

Imobilização de aminoetilpiperazine na superfície da sílica pelo processo sol-gel.

¹Ana Fernanda de S. Germano (PG), ¹Ana Paula de M. Alves (PG), ²Fernando J. V. E. de Oliveira (PG), ¹*Luiza N. H. Arakaki (PQ), ¹Maria G. da Fonseca (PQ), ²Claudio Airoidi (PQ) e-mail: *luiza_arakaki@yahoo.com.br

¹Departamento de Química, CCEN, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, PB.

²Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

Palavras Chave: aminoetilpiperazine, sílica gel, sol-gel

Introdução

O estudo das propriedades de superfície de sólidos inorgânicos, principalmente os porosos, tem aumentado consideravelmente nos últimos anos, visando à modificação físico-química da superfície desses sólidos e das propriedades específicas, para tornar possível o uso desses novos materiais em diversas aplicações tecnológicas¹. Este trabalho consiste em imobilizar a molécula aminoetilpiperazine, pelo processo sol-gel, a partir da síntese de um novo agente sililante, 3-aminopropilpiperazinetrimetoxissilano.

Resultados e Discussão

O novo agente sililante foi preparada utilizando-se 3,0 cm³ de aminoetilpiperazine, 4,0 cm³ de 3-cloropropiltrimetoxissilano, 2,0 cm³ do agente desprotonante trietilamina em dimetilformamida. A mistura ficou sob refluxo em atmosfera de nitrogênio por 24 h. Após frio lavou-se com acetona e os solventes foram retirados sob vácuo a 343 K por 8 h, obtendo-se um produto de consistência oleosa. O 17,0 cm³ do novo agente sililante reagiu com 24,0 cm³ de tetraetoxissilano (TEOS) em um béquer. A esta mistura adicionou-se 4,0 cm³ de água e 3,0 cm³ de etanol, sob agitação mecânica à temperatura de 333 K. Gotejou-se lentamente 3,0 cm³ de solução aquosa de NH₄OH 0,080 mol dm⁻³. Após 30 minutos formou-se um gel. O béquer foi deixado em uma capela à temperatura de 323 K por 48 h e igual tempo à temperatura ambiente. O sólido foi filtrado, lavado várias vezes com água e etanol, seguindo para secagem sob vácuo à temperatura ambiente por 8 h. O produto foi chamado de Sil-pipam. A análise elementar de C, H e N apresentou 27,76% de C, 7,59 % de H e 8,45 % de N, indicando alta concentração de grupos orgânicos, típica do processo sol-gel. Os espectros de absorção na região do infravermelho apresentaram as bandas características da estrutura do esqueleto inorgânico, as bandas características da presença da ligação NH em 3403 e em 1658 cm⁻¹ referente aos estiramentos destas ligações. Aparecem além das demais bandas referentes às interações dos grupos silanóis, duas outras bandas

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

bem definidas em 2944 e em 2824 cm⁻¹ referentes ao modo vibracional de estiramento assimétrico e simétrico do CH, respectivamente. Essas duas bandas é um forte indício que a sílica forma apresenta grupos orgânicos imobilizados, uma vez que comparando com o espectro da sílica gel não há nenhuma banda nessa região. A curva termogravimétrica (Fig. 1) exibe o comportamento térmico da Sil-pipam. Em que foram detectadas três etapas de perdas de massa. O primeiro estágio ocorrendo entre 295 a 504 K com 15% de perda de massa, atribuída à água de hidratação. A segunda perda contínua de 27% entre 505 a 711 K foi devido à saída dos grupos orgânicos². A partir de 712 K ocorreu a perda de massa de 17% referente à condensação dos grupos silanóis, formando os grupos siloxanos.

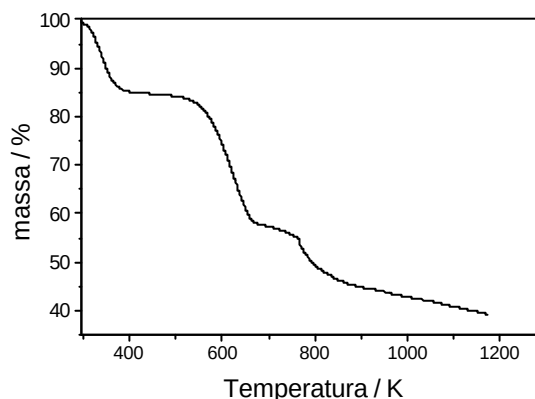


Figura 1. Curva termogravimétrica da sílica Sil-pipam.

Conclusões

A obtenção de uma sílica modificada partindo-se de TEOS e de um novo agente sililante, 3-amino-propilpiperazinetrimetoxissilano, foi realizada através do processo sol-gel. As determinações estruturais e medidas físicas confirmaram o sucesso da reação.

Agradecimentos

CAPES/CNPq/UFPB/UNICAMP

¹ Sousa, K.S.; Augusto Filha, V.L.S.; Pinto, V.H.A.; Fosneca, M.G.; Espínola, J.G.P.; Arakaki, L.N.H., Quim. Nova, no prelo.

² Arakaki, L.N.H.; Fonseca, M.G.; Silva Filho, E.C.; Alves, A.P.M.,
Sousa, K.S.; Silva, A.L.P., *Termochim. Acta*, **2006**, 450, 12.