

Síntese e caracterização de um novo filossilicato de níquel funcionalizado com grupos dietiliminodiacetato

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 de níquel, dietiliminodiacetato, agente sililante, funcionalização

Introdução

A possibilidade de combinar unidades orgânicas e inorgânicas em escala molecular na formação dos conhecidos híbridos orgânico-inorgânicos vem sendo foco de vários estudos, uma vez que muitos destes podem ser sintetizados de maneira controlada para obtenção de composições e propriedades definidas para aplicação na área ambiental, catálise e liberação controlada de fármacos, entre outros. Dentre os suportes inorgânicos destinados à formação desses híbridos encontram-se os filossilicatos sintéticos que possuem boa estabilidade térmica e química, além da existência de superfícies interlamelares funcionalizadas contendo sítios ativos¹. O presente trabalho é baseado na síntese e caracterização de um novo filossilicato de níquel funcionalizado com o silano formado pela reação entre o precursor 3-iodopropiltrietoxissilano e dietiliminodiacetato.

Resultados e Discussão

Toda caracterização do sólido de cor verde obtido foi efetuada através de análise elementar, espectroscopia na região do infravermelho, RMN dos núcleos de silício e carbono, difratometria de raios X e termogravimetria. O grau de funcionalização alcançado na síntese foi de $(3,80 \pm 0,07)$ mmol g⁻¹. O espectro de infravermelho do sólido, mostrado na Fig. 1, apresentou a banda de absorção em 3412 cm⁻¹ referente às ligações O-H dos grupos silanóis pertencentes à estrutura inorgânica e também devido às moléculas de água ligadas à matriz. As bandas atribuídas aos estiramentos simétrico e assimétrico da ligação C-H encontram-se em 2935 e 2866 cm⁻¹, confirmando a incorporação do grupo orgânico na estrutura inorgânica. A banda intensa em 1095 cm⁻¹ corresponde ao estiramento das ligações Si-O-Si. O espectro de RMN de ¹³C apresenta sinais concordantes com a estrutura do silano ancorado, mostrando que este não sofreu alterações durante o processo de síntese. O espectro de RMN de ²⁹Si mostra picos referentes às espécies T² e T³, comprovando a efetiva ligação da cadeia orgânica à estrutura, com um bom grau de condensação. O

difratograma de raios X, mostrado na Fig. 2, indica que o híbrido possui estrutura lamelar do tipo 2:1 trioctaédrica.

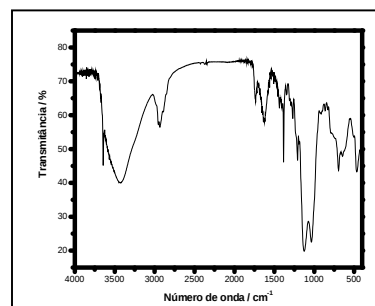


Fig. 1. Espectro na região do infravermelho do novo filossilicato.

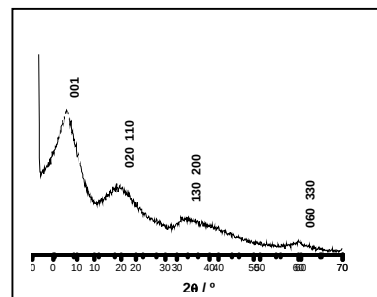


Fig. 2. Difratograma de raios X do material.

A curva termogravimétrica do material, assim como sua derivada, indicaram três eventos de perda de massa correspondentes à liberação de moléculas de água sorvidas na superfície, à decomposição da cadeia orgânica pendente, comprovando a devida funcionalização, e por fim, à reorganização da estrutura inorgânica.

Conclusão

O filossilicato de níquel híbrido foi efetivamente sintetizado, como mostraram os resultados de IV, RMN e TG. Análise elementar indicou um grau de funcionalização de $(3,80 \pm 0,07)$ mmol g⁻¹, enquanto que o difratograma do material sintetizado provou a formação de estrutura lamelar.

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