

Kellen M. Reis (IC), Tania M. H. Costa (PQ), Edilson V. Benvenutti (PQ)
LSS- Laboratório de Sólidos e Superfícies. Instituto de Química, UFRGS

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de híbridos orgânico-inorgânicos proporciona a obtenção de materiais com características específicas. Esses materiais oferecem a oportunidade de combinar as propriedades físico-químicas existente em seus componentes, obtendo novas propriedades.

O uso do método sol-gel de síntese para obtenção de híbridos à base de sílica é interessante pois permite a dispersão de seus componentes, orgânico e inorgânico, no nível molecular ou nanométrico. Híbridos a base de sílica apresentam maior controle químico das reações envolvidas, pois a cinética lenta de gelificação possibilita interferir no sistema, formando as propriedades finais do material, como exemplo, tamanho e forma da partícula, volume e distribuição de tamanho dos poros e área superficial.

Nesse trabalho foi desenvolvida inicialmente a síntese do precursor molecular cloreto de 1,4-bis-(3-trimetoxisililpropil)diazoniabicyclo[2.2.2] octano, que possibilitou o desenvolvimentos de novos materiais híbridos onde o grupo orgânico está ligado em ponte na matriz de sílica, conseqüentemente contendo duas cargas positivas. Posteriormente foi realizada a troca aniônica com os sais laurato, nitrato e brometo.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para obter o material híbrido contendo diferentes contra-íons foram são necessárias três etapas: a) Síntese do precursor orgânico, cloreto de 1,4-bis-(3-trimetoxililpropil) diazoniabicyclo [2.2.2] octano, (R₂dabco)Cl; b) Troca-aniônica (R₂dabco)Cl₂ com os ânions nitrato, brometo e laurato; para obter os materiais (R₂dabco)NO, (R₂dabco)Br, (R₂dabco)La, respectivamente; c) Gelificação dos materiais híbridos.

a) Síntese do (R₂dabco)Cl₂

Utilizou-se 1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano (Dabco). O Dabco foi introduzido em um balão de três bocas junto com 3-cloropropiltrimetoxisilano, na proporção 1:2, respectivamente, usando-se N-N-dimetilformamida como solvente. O balão foi acoplado em um condensador para refluxo, o sistema foi aquecido a uma temperatura entre 70 C a 80 C por 72h. O precipitado branco foi lavado com metanol e depois centrifugado, sendo seco por 5h a uma temperatura de 80 C.

Na Figura 1 está representado o precursor orgânico cloreto de 1,4-bis-(3-trimetoxililpropil)diazoniabicyclo [2.2.2]octano.

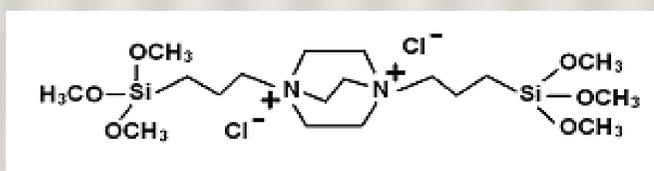


Figura 1: Precursor organosilano

b) Troca-iônica

O sólido é lavado com solução gelada 1 mol/L de nitrato, brometo ou laurato, até dar teste negativo de cloreto.



c) Gelificação dos materiais

500mg de precursor submetido à troca-iônica é colocado em 10,8mL de dimetilformamida, 16mL de etanol, 25mL de formamida, 0,40mL de água, 2,4mL de TEOS e 2 gotas de HF como catalisador sob agitação por 2h, 50°C. Após a mistura foi aquecida a 50°C por 5 dias formando o xerogel.

Os materiais obtidos foram submetidos a análise por difração de raios X e os resultados são apresentados na Figura 2, juntamente com o material original contendo contra-íon cloreto.

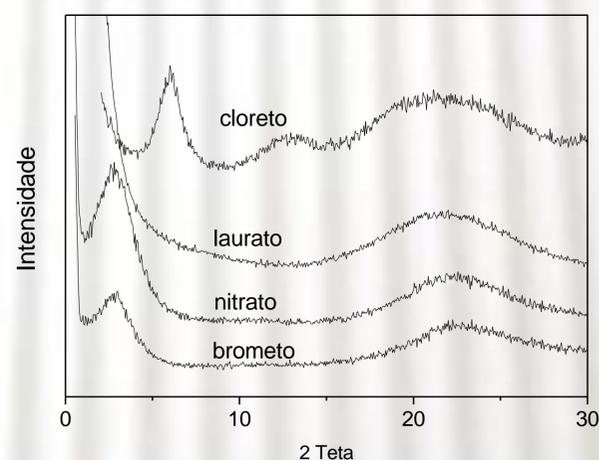


Figura 1: Precursor organosilano

Exceto para material que contém o íon laurato, todos os demais apresentaram 2 picos largos. Acima de 20, que é típico de rede de sílica amorfa; e abaixo de 10 característica de materiais lamelares. O material original contendo cloreto mostra pico com máximo em 6,1 enquanto que os materiais submetidos a troca com nitrato e brometo mostram picos em 2,8. Esses picos são indicativo de organização nanoestrutural bidimensional, cujos espaçamentos, obtidos a partir da equação de Bragg foram 1,4 nm para o contra-íon cloreto e 3,1 para os contra-íons nitrato e brometo.

Esses resultados indicam uma forte influência do contra-íon na organização nanoestrutural desses materiais híbridos.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao PIBIC-CNPq.