

Síntese e Caracterização do Xerogel Fe-acac/sílica

Annelise Engel Gerbase (PQ), José Ribeiro Gregório (PQ), Edílson Valmir Benvenutti (PQ), Tatiana Calvete* (PG), Danieli Robinson (IC).

tcalvete@gmail.com

Palavras Chave: *sol-gel, acetilacetato de ferro, material híbrido.*

Introdução

A dificuldade de separação e de reciclo de catalisadores homogêneos de metais de transição é a maior desvantagem para o seu emprego em reações de larga escala. Uma maneira de contornar essa dificuldade é imobilizar o catalisador homogêneo em diferentes suportes, tanto orgânicos como inorgânicos. Nesse contexto, o processo sol-gel é uma ferramenta poderosa. O objetivo deste trabalho é a síntese de materiais contendo metais de transição, visando a sua aplicação em catálise heterogênea.

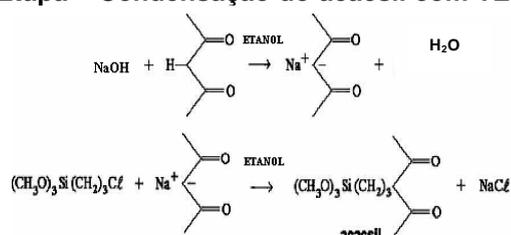
Resultados e Discussão

A reação foi realizada em duas etapas adaptadas da literatura¹.

1ª Etapa - Síntese do acetilacetatonopropiltrimetoxissilano (acacsil): reação entre acetilacetona (2,4-pentanodiona, acacH) e cloropropiltrimetoxissilano (CPTMS) em etanol (EtOH), utilizando-se hidróxido de sódio (NaOH) como base ativadora para a formação do acacsil, conforme a Figura 1.

Figura 1: Síntese do acetilacetatonopropiltrimetoxissilano (acacsil).

2ª Etapa – Condensação do acacsil com TEOS



(tetraetilortosilicato): obtenção do material híbrido acac/sílica, conforme a Figura 2.

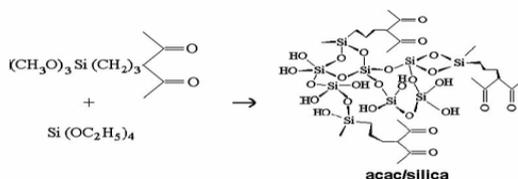


Figura 2: Condensação do acacsil com TEOS.

Complexação de Fe³⁺ no xerogel acac/sílica

A amostra sintetizada foi colocada em contato com uma solução de FeCl₃. A fase sólida foi filtrada e extensivamente lavada com água, álcool etílico e acetona.

As amostras foram caracterizadas utilizando-se

Termoanálise Espectroscópica na Região do Infravermelho e Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia por Dispersão de Energia (MEV-EDS).

As pastilhas (100 mg, 5 cm² de área) foram aquecidas por 1 hora numa faixa de temperatura de 100 a 400 °C, sob vácuo (10⁻² Torr) e analisadas em um Espectrofotômetro Shimadzu FTIR, modelo 8300. O espectro foi obtido com uma resolução de 4cm⁻¹, com 100 varreduras.

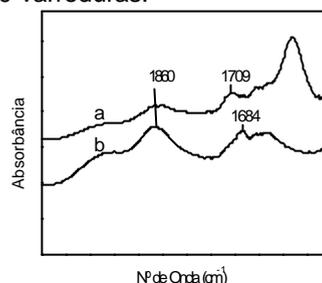


Figura 3: Espectro de infravermelho a 100°C: a) do xerogel acac/sílica, b) do xerogel Fe-acac/sílica.

Em ambos os espectros pode-se observar a presença das fases orgânica e inorgânica. O componente orgânico pode ser identificado pela banda em 1709 cm⁻¹ (Espectro a), referente ao estiramento carbonílico do grupo acac. O componente inorgânico também pode ser identificado pela presença de bandas overtones típicas da sílica em 1860 cm⁻¹. No espectro do xerogel Fe-acac/sílica pode-se verificar um deslocamento do estiramento carbonílico do grupo acac de 1709 a 1684 cm⁻¹ (Espectro b), comprovando que houve complexação do metal².

A determinação quantitativa de Fe³⁺ na amostra foi feita por MEV-EDS, obtendo-se uma proporção atômica Fe/Si de 1%.

Conclusões

As sínteses foram realizadas com êxito e a complexação do Fe³⁺ ocorreu conforme esperado, sendo que o material é estável até pelo menos 100°C. Numa próxima etapa, esse material terá sua atividade catalítica testada.

Agradecimentos

PIBIC – CNPQ e FAPERGS.

¹ Brasil, M.C.; Benvenuti, E.V.;Gregório, J.R. e Gerbase, A.G. *Reactive & Functional Polymers* **2005**, 63(2),135-141.

² Nakamoto, K.; *Infrared Spectra of Inorganic and Coordination Compounds*, 2nd. Ed., John Wiley Sons: New York, **1970**, 247