

Modificação da celulose com etilenodiamina e etilenosulfeto em diferentes proporções

*Luciano Clécio Brandão Lima (Bolsista PIBIC/CNPq), Edson Cavalcanti da Silva Filho
(Orientador, CAFS – UFPI)*

INTRODUÇÃO

Na tendência corriqueira de busca de novos materiais, a fonte natural é, sem dúvida, a mais explorada e torna-se mais atrativa quando o processo de isolamento se torna menos dispendioso, principalmente quando é usado tal qual encontrado ou são necessárias poucas operações de tratamento do mesmo, muito embora certas modificações químicas ampliem a utilidade das suas superfícies (AIROLDI, C. A., 2008).

O presente trabalho teve como objetivo modificar a superfície da celulose através da reação da celulose clorada com Etilenodiamina e Etilenosulfeto em diferentes proporções e caracterizar os sólidos obtidos por análise elementar, espectroscopia na região do IV, RMN no núcleo ^{13}C no estado sólido, e termogravimetria.

METODOLOGIA

Foi realizada a cloração da celulose através da reação desta (10,0 g) que foi suspensa em 200 cm³ do solvente N,N-dimetilformamida, sob agitação constante, a uma temperatura de 333 K, com o cloreto de tionila, por 2,5 h. Separadamente foram desenvolvidas as reações entre as bases em três diferentes proporções 1:1, 1:2 e 1:4 em etilenodiamina e etilenosulfeto respectivamente, em meio de DMA a 55 °C por 5h. Finalmente os materiais foram obtidos a partir da adição de 5,0 g da celulose clorada às misturas reacionais que deram origem aos três novos agentes. Em seguida os sólidos foram filtrados e lavados água, posteriormente secos à vácuo a temperatura ambiente.

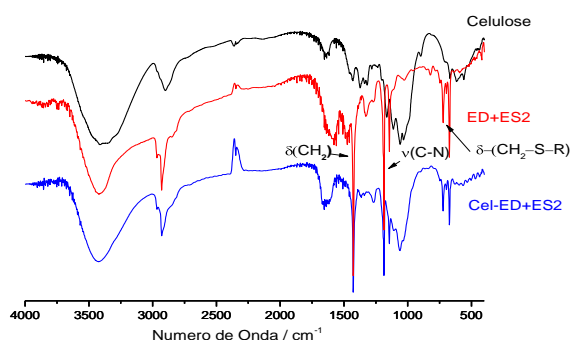
Em seguida os materiais foram caracterizados por análise elementar, espectroscopia na região do IV, RMN no núcleo ^{13}C no estado sólido, Difração de Raios-X e termogravimetria.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Através dos resultados da análise elementar nota-se que a expressiva diminuição da quantidade de cloro nos materiais obtidos comprova a substituição quase que total do cloro presente pelo novo agente imobilizado em questão, quanto aos percentuais de enxofre incorporados tem-se que estes valores crescem à medida que se aumenta a proporção relativa a nitrogênio e enxofre.

Observando o espectro referente ao sólido formado na reação ausente de solvente [Figura 1 (ED+ES2)], têm-se as informações sobre os grupos característicos deste que serve de base para se provar a incorporação do mesmo na superfície da celulose, visto que as bandas de absorção destes grupos mostram-se presentes nos espectros dos materiais finais (ver Figura 1).

Figura 1 – Espectros de absorção na região do infravermelho.

