



16º Congresso Nacional de Iniciação Científica

TÍTULO: IMOBILIZAÇÃO DE FERRO PORFIRINA EM MATRIZ DE TERRA DIATOMÁCEA

CATEGORIA: EM ANDAMENTO

ÁREA: CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA

SUBÁREA: QUÍMICA

INSTITUIÇÃO: UNIVERSIDADE DE FRANCA

AUTOR(ES): MARCUS VINICIUS DO PRADO, EDUARDO JOSÉ NASSAR, EMERSON HENRIQUE DE FARIA, KÁTIA JORGE CIUFFI, MICHELLE SALTARELLI

ORIENTADOR(ES): KÁTIA JORGE CIUFFI

Realização:



Apoio:



Resumo

Neste trabalho relatamos a síntese de um novo material híbrido orgânico-inorgânico formado por uma matriz de terra diatomácea funcionalizada por processo sol-gel, com 3-aminopropiltrimetoxisilano e posterior imobilização com a ferroporfirina cloreto de 5,10,15,20 – tetrakis (pentafluorofenil) porfirina de ferro III. O material foi caracterizado pelas técnicas: difração de raios x, espectroscopia na região do UV-Vis e infravermelho, análises térmicas e microscopia eletrônica de varredura.

Introdução

Metaloporfirinas sintéticos têm sido usados com sucesso como catalisadores biomiméticos em muitas reações de oxidação. No entanto, seu alto custo e as dificuldades inerentes à catálise homogênea impedem a sua aplicação em larga escala. A heterogenização da catalise homogênea visa ultrapassar estes inconvenientes, além de mimetizar o princípio do sítio isolado, melhorando assim a seletividade reacional e o seu reuso. A busca de novas matrizes é essencial para alcançar este objetivo [1].

As diatomáceas são algas unicelulares formadas por uma concha de sílica porosa (frústula) com construções hierárquicas muito interessantes. Quando as diatomáceas aquáticas morrem, as mesmas depositam nos fundos de oceanos e lagos para formar um material conhecido como "terra diatomácea", TD, e são consideradas fontes baratas de abundantes de sílica com grande perspectivas de uso para o desenvolvimento de novos materiais com propriedades avançadas, com dimensões em nanoescala [2]. Elevada área superficial, alta permeabilidade, baixa densidade, não-toxicidade e possível funcionalização química são características que fazem das diatomáceas suportes muito promissores para catalisadores como as metaloporfirinas.

Objetivos

Este trabalho tem como objetivo preparar e caracterizar um novo catalisador heterogêneo, biomimético, constituído da metaloporfirina de segunda geração: cloreto de 5,10,15,20 – tetrakis (pentafluorofenil) porfirina de Ferro III, FeTFPP, heterogeneizada em uma matriz de TD, previamente funcionalizada com aminopropiltrimetóxisilano, via processo sol-gel. O material foi caracterizado, pelas técnicas: difração de raios x (DRX), espectroscopia na região do UV-Vis e

infravermelho, análises térmicas, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e energia dispersiva de raios x (EDS).

Parte experimental

A TD (Sigma-Aldrich) foi inicialmente ativada lavando-se 150 g da TD com 200 mL de ácido clorídrico (1M), a suspensão foi agitada à temperatura de 150 °C durante 24 h. Após este período a TD foi separada por filtração e seca em estufa a 80 °C por 24 h. A organofuncionalização da TD foi realizada refluxo de uma suspensão contendo a TD (xg) e 3-aminopropiltrimetóxisilano, APTES, (8,5mL) por 12 h. O sólido resultante foi separado por centrifugação, lavado com etanol e seco por 24 h a 60 °C e denominado TD-APTES. A FeTFPP, foi imobilizada na TD-APTES, por reação de refluxo de 26mg da FeTFPP com 0,8g TD-APTES, durante 12 h em atmosfera de argônio. A mistura reacional foi deixada em repouso durante a noite, à temperatura ambiente. O sólido obtido, após separado, e seco a 60 °C durante 24 h, foi designado FeP-TD-APTES, e caracterizados por DRX, espectroscopia UV-Vis, análise térmica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e discussões

