

Modificação de hidróxido duplo lamelar com carboximetilcelulose

Jéssica R. Bortotti^{*} (IC), Gustavo F. Perotti (PG), Vera R. L. Constantino (PQ).

Departamento de Química Fundamental – Instituto de Química da Universidade de São Paulo, Av. Lineu Prestes 748, CEP 05508-000, São Paulo – SP, Brasil.

*jessica.bortotti@usp.br

Palavras Chave: hidróxidos duplos lamelares, esfoliação, carboximetilcelulose.

Introdução

O processo de esfoliação de sólidos inorgânicos lamelares permite a obtenção de uma nova classe de materiais baseados em cristais isolados que possuem uma das dimensões (espessura da lamela) em escala nanométrica (1-2 nm). As partículas anisotrópicas esfoliadas podem ser empregadas como blocos de construção (*building blocks*) na produção de nanocompósitos híbridos, filmes finos, sensores e sólidos porosos, entre outros materiais.

Os hidróxidos duplos lamelares (HDLs) possuem lamelas com carga residual positiva¹, que se empilham imobilizando espécies de diferentes naturezas (orgânica, inorgânica, polimérica etc.). O processo de esfoliação de HDLs em meio orgânico ou apolar tem sido explorado com maior frequência e sucesso que em meio aquoso. Derivados aniônicos de ácidos carboxílicos foram empregados na esfoliação de HDLs em água, mas o rendimento em termos de quantidade de material esfoliado ainda é baixo.

O objetivo do presente trabalho é modificar a superfície dos HDLs através da intercalação com espécie que possa promover o inchamento osmótico da estrutura inorgânica em água, resultando em uma dispersão de partículas esfoliadas. Para tanto, a carboximetilcelulose (CMC), um polímero aniônico derivado da celulose, foi intercalado em HDL de zinco e alumínio (na proporção molar igual a 2), empregando o método da co-precipitação. Kang *et al.*² prepararam HDL de Mg²⁺ e Al³⁺ intercalado com CMC, mas usando um método que envolve maior número de etapas (esfoliação do HDL-nitrato em formamida e posterior re-empilhamento na presença de CMC).

Resultados e Discussão

O produto isolado (HDL-CMC) possui aparência de gel e grande afinidade por água. Devido a essa característica, o material foi seco por liofilização. A análise de metais revelou que o sólido possui razão molar Zn²⁺/Al³⁺ = 2,07. As porcentagens de carbono (19,7%) e hidrogênio (4,23%) no material indicam que o grau de imobilização da CMC na estrutura inorgânica é alto. O difratograma de raios X do HDL-CMC apresenta perfil de HDL e um pico na região de baixo ângulo que corresponde a um

espaçamento basal de aproximadamente 2,2 nm, sugerindo a intercalação do polímero. O difratograma não apresenta picos de difração relativos à CMC na forma sódica (reagente empregado na síntese). O espectro vibracional no infravermelho do HDL-CMC é coincidente com o espectro da CMC na forma sódica.

Os dados de análise termogravimétrica, calorimetria exploratória diferencial e espectrometria de massas (TGA-DSC-MS) realizada em atmosfera de ar sintético revelam quatro regiões de perda de massa quando aquecidos até 1000°C. Nas duas primeiras regiões (picos DTG em 90°C e 200°C), ocorre a eliminação de fragmentos m/z = 18, referentes às moléculas de água não intercaladas e intercaladas no material. Nas outras duas regiões (picos DTG em 300°C e 415°C), os fragmentos possuem m/z = 18 e 44 (H₂O e CO₂), indicando a decomposição da CMC e desidroxilação do HDL. O perfil de decomposição da CMC sódica é muito diferente daquele do polímero intercalado: na temperatura de 420°C toda a CMC imobilizada no HDL foi decomposta ao passo que o término da decomposição para a CMC sódica se dá em 600°C.

A microscopia eletrônica de varredura mostra a presença de agregados de aparência distinta daquelas dos HDLs contendo ânions inorgânicos pequenos, sugerindo que o polímero influencia na morfologia das partículas. O sólido obtido por liofilização se dispersa facilmente em água produzindo uma suspensão estável quanto à sedimentação.

Conclusões

O polímero carboximetilcelulose foi intercalado em HDL de Zn-Al através de método que envolve apenas uma etapa de síntese. A presença da CMC no espaço interlamelar promove a hidratação do material e sua dispersão em água. Estudos serão realizados para comprovar a esfoliação do HDL-CMC em meio aquoso.

Agradecimentos

Fapesp, CNPq, Rede NanoBioMed da Capes.

¹ V. R. R. Cunha, A. M. C. Ferreira, V. R. L. Constantino, J. Tronto, J. B. Valim, *Quim. Nova* **2010**, *33*, 159.

² H. Kang, G. Huang, S. Ma, Y. Bai, H. Ma, Y. Li, X. Yang, *J. Phys. Chem. C* **2009**, *113*, 9157.