

ANCORAMENTO DE DAB-Am-16 NA SUPERFÍCIE DE 3-CLOROPROPIL SILICA GEL.

Devaney Ribeiro do Carmo¹ (PQ)*, Leonardo Lataro Paim¹ (PG), Newton Luiz Dias Filho¹ (PQ), Paula Fenga (PG), Nelson Ramos Stradiotto¹ (PQ). *docarmo@dfq.feis.unesp.br

¹ Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira (UNESP), Departamento de Física e Química, Av. Brasil Centro, 56 CEP 15385-000, Ilha Solteira SP -Brasil. fax: 55 (18)3742-4868

² Instituto de Química PO Box 355, CEP 14801-970, Araraquara -SP - Brasil

Palavras Chave: Dendrímero, Sílica gel, DAB-Am-16.

Introdução

O DAB-Am-16 (Hexadecaamino Poli(propileno)imina é um dendrímero (terceira geração, G-3) também conhecido como dendrímero de poli(propileno) imina (DPPI), que apresenta em sua estrutura, grupos periféricos que são constituídos por 16 grupos NH₂, e portanto são susceptíveis a reações posteriores, se métodos efetivos forem corretamente empregados. Uma outra importante característica deste dendrímero é de apresentar grupos periféricos constituídos de dipropilenotriamina (dpt) e pode atuar como ligante para uma variedade de metais de transição⁽¹⁾. Aproveitando-se desta importante propriedade, o objetivo deste trabalho é ancorar este dendrímero na superfície da sílica gel funcionalizada com 3-cloropropiltrimetoxissilano para uso em adsorção e em eletroanalítica. A caracterização preliminar do dendrímero ancorado foi feita empregando principalmente estudos de área superficial e porosidade, FT-IR e RMN de ²⁹Si e ¹³C no estado sólido.

Resultados e Discussão

A sílica gel organomodificada (3-cloropropil sílica) foi preparada segundo procedimento descrito na literatura⁽²⁾ e esta descrita como CIPS. A etapa subsequente foi realizada da seguinte maneira: cerca de 5 g de 3-cloropropil sílica foi adicionada em 0,001 mol de DAB-Am-16, dissolvido em 25 ml de metanol. A suspensão foi mantida sob refluxo por 48 h em atmosfera inerte (N₂). A fase sólida resultante foi separada por um funil de placa sinterizada fina e lavada diversas vezes com o solvente e em seguida o material foi seco a 80 °C em uma estufa à vácuo e mantido em um dessecador sob vácuo. O material resultante foi denominado de poli(propileno)imina propil sílica (DPPIPS). A estrutura da superfície e a textura dos poros das sílicas CIPS e DPPIPS foram analisadas por meio da evolução das isotermas de adsorção-dessorção de N₂.

Após o ancoramento observou-se uma razoável diminuição da área superficial (BET) da CIPS (380, 64

m² g⁻¹) para DPPIPS (331,07 m² g⁻¹) e também uma diminuição da porosidade. A forma da histerese (tipo H) não mudou. A curva de isoterma de adsorção para ambos materiais foi do tipo IV. No Espectro FT-IR da DPPIPS houve dificuldades em verificar algumas bandas, entretanto identificou-se a presença de duas bandas em 2808 e 2944cm⁻¹ atribuídas ambas ao v(C-H) esta bandas estão deslocadas 46 e 11 cm⁻¹ relativamente aquelas encontradas pelo precursor CIPS, além de suas intensidades serem bem baixas.

O espectro de ressonância magnética (RMN de ²⁹Si) da DPPIPS apresentou 3 picos em 78,98; 100,58; 112,33 ppm. O primeiro foi atribuído as unidades Si(OSi)₃(R) onde R é o grupo orgânico, os outros dois picos foram atribuídos as espécies Q³ e Q⁴, deslocadas cerca de 1 e 3 ppm respectivamente com relação ao CIPS. A maior evidência do ancoramento do dendrímero por esta técnica esta na diminuição da intensidade do carbono 3 (C3) observado pelo espectro de ressonância magnética (RMN de ¹³C) em 46,43 ppm que corresponde exatamente o sítio de coordenação entre o grupo NH₂ (do DPPI) com o átomo de Cl oriundo da CIPS. Também foram observadas ressonâncias superiores a 50,00 ppm, que foram atribuídas aos carbonos 2,3,5,6,8,9 do dendrímero (ressonâncias bastante próximas). Já os carbonos 1,4,7,10,11 foram identificados embora com intensidades bastante fraca.

Conclusões

A julgar pelos resultados preliminares de caracterização e aqueles que estão sendo complementados o dendrímero DAB-Am-16 foi ancorado com sucesso na superfície da sílica e, portanto esta apropriada para os teste analíticos.

Agradecimentos

FAPESP

¹Barefield, E. K.; Carrier, A. M.; VanDerveer, D. G.; *Inorg. Chim. Acta* **1980**, 42, 271.

² Dias Filho, N.L., *Colloid and Surf.*, **1998**, 144 (1-3), 219.