

Síntese de filossilicatos de cobalto, magnésio e níquel funcionalizados com grupos iodopropil através do método sol-gel

Maurício A. Melo Junior* (PG) e Claudio Airoidi (PQ)

e-mail: mmelo@iqm.unicamp.br

Instituto de Química, Unicamp, C. P. 6154, 13084 – 971. Campinas, SP - Brasil

Palavras-chave: Filossilicato, 3-iodopropiltrietoxissilano, híbrido inorgânico-orgânico, sol-gel

Introdução

Filossilicatos com estruturas similares à do talco natural podem ser sintetizados em laboratório através do método sol-gel, utilizando-se para isso precursores de silício contendo grupos alcóxidos, que podem ser facilmente hidrolisados, e grupos orgânicos funcionais na mesma molécula. No presente trabalho foram preparados três filossilicatos com estruturas do tipo 2:1 trioctaédricas com os metais cobalto, magnésio e níquel ocupando os sítios octaédricos das lamelas¹. Foi utilizado como precursor o silano 3-iodopropiltrietoxissilano formado na reação de substituição entre 3-cloropropiltrietoxissilano com iodeto de sódio. A presença de grupos iodopropil na região interlamelar das estruturas é uma característica importante desses materiais já que o iodo é um excelente grupo de saída em substituições nucleofílicas e, desta maneira, posteriores reações podem ser realizadas nesses sítios para a incorporação de diferentes grupos funcionais².

Resultados e Discussão

O espectro de RMN de ^{13}C do precursor 3-iodopropiltrietoxissilano sintetizado apresentou sinais de deslocamento químico em 9,53; 12,21; 26,41; 27,42 e 57,92 ppm, podem ser ainda observados sinais em 8,05; e 18,42 referentes ao 3-cloropropiltrietoxissilano remanescente. O espectro de RMN de ^1H também confirma a obtenção do silano proposto, assim como os espectros de infravermelho, que mostram bandas de absorção associadas às ligações presentes nesta espécie. A análise elemental indicou densidade de grupos orgânicos pendentos de $(3,35 \pm 0,06)$, $(3,56 \pm 0,06)$ e $(4,51 \pm 0,03)$ mmol g⁻¹ nos filossilicatos de cobalto, magnésio e níquel, respectivamente. Os espectros de IV dos híbridos preparados (Fig. 1) apresentaram bandas características da estrutura de filossilicatos organofuncionalizados como: 3701 cm⁻¹ [νMg-OH], 3430 cm⁻¹ [νSi-OH], 2960-2880 cm⁻¹ [νC-H], 1112 cm⁻¹ [Si-C], 1078 cm⁻¹ [νSi-O-Si], 696 cm⁻¹ [δMg(OH)] e 460 cm⁻¹ [δMg-O], para o caso do filossilicato de magnésio, por exemplo³. Os espectros de RMN de ^{13}C dos sólidos apresentaram sinais concordantes com a estrutura do grupo

orgânico imobilizado, indicando que este não sofreu qualquer mudança durante o procedimento de síntese. As espécies T² e T³ são observadas nos espectros de RMN de ^{29}Si dos sólidos, comprovando a formação de ligações covalentes entre os grupos orgânicos e as superfícies.

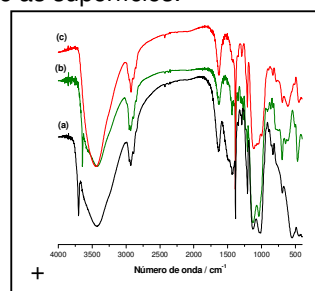


Fig. 1. Espectros de infravermelho dos filossilicatos de magnésio (a), níquel (b) e cobalto (c).

Os difratogramas de raios X fornecem indícios da formação dos híbridos com estruturas lamelares, já que exibem os picos referentes aos planos (020), (130) e (060), característicos de filossilicatos 2:1 trioctaédricos sintéticos contendo grupos orgânicos em seus espaços interlamelares, porém há evidências de que os picos atribuídos aos planos (001) estão em regiões de baixo ângulo.

Conclusão

Os filossilicatos híbridos similares ao talco natural foram obtidos com sucesso, como comprovado pelos métodos de caracterização aplicados. O emprego do 3-iodopropiltrietoxissilano como silano precursor forneceu características ímpares aos materiais finais, já que foram alcançados bons graus de funcionalização, característica esta que pode ser de grande valia em substituições posteriores dos grupos iodo, com boas taxas de substituição, para a incorporação de grupos funcionais desejados.

Agradecimentos

FAPESP

¹ Melo Jr., M. A., Oliverira, F. J. V. E. and Airoidi, C., *Appl. Clay Sci.*, **2008**, 42, 130-136.

² Alauzun, J., Mehdi, A., Reyé, C. and Corriu, R. *New J. Chem.*, **2007**, 31, 911-915.

³ Gallégo, J., Jaber, M., Miché-Brendlé, J. and Marichal, C., *New J. Chem.*, **2008**, 32, 407-412.