

# IMOBILIZAÇÃO DE AMINOETANOTIOL NA CELULOSE E SUAS PROPRIEDADES ADSORVENTES

*Lucinaldo dos Santos Silva (Bolsista PIBIC/CNPq), Luiz de Sousa Santos Júnior (Colaborador, UFPI), Edson Cavalcanti da Silva Filho (Orientador, CAFS – UFPI)*

## INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, pesquisas científicas voltadas para diminuir os impactos ambientais provocados por metais pesados, já que muitos mesmo estando em concentrações baixas são extremamente tóxicos, tem se desenvolvido bastante. Com isso a natureza tem sido explorada de forma satisfatória para a obtenção de materiais que possam sofrer modificações químicas de tal forma que fiquem com alta capacidade de remoção de tais metais existentes em um determinado sistema contaminado<sup>1</sup>.

Para remover tais metais em um determinado sistema contaminado, a celulose foi explorada para tal vínculo, esta sofreu modificações para se tornar eficiente na adsorção de metais. A modificação da celulose foi feita introduzindo centros básicos em sua cadeia polimérica para aumentar o fator quelante frente a cátions, tornando-o um material promissor em remoção catiônica, pois esse material quimicamente modificado atrai cátions com facilidade<sup>2</sup>.

Este trabalho teve com objetivo modificar a celulose com aminoetanotiol na ausência de solvente havendo apenas a presença de trietilamina que serviu para retirar o ácido formado a partir da reação.

## METODOLOGIA

Uma amostra de 10,0 g de celulose foi ativada a 353 K por 12 h e suspensa em 200,0 cm<sup>3</sup> de DMF, onde foram adicionados lentamente 35,0 cm<sup>3</sup> de cloreto de tionila, à 353 K, sob agitação mecânica. Após o fim da adição a solução continuou sob agitação nesta mesma temperatura durante 4 h e em seguida foi lavada com solução aquosa de NH<sub>4</sub>OH para neutralizar o pH do meio, seguido de lavagem e o sólido foi separado por filtração e seco à vácuo à temperatura ambiente. Em seguida, uma amostra de 5 g da celulose clorada (CeI<sub>2</sub>) reagiu com 9,09 g (0,080 mol) de aminoetanotiol, utilizando 15,0 cm<sup>3</sup> de trietilamina que foi utilizado para remoção do HCl formado a partir da reação, sob refluxo e com agitação mecânica por 4 h, e o material foi filtrado e o sólido final seco.

O material final obtido foi caracterizado por Análise Elementar de nitrogênio, por Espectroscopia na região do Infravermelho, por Ressonância Magnética Nuclear no estado sólido no núcleo de <sup>13</sup>C, por Termogravimetria e por Difração de raios X.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise elementar de nitrogênio mostrou que foi incorporado  $2,04 \pm 0,10$  mmol por grama de celulose, e a do enxofre foi de  $4,51 \pm 0,01$  mmol por grama de celulose, com isso existe uma relação de 2:1 em relação a S/N, pois  $n_S/n_N = 4,51/2,04 = 2,21$ .

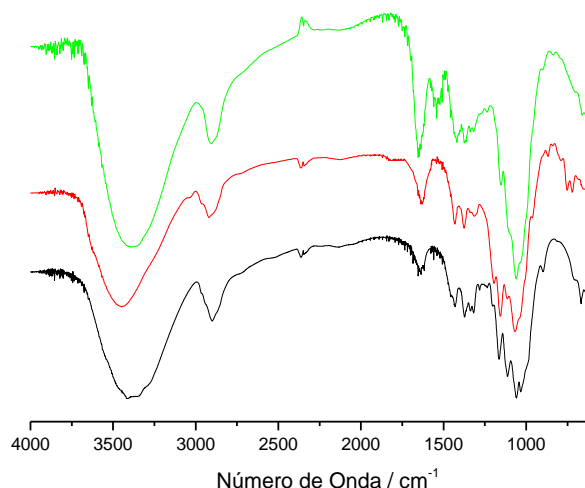
O material obtido foi caracterizado também por espectroscopia na região do infravermelho, cujo espectro encontra-se na figura 1, onde pode-se observar um aumento na intensidade e o deslocamento da banda em 1631 cm<sup>-1</sup> de CeI<sub>2</sub> para 1637 cm<sup>-1</sup> devido à deformação angular de

grupos aminos (-NH<sub>2</sub>) que também aparecem nesta região. As vibrações entre 760 e 700 cm<sup>-1</sup> correspondem à vibração C-Cl.

A celulose modificada foi também caracterizada por Ressonância Magnética Nuclear no estado sólido no núcleo de carbono-13, onde foi possível observar um pico de 66 ppm aproximadamente, referente aos carbonos 6, 7 e 10, com relação ao espectro da CelCl. Há o surgimento de um novo pico em aproximadamente 25 ppm, que corresponde aos carbonos pertencentes a molécula imobilizada, que são carbonos ligados apenas ao grupo amino, apresentando-se assim na forma de -C-NH-C-.

Com as curvas TG para a Cel, CelCl e CelAET, observou-se que na celulose quando modificada, seja qual for a rota, não há decomposição total do material, diferente com que ocorre para a celulose antes da modificação. Para a CelAET, observa-se uma quantidade de massa bem superior as outras, com isso verificou-se a ordem de decomposição: CelAET < CelCl < Cel.

Na caracterização por Difratoograma de raios X para a Cel, CelCl e CelAET, esta técnica foi utilizada para determinar qualitativamente a cristalinidade da celulose após as modificações sendo que estas ocorreram no carbono 6 da mesma, pois é o carbono da hidroxila que menos impedido estericamente, já que os carbonos secundários C(2) e C(3) são menos reativos, provavelmente por se encontrarem envolvidas em ligações de hidrogênio intramoleculares. Com desaparecimento dos picos C(4) e C(6) amorfos, para a formação da celulose clorada a partir disso ocorre uma mudança de cristalinidade na celulose. Já na CelAET acontece uma perda quase que completa desta cristalinidade devido a introdução do aminoetanotiol na celulose clorada.



**Figura 1.** Espectros FTIR da Cel (a) CelCl (b) e CelAET (c).

## CONCLUSÃO

A celulose foi modificada com o aminoetanotiol na ausência de solvente havendo apenas a presença de trietilamina que serviu para retirar o ácido formado a partir da reação. Através da análise elementar comprovou-se que duas moléculas reagiram e que foi incorporado duas quantidades de

enxofre para uma de nitrogênio, havendo assim a liberação da amônia. O espectro de infravermelho e do RMN<sup>13</sup>C para o material modificado comprovou através da comparação com a celulose pura a incorporação do aminoetanotiol na celulose. O DRX mostrou a perda da cristalinidade e o TG comprovou mesmo perfil de outros biopolímeros modificados.

#### **APOIO**

CNPq, FAPESP, UFPI.

#### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. AIROLDI, C. Química de coordenação em superfícies organofuncionalizadas. In: Robson Fernandes de Farias. (Org.). Química de coordenação - fundamentos e atualidades. Campinas: EditoraÁtomo, 01: 2005, 01-313.
2. SILVA FILHO, E. C., MELO, J. C. P., AIROLDI, C. Preparation of ethylenediamine-anchored cellulose and determination of thermochemical data for the interaction between cations and basic centers at the solid/liquid interface. *Carbohydrate Research*, 341, 2842-2850, 2006.

#### **PALAVRAS-CHAVE:**

Celulose. Modificação. Caracterização.