fonte de silício. Em meio aquoso, as moléculas do direcionador tendem a reduzir a tensão superficial e minimizar a energia do sistema, formando



então, arranjos denominados micelas. A partir do momento que a concentração micelar crítica é ultrapassada, formam-se agregados micelares. São formadas inicialmente micelas esféricas e o aumento da concentração do surfatante produz um arranjo cilíndrico, que é auto-organizado e constitui a mesofase hexagonal, cuja fonte de sílica é condensada, dando origem ao óxido ordenado [HUO, 1996].

### 1.5- Adsorção com corantes

A atividade têxtil resulta em efluentes com uma variedade de corantes que apresentam como característica uma intensa coloração, a qual, em ambientes aquáticos, pode causar interferência nos processos de fotossíntese. Além disso, certas classes de corantes, assim como seus subprodutos, podem ser carcinogênicos e/ou mutagênicos. Estudos indicam que a poluição dos cursos d'água começa a ser observável em concentrações acima de  $1,0 \text{ mg L}^{-1}$  [CATANHO, 2006].

## 2- METODOLOGIA

### 2.1- Reagentes

Os reagentes utilizados foram o ácido clorídrico (HCl) da marca Dinâmica, o poli(etileno glicol)-poli(propilenoglicol)-poli(etilenoglicol) (P123) da Aldrich, água destilada, tetraetilortossilicato ( $\text{C}_8\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Si}$ ) da Aldrich, tolueno ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ ), Dinâmica, o 3-trimetoxipropilsilildietilenotriamino ( $\text{C}_{10}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_3\text{Si}$ ), denominado neste trabalho por 3N, da Acros Organics, azul de remazol RN, amarelo de remazol GR e vermelho de remazol RB, sendo que as amostras de corantes foram fornecidas gratuitamente da Dystar.

### 2.2- Síntese da sílica mesoporosa SBA-15

A estrutura da SBA-15 foi preparada tomando-se aproximadamente 4 g de P123, misturado com aproximadamente 120 g de ácido clorídrico, HCl,  $2,0 \text{ mol L}^{-1}$

e 30 g de água em um béquer. O sistema foi mantido sob agitação magnética por 4 h, a  $40^\circ\text{C}$ . Em seguida foram adicionados cerca de 8,25 g de TEOS ao sistema, que foi mantido em mesmas condições por mais 1 h. Em seguida, com a formação de uma suspensão de aspecto leitoso, a solução foi transferida para a autoclave e levado à estufa por 24 h, a  $100^\circ\text{C}$ . Ao final do tratamento hidrotérmico o sólido foi recolhido por filtração, lavado com diversas porções de etanol e seco durante 24 h a  $50^\circ\text{C}$ . O copolímero direcionador foi removido por calcinação durante 5 h, a  $540^\circ\text{C}$ , com rampa de aquecimento de  $1^\circ\text{C min}^{-1}$ .

### 2.3 - Planejamento fatorial do processo de funcionalização

O planejamento fatorial para a etapa de funcionalização consiste na realização de 08 (oito) experimentos, onde houve variações nos fatores de temperatura e tempo de reação, em que serão realizados 04 (quatro) experimentos variando da menor temperatura (ambiente) à maior ( $50^\circ\text{C}$ ) e do menor (12h) ao maior (24h) tempo, assim os outros 04 foram feitos de replicatas dos primeiros, para assim avaliar a reprodutibilidade do material. Como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1- Planejamento fatorial dos experimentos realizados a partir da variação dos fatores tempo (horas) e temperatura ( $^\circ\text{C}$ ).

