

## Obtenção de materiais híbridos indenilpropilsílica: Efeito das condições de síntese.

Eliana C. G. Barrera<sup>1</sup> (IC), Márcia S. L. Miranda<sup>2</sup>, Roberto F. de Souza<sup>1</sup> (PQ), Katia B. Gusmão<sup>1\*</sup> (PQ)

[katiabg@iq.ufrgs.br](mailto:katiabg@iq.ufrgs.br). <sup>1</sup>Instituto de Química, UFRGS, Av. Bento Gonçalves 9500, P.O. Box 15003, CEP 91501-970 Porto Alegre-RS. <sup>2</sup>Braskem S.A., III Pólo Petroquímico, Via Oeste, Lote 05, CEP 95853-000 Triunfo - RS.

Palavras Chave: materiais híbridos, sol-gel, indeno, catalisadores metalocênicos.

### Introdução

Materiais híbridos orgânico-inorgânicos apresentam os componentes orgânicos e inorgânicos combinados em nível molecular e nanométrico e suas propriedades físicas e químicas são diferenciadas dos componentes individuais. Devido a isso possuem amplas utilizações tecnológicas. Neste trabalho, optou-se pela obtenção de sílica híbrida contendo um grupamento indenil devido ao interesse de utilizá-la como ligante na síntese de metalocenos suportados. Este trabalho teve como objetivo sintetizar e caracterizar materiais híbridos orgânico-inorgânico com aplicação na área de polimerização de olefinas. Foram avaliadas as diferenças na incorporação de precursores orgânicos e na morfologia dos xerogéis variando-se as condições de síntese como natureza do catalisador e tempo reacional. Os xerogéis híbridos indenilpropilsílica foram obtidos através do método sol-gel<sup>1</sup>.

### Resultados e Discussão

Para a síntese dos materiais híbridos foi preparado um sal sódico de indeno. Uma solução deste sal e 3-cloropropiltrimetoxisilano (CPTMS) foi deixada sob refluxo (2, 4 ou 6 h) numa mistura THF:tolueno obtendo-se o alcoxisilano correspondente. Este alcoxisilano juntamente com tetraetoxisilano (TEOS), etanol, catalisador (HF ou NH<sub>4</sub>OH) e água, após evaporação do solvente, gera o xerogel de interesse.

A morfologia dos xerogéis foi analisada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), como mostram as figuras 1 e 2.

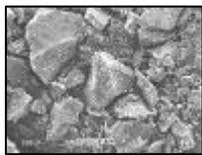


Figura 1. Cat: HF

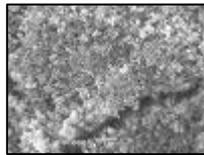


Figura 2. Cat.: NH<sub>4</sub>OH

Observa-se que os xerogéis obtidos por catálise básica apresentam tamanho de partícula mais homogêneo e forma mais esférica do que os obtidos por catálise nucleofílica.

Os xerogéis foram analisados por análise elementar (CHN) e análise termogravimétrica (TGA). A partir dos dados obtidos calculou-se a porcentagem de ligante e

de incorporação deste nas amostras mostrados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Análise de incorporação de ligante no material híbrido por análise elementar.

Nº	t (h)	Cat.	m <sub>final</sub> (g)	%lig	% inc.
1	2	HF	4,2	11	50
2	4	HF	4,6	11	54
3	6	HF	5,0	11	58
4	2	NH <sub>4</sub> OH	3,4	16	56
5	4	NH <sub>4</sub> OH	3,6	17	64
6	6	NH <sub>4</sub> OH	3,3	15	61

Os dados obtidos demonstram que ambos os catalisadores são eficientes na síntese do material híbrido, apresentando uma elevada incorporação de substrato adicionado. O aumento no tempo de refluxo não afetou significativamente os resultados (aumento de 56 para 61%). O principal efeito do catalisador foi a alteração da morfologia do material. Empregando-se catalisador básico obteve-se materiais mais homogêneos, com forma mais esférica e com menor tamanho de partícula. Nas curvas de TGA observa-se a decomposição dos grupos orgânicos incorporados ao material somente a partir de 400 °C.

### Conclusões

Foi obtida sílica modificada contendo mais de 10% de ligante orgânico, o que equivale a mais de 50% do substrato adicionado. Os materiais obtidos apresentaram uma alta estabilidade térmica da fase orgânica o que permitirá maior versatilidade na utilização do metaloceno suportado com o ligante proposto. Os resultados apresentados sugerem que os materiais híbridos indenilpropilsílica apresentam potencial tecnológico para a obtenção de metalocenos suportados para serem empregados na polimerização industrial de olefinas.

### Agradecimentos

Ao CNPq e à Braskem pelo apoio financeiro.

<sup>1</sup> D. A. Loy, K. J. Shea, *Chem. Rev.*, **95** (1995) 1431.