A FeP-TD-APTES foi obtida na forma de um pó de coloração marrom clara. As imagens obtidas por MEV, Figura 1A, da TD, apresentaram predominância da arquitetura de diatomáceas intactas, com presença de poros da ordem de 0,3 µm. A análise por EDS mostrou que o material consiste em grande parte por silício oxigênio e cálcio e, com pequenas quantidades de sódio, alumínio e fósforo. Após a funcionalização da TD com APTES, Figura 1 B, o esqueleto da diatomácea permanece inalterado e com a mesma estrutura de poros. Após a imobilização da FeTFPP observou-se maior aglutinação das algas de TD e as análises de EDS revelaram a presença de silício, oxigênio, nitrogênio, carbono e ferro, sendo este um grande indicativo de que a ferroporfirina foi imobilizado na TD. O espectro na região do UV-Vis do catalisador FeP-TD-APTES apresenta sua banda Soret em 422 nm, deslocada para o vermelho em comparação com a porfirina em solução (412 nm), isso sugere que a estrutura da porfirina se distorce ao ser imobilizada na matriz.

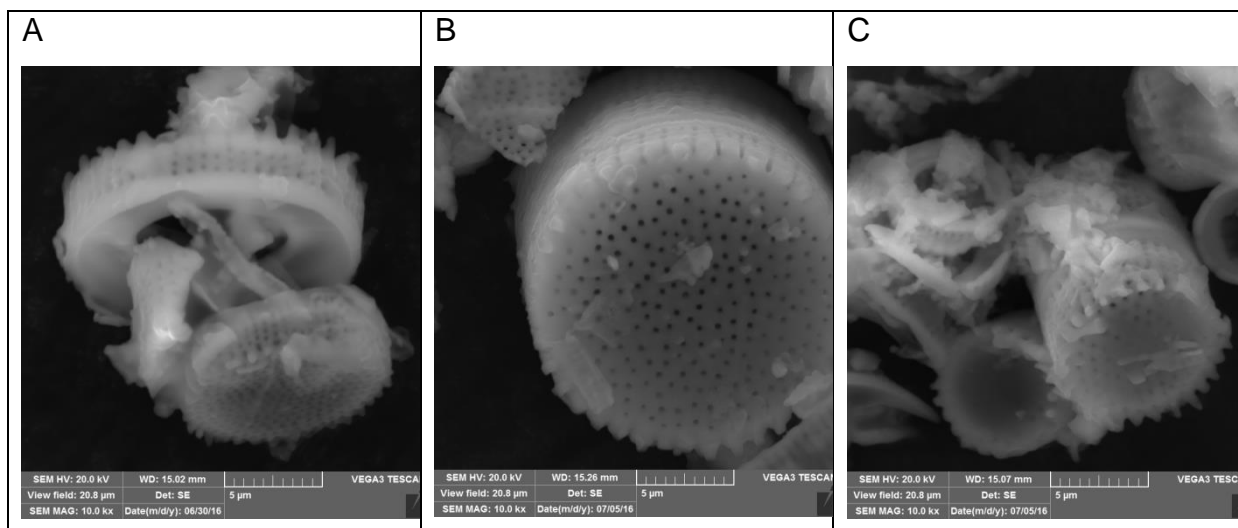


Figura 1-Microscopia eletrônica de varredura: A) TD; B) TD-APTES e C) FeP-TD-APTES.

O espectro de infravermelhos da FeP-TD-APTES apresentou a banda característica dos grupos de amina (1570 cm^{-1}), confirmando que FeTFPP foi imobilizada na matriz TD-APTES por meio dos grupos amina. Comparação entre o *leaching* da FeTFPP adsorvida na TD e na TD-APTES, confirmam que a ferroporfirina está ligada a matriz e não apenas adsorvida na superfície da sílica. As análises de XRD revelaram que a TD apresenta fase cristalina típica de quartzo e cristobalita. A intensidade da reflexão característica de sílica em $2\Theta = 22^\circ$ diminui em presença de FeTFPP, confirmando que a FeTFPP influenciou a organização do material.

Conclusões

Os resultados aqui obtidos mostram que as diatomáceas são matrizes naturais não tóxicas, amplamente disponíveis para heterogeneização de ferroporfirinas via organofuncionalização

Agradecimentos: FAPESP (Processos: 2016/04354-0 e 2016/01501-1), CAPES e CNPq.

Referências:

[1] Mansuy, D. C. R. *Chimie*, 2006, 10, 1.

[2] Bello, O. S.; Adegoke, K. A.; Oyewole, R. O. *Separ Sci Technol*, 2014, 49:12, 1788.