Experi- mentos	Repli- cas	Fator Tempo	Fator Temperatura
1	1	24 (+)	50 (+)
1	2	24 (+)	25 (-)
1	3	12 (-)	50 (+)
1	4	12 (-)	25 (-)
2	5	24 (+)	50 (+)
2	6	24 (+)	25 (-)
2	7	12 (-)	50 (+)
2	8	12 (-)	25 (-)





## 2.4 - Silanização da SBA-15 com o organossilano 3N

A etapa de funcionalização das sílicas SBA-15 foi desenvolvida em meio heterogêneo e aproximadamente 5,0 mL do aminossilano 3N foi adicionado a uma suspensão de aproximadamente 1,5 g de SBA-15 em 60 mL de tolueno. Esta quantidade é estimada a partir do valor médio de grupos silanol (Si-OH) presentes na superfície da sílica, 5,0 mmol g<sup>-1</sup>, utilizando um excesso de silano três vezes o de grupos silanol livres [BRINKER, 1992].

O sistema foi mantido sob agitação mecânica, fluxo de nitrogênio, e os fatores temperatura e tempo foram variados de acordo com a ordem aleatória estabelecida pelo planejamento fatorial. Finalmente, o sólido foi filtrado, lavado com porções de etanol e seco a temperatura ambiente.

## 2.5- Adsorção de corantes

O adsorvente empregado nos ensaios de adsorção dos corantes foi a amostra de SBA-15 funcionalizada nas condições de nível (+) para os dois fatores estudados (24 h e 50°C).

### 2.5.1- Cinética de adsorção

Para a realização dos experimentos de cinética, aproximadamente 22,5 mg do adsorvente foi mantido em contato com 20 mL de solução do corante, com a concentração de 500 mg L<sup>-1</sup>. Os frascos foram deixados em agitação constante de 150 rpm a temperatura ambiente, variando-se o tempo de contato entre 10 e 190 minutos. A mistura foi centrifugada durante 8 minutos a 3000 rpm e a determinação da concentração final do corante foi determinada por meio de espectrofotometria UV-visível.

### 2.5.2- Isoterma de adsorção

Para a obtenção da isoterma de adsorção pesou-se cerca de 22,5 mg do adsorvente e colocou-se em contato com a solução do corante na faixa de

concentração entre 120 e 500 mg L<sup>-1</sup>, por um período de tempo anteriormente determinado pelo estudo cinético, como sendo o tempo de equilíbrio. As concentrações finais foram determinadas como já mencionadas anteriormente. Estes valores permitiram a construção do gráfico da concentração de equilíbrio em função da quantidade adsorvida, que é calculada através da equação (1).

$$Q_e = \frac{(C_i - C_f)V}{m} \quad [1]$$

onde, m corresponde a massa do adsorvente (g), V o volume da solução de corante utilizada (L), C<sub>i</sub> e C<sub>f</sub> a concentração inicial e final do corante (mg L<sup>-1</sup>), respectivamente e Q<sub>e</sub> é a quantidade adsorvida do corante (mg g<sup>-1</sup>).

## 2.6- Caracterizações

### 2.6.1- Espectroscopia na região do infravermelho

Os espectros de absorção da região do infravermelho foram obtidos utilizando-se o espectrofotômetro FTIR Prestige-21 Shimadzu, através de preparação de pastilhas de KBr contendo as amostras na proporção de 1:10, para amostra:KBr, respectivamente. Com faixa de varredura de 4000-400 cm<sup>-1</sup> e resolução de 4 cm<sup>-1</sup>.

### 2.6.2- Espectrometria de ressonância magnética nuclear (RMN)

Na caracterização das amostras por espectrometria de ressonância foi realizado o estudo do <sup>13</sup>C e <sup>29</sup>Si presente no material, por HPDEC e CPMAS com frequências de 75,47 e 59,61 MHz, respectivamente, e 4 kHz para a rotação do ângulo mágico.

### 2.6.3- Análise elementar

Foi utilizado um analisador elementar Perkin-Elmer modelo 2400, com massas de amostras da ordem de 20 mg.



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1- Caracterização dos materiais: espectroscopia na região do infravermelho (FTIR)

A sílica mesoporosa SBA-15 foi caracterizada através de espectroscopia na região do infravermelho, na faixa de  $4000-400\text{ cm}^{-1}$ .