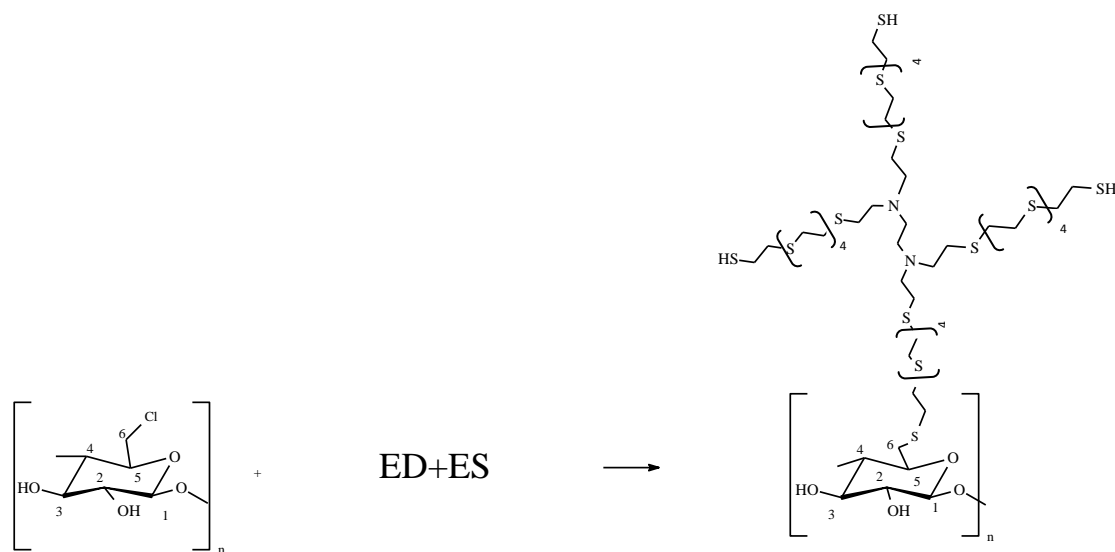


Fonte: Arquivo pessoal.

Nos três espectros de RMN ^{13}C que representam os materiais finais nota-se a presença de um pico com deslocamento químico em torno de 33 ppm que é atribuído aos CH_2 provenientes do material ancorado, visto que estes carbonos estão próximos a átomos de enxofre que levam os mesmos a uma região de menor deslocamento químico em relação aos demais carbonos da celulose.

Aproximando as relação entre enxofre e nitrogênios presentes nos materiais ao valor de 12S:1N, foi possível estabelecer uma proposta para a incorporação dos grupos ao suporte como segue na **Figura 2**. Esta aproximação é feita levando em consideração que, independente da proporção relativa a etilenodiamina e etilenosulfeto utilizada na síntese, na reação entre as bases ocorre a adição de camadas de etilenosulfeto à etilenodiamina até que, por impedimento estérico, não haja mais aumento no volume da molécula formada.

Figura 2 – Proposta de reação considerando uma proporção de 12S:1N para todos os materiais.



Fonte: Arquivo pessoal.

Os difratogramas mostram que os materiais finais apresentam perfis de cristalinidade idênticos, o que reforça a discussão feita anteriormente encima das relações entre o numero de mols de enxofre e nitrogênio, que sugere uma formação idêntica independente das proporções molares, e como há uma grande quantidade de átomos capazes de formar ligações de hidrogênio existe o favorecimento de um arranjo ordenado mesmo com o possível grande volume formado na superfície do material.

As curvas termogravimetricas mostram que os materiais finais obtidos, com exceção da Cel-ED+ES3, apresentam-se com maior estabilidade termica que o material de partida, fato observado em diversos materiais reportados na literatura, e por tanto a ordem de estabilidade termica observada é Cel<Cel-ED+ES3<CelCl< Cel-ED+ES2< Cel-ED+ES1.

CONCLUSÕES:

As reações objetivadas foram realizadas com sucesso, onde se utilizou o mínimo de solvente possível em cada etapa, já que não se conseguiu o mesmo sucesso na ausência de solvente.

As caracterizações confirmaram o sucesso na obtenção dos novos materiais e tem-se que os mesmos podem apresentar interessantes propriedades na aplicação direcionada a remoção de espécies perigosas como metais pesados ou corantes têxteis, devido a presença em grande quantidade de centros básico que estes materiais possuem.

AGRADECIMENTOS

CNPq, UFPI

REFERÊNCIAS

AIROLDI, C. A. *A relevante potencialidade dos centros básicos nitrogenados disponíveis em polímeros inorgânicos e biopolímeros na remoção catiônica*. Quim. Nova, Vol. 31, 144-153, 2008.