

Intercalação de Cucurbit[6]urilas em Hidróxidos Duplos Lamelares

Luis F. S. Silva¹ (PG)*, Grégoire J.-F. Demets¹ (PQ), Christine T.-Guého² (PQ), João B. Valim¹ (PQ).

¹ Departamento de Química, FFCLRP Universidade de São Paulo, Av. Bandeirantes 3900, CEP 14040-901, Ribeirão Preto S.P., Brazil. E-mail: stucchi@pg.ffclrp.usp.br

² Laboratoire de Matériaux Inorganiques LMI, UMR 6002 CNRS, Université Blaise Pascal, 24 Avenue des Landais, 63177 Aubière Cedex, France .

Palavras Chave: *intercalação, compostos lamelares, cucurbiturilas, materiais híbridos.*

Introdução

Cucurbit[6]urilas (CB[6]) apresentam estruturas cíclicas toroidais, compostas por seis unidades de glicolurilas. Estas estruturas são simétricas e possuem cavidades hidrofóbicas, capazes de acomodar espécies variadas, para a formação de compostos de inclusão¹.

Hidróxidos duplos lamelares (HDL) são materiais que possuem estrutura lamelar na qual uma variedade de ânions podem ser incorporados entre as lamelas². Estes compostos podem acomodar as cucurbit[6]urilas entre suas lamelas, desde que alguma outra espécie química aniônica também esteja presente para manter a neutralidade das cargas.

Neste trabalho, HDL de zinco e alumínio na proporção 2:1 foram sintetizados com intercalação de diferentes espécies, a fim de estudar a viabilidade da incorporação de cucurbit[6]urilas nas estruturas lamelares. De maneira a identificar as espécies intercaladas nos HDL, o material preparado foi caracterizado por difratometria de raios X (DRX), análise termogravimétrica (ATG) e espectroscopia vibracional no infravermelho (FTIR).

Resultados e Discussão

Os Zn₂Al-HDL foram preparados pelo método de coprecipitação dos seus respectivos nitratos a pH constante igual a 8, controlado automaticamente. Inicialmente, algumas das sínteses foram realizadas à 40°C, resultando na formação de óxido de zinco, identificado pelos difratogramas de raios-X. Assim, foi utilizado o procedimento de realizar todas as preparações a 20°C, eliminando o problema da formação do óxido. As sínteses foram feitas em duplicata e, através dos difratogramas de raios-X, pôde-se comprovar a reprodutibilidade de todas as preparações.

O dodecilsulfato de sódio (DS) foi utilizado como principal ânion para as intercalações. Uma primeira amostra foi preparada unicamente com esse surfactante. Outras duas amostras foram preparadas a partir de uma solução de DS saturada com CB[6], sendo que em uma das soluções a saturação foi realizada a 20°C e em outra a 60°C, de maneira a alterar a concentração deste macrocíclico no meio reacional. Por fim, foi preparada uma 33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

amostra apenas pela coprecipitação dos sais a pH alcalino, sem adição de qualquer outra espécie, a fim de ser intercalado o próprio nitrato contido nos sais de zinco e alumínio, para posterior incorporação de CB[6].

Os dados de DRX indicam que o HDL intercalado unicamente com DS apresenta distância interlamelar de 20,3 Å. Por sua vez, as distâncias interlamelares fornecidas pelos difratogramas dos HDL preparados com DS na presença de CB[6] são ligeiramente alteradas (21,0 Å e 20,6 Å para CB[6] dissolvido à 20°C e 60°C, respectivamente), indicando a incorporação da espécie de interesse e de maneira diferente em cada um dos casos. Finalmente, o HDL intercalado com nitrato apresentou distância interlamelar de 3,9 Å. Este último HDL, ao ser colocado em contato por 24 horas em solução de CB[6] a 60°C, sofreu alterações no seu arranjo cristalino, mas de maneira ainda não reprodutível.

As medidas de ATG mostram nas três amostras preparadas com DS que a perda de massa é completada à 850°C, mas com expressiva variação entre as massas dos resíduos obtidos das amostras sem e com CB[6] (38% no primeiro caso e média de 45% no segundo).

Os espectros FTIR comprovam a presença de DS pelas bandas em 2957 cm⁻¹, 2920 cm⁻¹, 2872 cm⁻¹ e 2851 cm⁻¹ atribuídas respectivamente aos estiramentos $\nu_{as}CH_3$, $\nu_{as}CH_2$, ν_sCH_3 e ν_sCH_2 da cadeia hidrofóbica do surfactante. Por sua vez, ambas amostras contendo CB[6] apresentam banda, embora fraca, na região de 1730 cm⁻¹, atribuída ao estiramento das carbonilas deste composto.

Conclusões

Ainda que não tenha carga aniônica, o CB[6] pode ser intercalado em Zn₂Al-HDL pelo método de coprecipitação a pH constante juntamente com DS. A presença do macrocíclico no material sintetizado é confirmada pelas técnicas DRX, ATG e FITR.

Agradecimentos

CNPq e CAPES/Cofecub

¹ Demets, G.J.; *Quím. Nova* **2007**, *30*, 1313-1322.

² Crepaldi, E. L.; Valim, J. B.; *Quím. Nova* **1998**, *21*, 300-311.