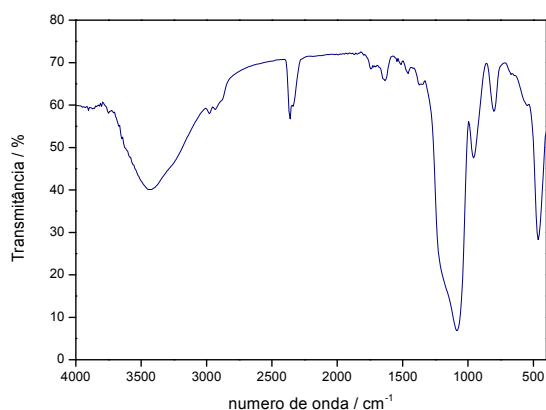


Figura 4- Espectro na região do infravermelho correspondente a Sílica mesoporosa SBA-15 antes da calcinação.

As ligações C-H, correspondentes às cadeias carbônicas dos grupos funcionais pendentes, cujos estiramentos são observados em torno de  $2900$  e  $2880\text{ cm}^{-1}$ , relativas aos estiramentos simétricos e assimétricos do grupo  $\text{CH}_2$ , respectivamente. Isso é um forte indício da presença dos grupos orgânicos imobilizados nas paredes dos poros da sílica. A matriz inorgânica apresenta absorções em  $1100$ ,  $900\text{ cm}^{-1}$  e  $490\text{ cm}^{-1}$ , que são atribuídas aos estiramentos de grupos Si-O-Si, da rede inorgânica, grupos Si-O-H e O-Si-O, respectivamente. Os estiramentos atribuídos aos grupos O-H da água estão compreendidos na região entre  $3500-3400\text{ cm}^{-1}$ , sendo também observada a deformação H-O-H em  $1630\text{ cm}^{-1}$ , que confirma a presença de umidade no material [SILVERSTEIN, 2005].

O espectro da Fig. 5 mostra as características da amostra calcinada, ou

seja, após a remoção do direcionador. Assim, as vibrações anteriormente observadas devido à presença dos grupos  $\text{CH}_2$  não estão presentes nesse espectro, como esperado. Também houve diminuição da intensidade na banda atribuída aos grupos O-H, que é esperado após submeter às amostras às altas temperaturas do processo de calcinação. Através da alta temperatura utilizada neste processo eliminam-se moléculas de água que se encontram trapeadas ao longo da rede porosa. Embora a calcinação, provoque uma redução drástica dos grupos hidroxila da superfície porosa, que são de interesse na posterior funcionalização, alguns autores indicam processos de re-hidroxilação para promover uma disponibilidade maior de grupos O-H [NAONO, 2000].

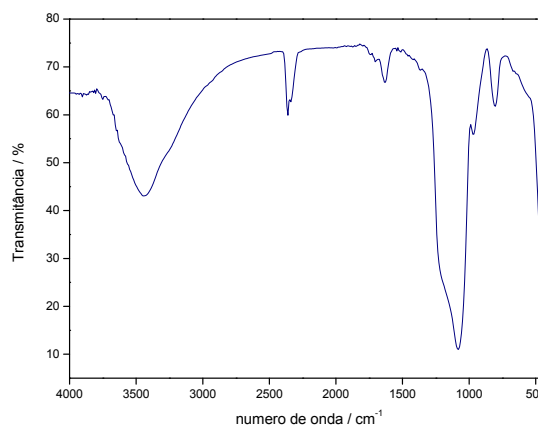


Figura 5- Espectro na região do infravermelho correspondente a sílica mesoporosa SBA-15 após a calcinação.

Para a amostra calcinada, os outros conjuntos de estiramentos são típicos do esqueleto inorgânico e foram observados e atribuídos previamente na Figura 6.

Na Figura 6 são observados espectros IV das amostras que foram silanizadas com o aminossilano 3N.

