

Síntese do Xerogel Híbrido Diiminasilpropilsilica pelo Método Sol-Gel.

Caroline G. de Souza (PG)¹, Katia B. Gusmão* (PQ)¹, Roberto F. de Souza (PQ)¹. katiabg@iq.ufrgs.br

¹Instituto de Química, UFRGS, Av. Bento Gonçalves 9500, P.O. Box 15003, CEP 91501-970 Porto Alegre-RS.

Palavras Chave: xerogel, sol-gel, diimina.

Introdução

O método sol-gel tem sido muito empregado na síntese de materiais híbridos, pois suas condições reacionais brandas fazem com que a matéria orgânica não sofra decomposição. Os materiais obtidos apresentam propriedades diferenciadas dos que lhe deram origem, apresentando grande potencialidade na aplicação em várias áreas, como por exemplo, em catálise.

Neste trabalho o ligante 1,5-bis(2,6-diisopropilfenil)-2,4-pentanodiiimina foi utilizado na síntese do precursor orgânico empregado na produção de materiais híbridos. Esta síntese foi adaptada da literatura¹.

Resultados e Discussão

O ligante diimina foi sintetizado conforme a literatura². A diimina foi ativada com NaH. O sal sódico formado reagiu com 3-cloropropil-trimetoxissilano, em uma mistura THF:tolueno sob refluxo por 1,5 h, obtendo-se uma solução do alcóxissilano correspondente. O sobrenadante desta reação, juntamente com tetraetilortosilicato (TEOS), etanol, HF (como catalisador) e água, após evaporação do solvente, gera o material híbrido de interesse.

Os xerogéis foram caracterizados por CHN, IV, TGA e MEV. Os resultados obtidos se encontram na Tabela 1.

Tabela 1. Incorporação do Ligante Calculado por Análise Elementar^a.

	Massa de xerogel (g)	Incorporação (%)	mmol de ligante / g xerogel*
1	4,0	19	0,25
2	13,5	50	0,20
2a	16,0	31	0,11
3	22,5	33	0,41

^a Condições de síntese: (**1**) 6 mmol de ligante / 10 mL de TEOS; (**2**) 6 mmol de ligante / 50 mL de TEOS; (**2a**) 6 mmol de ligante / 50 mL de TEOS e 3,0 h de refluxo; (**3**) 30 mmol de TEOS / 50 mL de TEOS. * Calculados a partir da % de nitrogênio.

Quando comparamos as amostras **1** e **3**, onde a razão matéria orgânica/TEOS é a mesma, porém a escala foi aumentada em 5 vezes, nota-se um aumento da incorporação de 19 para 33%. Nas

amostras **1** e **2** onde a quantidade de matéria orgânica é a mesma e a quantidade de TEOS adicionada na segunda é 5 vezes maior, também é observado um aumento na quantidade de matéria orgânica incorporada (de 19% para 50%). Visando obter uma maior incorporação de ligante nas amostras do tipo **2**, o tempo de refluxo realizado durante a síntese do precursor orgânico foi aumentado de 1,5 para 3,0 h. Porém esta expectativa não foi alcançada, já que a incorporação caiu de 50 para 31%. Este fato pode ser explicado pela formação de oligômeros insolúveis no meio reacional, que foram removidos nas etapas da síntese.

Nos espectros no Infravermelho observou-se a presença de dois componentes, um orgânico e outro inorgânico. O componente orgânico é caracterizado pelas bandas em 1553 cm⁻¹ (referente à flexão da ligação N-H da forma tautomérica majoritária do ligante) e pela banda em 1623 cm⁻¹ (referente ao estiramento da ligação C=N sobreposto à banda de deformação H-O-H da água adsorvida na sílica). Já o componente inorgânico é caracterizado pelas bandas em 1990 e 1870 cm⁻¹ (harmônicos da banda das ligações Si-O-Si da sílica)³. Nas curvas termogravimétricas, entre 150 e 300 °C, há uma grande perda de massa atribuída à decomposição da matéria orgânica presente no xerogel, juntamente com as reações de desidroxilação que continuam durante todo o tratamento térmico. As micrografias foram obtidas com um aumento de 10000 vezes. Observou-se que os xerogéis apresentaram uma grande diferença de tamanho entre as partículas e uma morfologia irregular.

Conclusões

Foram sintetizados materiais contendo diimina covalentemente ligada a superfície da sílica. Estes materiais híbridos foram produzidos pela técnica de sol-gel atingindo-se até 50% de incorporação do substrato orgânico adicionado. Foram obtidas sílicas híbridas com até 0,41 mmol de ligante orgânico por grama de xerogel.

Agradecimentos

Agradecemos ao CNPq e à BRASKEM pelo suporte financeiro.

¹Brasil, M. C.; Benvenutti, E. V.; Gregório, J. R. e Gerbase, A. E.; *Reactive & Functional Polymers*. **2005**, 63, 135.

²Feldman, J.; McLain, S. J.; Parthasarathy, A.; Marshall, W. J.; Calabrese, J. C. e Arthur, S. D.; *Organometallics*. **1997**, 16, 1514.

³Foschiera, J.L.; Pizzolato, T.M.; Benvenutti, E.V.; *J.Braz.Chem.Soc.*, **2001**, 12, 159.