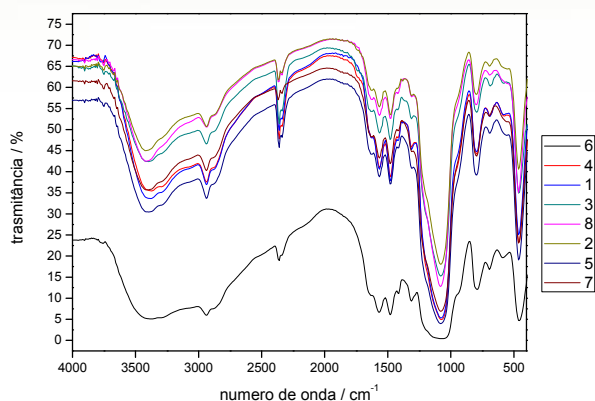


Figura 6 - Espectros na região do infravermelho das amostras funcionalizadas com o 3N, correspondentes aos seus respectivos experimentos.

Observa-se que houve o reaparecimento dos estiramentos correspondentes aos grupos  $\text{CH}_2$  e comprova a interação do organossilano 3N com a SBA-15. Outra observação importante é fornecida pela larga banda de grupos OH na região de  $3400\text{ cm}^{-1}$ , que neste caso, mostra-se dividida em dois estiramentos distintos. Logo abaixo de  $3350\text{ cm}^{-1}$ , observa-se uma variação na linha do espectro, que pode ser atribuída aos estiramentos N-H, os quais são observados em torno de  $3200\text{ cm}^{-1}$ . Na região compreendida em  $1450\text{ cm}^{-1}$  observa-se a vibração correspondente ao estiramento dos grupos  $\text{NH}_2$ , que infere o sucesso da reação de funcionalização da superfície mesoporosa [SILVERSTEIN, 2005].

### 3.2- Ressonância magnética nuclear (RMN) para $^{13}\text{C}$ e $^{29}\text{Si}$

#### 3.2.1- RMN do $^{13}\text{C}$

A Figura 7 mostra espectros de RMN do  $^{13}\text{C}$  das amostras de SBA-15 funcionalizadas, onde se observa o alto grau de sinal-ruído, já que no caso dos sólidos, não se obtém uma leitura

isotrópica como nos líquidos, em que nestes espectros é notável a presença de picos bem definidos, referentes aos carbonos das cadeias propil e etil correspondentes do aminossilano (3N).

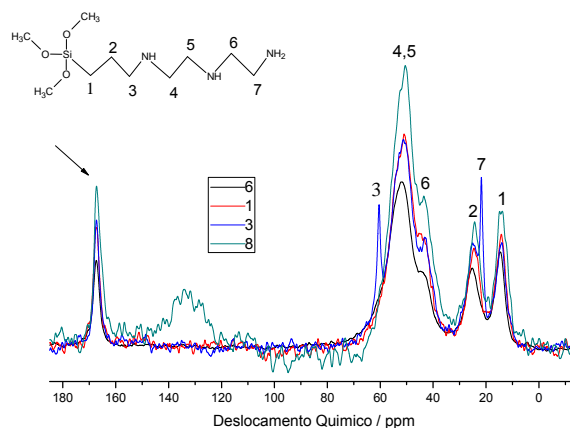


Figura 7- Espectros de RMN do  $^{13}\text{C}$  presente nas amostras funcionalizadas com o 3N, correspondentes aos seus respectivos experimentos.

Na região compreendida em 168 ppm é observado um pico, provavelmente vindo de alguma contaminação do aminossilano utilizado pois este é relativo a uma dupla ligação entre carbono e enxofre, ou grupos carbonílicos e nenhuma dessas funções estão presentes no reagente utilizado. Como o aminossilano (3N) possui uma cadeia longa, ocorrem variações nos sinais destas cadeias como no caso dos sinais 2 e 6 compreendidos em 25 e 44 ppm, respectivamente [OLIVEIRA, 2009]. Os sinais 4 e 5 (50 ppm) são equivalentes e em teoria, devem apresentar diferenças de deslocamento da ordem de poucos ppm, mas em espectros de sólidos, o largo sinal em função da anisotropia, não permite a atribuição destes sinais separadamente. O sinal do carbono ligado ao grupo amino terminal, na posição do último carbono da cadeia propil, acaba gerando uma blindagem sobre os carbonos 5 e 7, localizando-os em regiões de campos mais altos. Os sinais compreendidos nas regiões de 15 e 60



ppm são atribuídos aos carbonos 1 e 3 da estrutura.

### 3.2.2- RMN do $^{29}\text{Si}$

A Figura 8 mostra as espécies de silício correspondentes aos sítios Q e T, que correspondem aos ambientes químicos dos átomos da rede inorgânica e da superfície funcional, respectivamente.

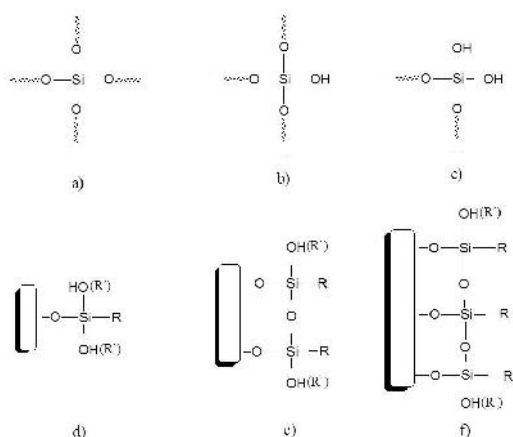


Figura 8- Representação das espécies de silício presentes nas amostras sendo  $\text{Q}^4$  (a),  $\text{Q}^3$  (b),  $\text{Q}^2$  (c),  $\text{T}^1$  (d),  $\text{T}^2$  (e),  $\text{T}^3$  (f).

Nas Figuras 9 e 10 tem-se os espectros de RMN para o núcleo de  $^{29}\text{Si}$ , para a amostra pura e as funcionalizadas, respectivamente, em que estes esclarecerem aspectos relevantes quanto ao caráter da ligação entre os organossilanos e as superfícies mesoporosas. Os sinais  $\text{Q}^2$ ,  $\text{Q}^3$  e  $\text{Q}^4$  estão localizados nos deslocamentos -90, -99 e -110 ppm, respectivamente. Estes picos indicam somente a presença de ligações Si-O em diferentes ambientes químicos, cujo índice denota o número de ligações que o átomo central forma. No caso do  $\text{Q}^2$  dos grupos silanóis geminais,  $\text{Q}^3$  onde os grupos devem possuir um silanol e o  $\text{Q}^4$  são sinais atribuídos aos grupos siloxanos presentes na parede interna da sílica.

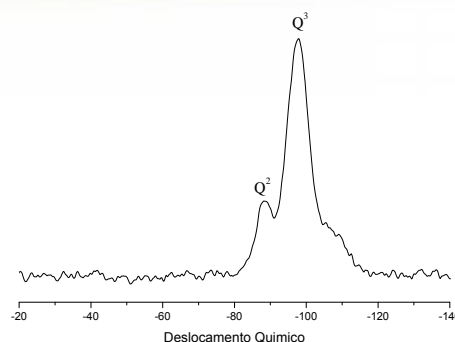


Figura 9- Espectro de RMN do  $^{29}\text{Si}$  correspondente a amostra pura da sílica (SBA-15).

Como mostrado na Figura 9, o espectro de RMN para a amostra pura de SBA-15 revela espécies do tipo Q, como  $\text{Q}^2$ , que é atribuído aos grupos silanóis geminais (Si-OH) livres na sílica. A Figura 14 mostra os espectros de RMN de  $^{29}\text{Si}$  das amostras funcionalizadas.

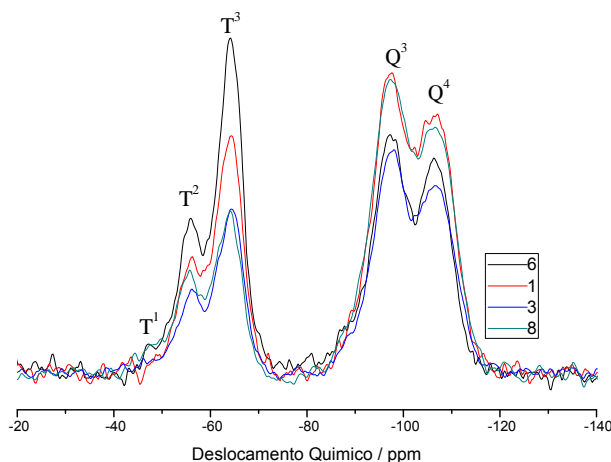


Figura 10- Espectros de RMN do  $^{29}\text{Si}$  presente nas amostras funcionalizadas com o 3N, correspondentes aos seus respectivos experimentos.

Pela análise da Figura 10, os sítios  $\text{Q}^2$  não são observados e houve o aparecimento de sítios do tipo T, como esperado. As unidades  $\text{T}^1$ ,  $\text{T}^2$  e  $\text{T}^3$ , observadas nas regiões -48, -56 e -64 ppm, respectivamente, são sinais atribuídos às ligações Si-C, referentes às cadeias do organossilano incorporado na reação de funcionalização.  $\text{T}^1$  referente às





ligações isoladas formadas por uma ligação siloxano. As espécies T<sup>2</sup> apresentam dois grupos diferentes, onde um deles é a função química incorporada e o outro pode ser um silanol remanescente, presente em grupos terminais. O ambiente químico do átomo que constitui as espécies T<sup>3</sup> é formado por três ligações siloxano e uma com o grupo funcional. A presença das espécies T indicam que o processo de pós-funcionalização, utilizado na síntese das amostras, foi bem sucedido [OLIVEIRA, 2009].

### 3.3- Análise elementar (CHN)

A partir dos dados obtidos pela análise elementar foi possível calcular o grau de funcionalização das matrizes mesoporosas, que está associado à quantidade de grupos funcionais inseridos na rede inorgânica. Na Tabela 2 observa-se a análise elementar das amostras do planejamento, onde nota-se, maior porcentagem de nitrogênio para a amostra 6, que é replicata da amostra 2, estas amostras correspondem aos experimentos com maior tempo (24 h) e menor temperatura (ambiente). A porcentagem de nitrogênio foi utilizada como resposta do planejamento.

Tabela 2- Resultado da análise elementar das amostras correspondente aos respectivos experimentos do planejamento.

Amostra	%C	%H	%N
1	20,45	4,11	8,70
2	20,39	3,94	8,49
3	19,61	4,07	8,28
4	19,41	3,79	8,34
5	16,13	3,39	6,95
6	25,21	5,30	10,26
7	18,32	3,87	7,82
8	16,61	3,17	7,13

Com base nos dados da tabela foram calculados os efeitos principais e o efeito de interação, porém nenhum dos

efeitos foi significativo. Outro fato é que as amostras 1, 2, 3 e 4 pertencentes ao primeiro bloco (replicatas 1) tiveram valores próximos entre si, já nas amostras 5, 6, 7 e 8 do segundo bloco (replicatas 2), além de diferirem entre si mostraram-se distantes dos valores das suas replicatas, ou seja, a diferença de porcentagem de nitrogênio foi maior entre as replicatas 1 e 2 do que entre as amostras da replicata 1, fazendo com que o erro seja maior do que a diferença com relação à variação dos fatores.

Esse erro experimental pode ser atribuído, em grande parte, à falta de reprodutibilidade com relação aos equipamentos utilizados para a realização dos experimentos, como agitadores mecânicos e chapas de aquecimento. Assim, embora não tenha havido falta de ajuste do modelo, não foi possível avaliar a influência dos fatores tempo e temperatura nas amostras funcionalizadas.

### 3.4- Adsorção de corantes

#### 3.4.1- Cinética de adsorção

As isotermas de tempo de equilíbrio de adsorção dos corantes azul de remazol RN, amarelo de remazol GR e vermelho de remazol RB na amostra de SBA-15 funcionalizada são mostradas na Figura 11.

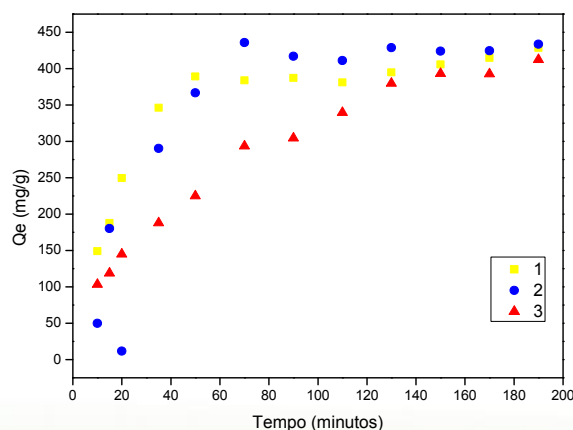


Figura 11- Gráfico da cinética de adsor-





ção com os corantes amarelo de remazol GR (1), azul de remazol RN (2) e vermelho de remazol RB (3).

O corante amarelo embora se tenha apresentado altos valores de adsorção conseguindo também um tempo de equilíbrio em aproximadamente 50 minutos, o corante azul possui valores maiores para o  $Q_e$ . Onde nos tempos de 15 e 190 minutos os corantes azul e amarelo obtiveram valores próximos para o  $Q_e$ . O corante azul teve um tempo de equilíbrio em cerca dos 90 minutos. Já no corante vermelho observa-se uma curva mais linear em que seu ponto de equilíbrio ficou entre os 150 e 170 minutos, em que, com exceção do primeiro ponto, seus valores para o  $Q_e$  ficaram abaixo dos outros dois corantes.

#### 3.4.2- Isoterma de adsorção

As isotermas de concentração para a adsorção dos corantes com a amostra de SBA-15 funcionalizada são mostradas na Figura 12.

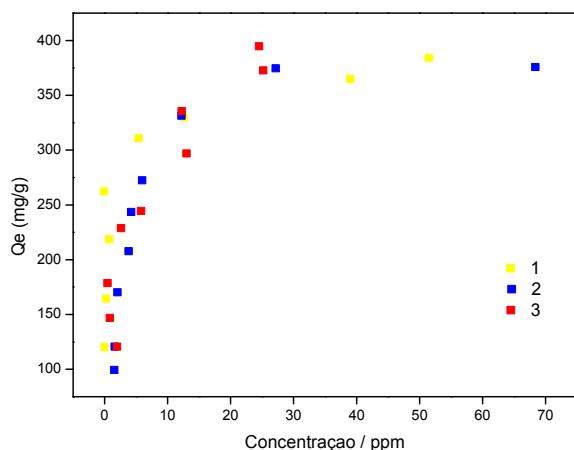


Figura 12- Gráfico da isoterma de adsorção com os corantes amarelo de remazol GR (1), azul de remazol RN (2) e vermelho de remazol RB (3).

Todos os corantes preparados com concentrações iniciais na faixa de 120 a 400 mg L<sup>-1</sup>, mostraram valores para  $Q_e$  bem próximos. A amostra de SBA-15

funcionalizada com o 3N apresentou resultados superiores para a adsorção dos corantes estudados em comparação com dados atuais da literatura [CESTARI, 2009]. O corante vermelho apresentou o maior valor para  $Q_e$ . Já o azul mostrou o menor valor para  $Q_e$ . Em geral, todos os corantes investigados apresentaram excelentes resultados de adsorção na matriz de SBA-15 funcionalizada, sendo bem próximos entre si, uma vez que são todos corantes aniônicos.

#### 4. CONCLUSÕES

Para concluir temos que, os espectros de IV, de RMN de <sup>13</sup>C e RMN de <sup>29</sup>Si revelaram que o aminossilano foi incorporado em todas as amostras, além de confirmar a formação da rede inorgânica (Si-O-Si). Vemos então que qualquer um dos fatores poderia ser utilizado, para a obtenção da sílica funcionalizada, como preferência o de valores mínimos já que este na análise de CHN mostrou-se com maior grau de incorporação de nitrogênio. Nos testes de adsorção, a interação dos corantes a amostra de SBA-15 mostrou-se eficiente, levando em conta os valores de  $Q_e$ , já que estes são mais altos aos encontrados na literatura para materiais análogos. Assim, espera-se que esse conjunto de dados seja base para novos trabalhos na direção de remediação ambiental utilizando-se materiais avançados.

#### 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, R. K. S.; AIROLDI, C., *Ordered Mesoporous Materials from Silica, Carbon and Metal Oxides – Some Synthetic and Application Features*, Global J. Phys. Chem., v.3, p.1-15, 2012.

BRINKER, C. J.; SMITH, D. M.; DESHPANDE, R.; DAVIS, P. M.; HIETALA, S.; FRYE, G. C.; ASHLEY, C. S.; ASSINK, R. A., *Sol-Gel Processing*



*of Controlled Pore Oxides*, Catal. Today, v.14, p.155-163, 1992.

CATANHO, M.; MALPASS, G. R. P.; MOTHEO, A. J., *Avaliação dos Tratamentos Eletroquímico e Fotoeletroquímico na Degradação de Corantes Têxteis*, Quim. Nova, v.29, p.983-989, 2006.

CESTARI, A. R.; VIEIRA, E. F.S.; VIEIRA, G. S.; COSTA, L. P.; TAVARES, A. M. G.; LOH, W.; AIROLDI, C., *The Removal of Reactive Dyes from Aqueous Solutions Using Chemically Modified Mesoporous Silica in the Presence of Anionic Surfactant-The Temperature Dependence and a Thermodynamic Multivariate Analysis*, J. Hazard. Mater., v.161, p.307-316, 2009

HOFFMANN, F.; CORNELIUS, M.; MORELL, J.; FROBA, M., *Silica-Based Mesoporous Organic-Inorganic Hybrid Materials*, Angew. Chem., v.45, p.3216-3251, 2006.

HUO, Q.; MARGOLESE, D. I.; STUCKY, G. D., *Surfactant Control of Phases in the Synthesis of Mesoporous Silica-Based Materials*, Chem. Mater., v.8, p.1147-1160, 1996.

KRESGE, C. T.; LEONOWICZ, M. E.; ROTH, W. J.; VARTULI, J. C.; BECK, J.S., *Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid-Crystal Template Mechanism*, Nature, v.359, p.710-712, 1992.

NAONO, H.; HAKUMAN, M.; TANAKA, T.; TAMURA, N.; NAKAI, K., *Porous Texture and Surface Character of Dehydroxylated and Rehydroxylated MCM-41 Mesoporous Silicas-Analysis of Adsorption Isotherms of Nitrogen Gas and Water Vapor*, School of Sci., v.225, p.411-420, 2000.

NASSAR, E. J., *Influência da Catálise Ácida e Básica na Preparação da Sílica Funcionalizada pelo Método Sol-Gel*, Quim. Nova, v.25, p.27-31, 2002.

OLIVEIRA, F. J. V. E.; FILHO, E. C. S.; MeELO Jr, M. A.; AIROLDI, C., *Modified Coupling Agents Based on Thiourea, Immobilized onto Silica. Thermodynamics of Copper adsorption*, Surf. Sci., v.603, p.2200-2206, 2009.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J.; *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, John Wiley & Sons, 2005.

WAN, Y.; ZHAO, D., *On the Controllable Soft-Templating Approach to Mesoporous Silicates*, Chem. Rev., v.107, p.2821-2860, 2007.

ZHAO, D.; FENG, J.; HUO, Q.; MELOSH, N.; FREDRICKSON, G. H.; CHMELKA, B. F.; STUCKY, G. D., *Triblock Copolymer Syntheses of Mesoporous Silica with Periodic 50 to 300 Angstrom Pores*, Science, v.279, p.548-552, 1998.