



# Sintese van amino-MIL-53(Al) met adsorpsie van ferroseen en ferroseenkarboksielsuur

## Authors:

Frederick H. Peens<sup>1</sup>  
Ernie H.G. Langner<sup>1</sup>

## Affiliations:

<sup>1</sup>Department of Chemistry,  
University of the Free State,  
South Africa

## Correspondence to:

Frederick Peens

## Email:

peensfh@ufs.ac.za

## Postal address:

PO Box 339, Bloemfontein  
9300, South Africa

## How to cite this abstract:

Peens, F.H. & Langner, E.H.G., 2014, 'Sintese van amino-MIL-53(Al) met adsorpsie van ferroseen en ferroseenkarboksielsuur', *Suid-Afrikaanse Tydskrif vir Natuurwetenskap en Tegnologie* 33(1), Art. #1019, 1 page. <http://dx.doi.org/10.4102/satnt.v33i1.1019>

## Note:

A selection of conference proceedings: Student Symposium in Science, 27 and 28 October 2012, North- West University, South Africa. Organising committee: Mr Rudi W. Pretorius (Department of Geography, University of South Africa), Dr Etienne Snyders (South African Nuclear Energy Corporation [NECSA]) and Dr Cornie G.C.E. van Sittert (School of Physical and Chemical Sciences, North- West University).

## Copyright:

© 2014. The Authors.  
Licensee: AOSIS  
OpenJournals. This work  
is licensed under the  
Creative Commons  
Attribution License.

## Read online:



Scan this QR  
code with your  
smart phone or  
mobile device  
to read online.

## Synthesis of amino-MIL-53(Al) with adsorption of ferrocene and ferrocenecarboxylic acid.

Amino-MIL-53(Al) is an amino-functionalised derivative of the metal organic framework, MIL-53(Al). Synthesized with a solvo-thermal method, it has the ability to be functionalised and loaded with metal complexes. A new solvo-intrusion method was used to study the loading of ferrocene and amidation with ferrocenecarboxylic acid.

Amino-MIL-53(Al) is 'n amien-gefunksionaliseerde derivaat van die mikroporeuse metaal-organiese netwerk, MIL-53(Al) (Ahnfeldt *et al.* 2009). 'n Netwerk van eendimensionele diamantvormige kanale (~10 Å in deursnee) word gevorm deur aluminium (III) oktahedrale hoekstene onderling te verbind met 2-aminotereftaalsuurligande. Aluminium (III), afwisselend gekoördineer met suurstof, vorm liniêre kettings op die hoeke van die diamantvormige kanale. Die 2-aminotereftaalsuurligande vorm dus die vier kante van die kanale. As gevolg van die organiese verbindingsligande is hierdie netwerkstruktuur besonder buigsaam, afhanklik van temperatuur en die aard van die betrokke geadsorbeerde gasse. 'n Hoëdruk-, solvo-termiese proses word gebruik om amino-MIL-53(Al) te sintetiseer (Millange, Serre & Férey 2002; Ahnfeldt *et al.* 2009), maar verwydering van die oortollige vry tereftaalsuur uit die porieë is 'n uitdaging. 'n Driefase-suiweringsproses is gevolg: Vry tereftaalsuur is eers opgelos deur N,N-dimetielformamied (DMF), waarna die DMF uitgeruil is met 'n meer vlugtige oplosmiddel soos metanol. Hierdie oplosmiddel verlaat dan die porieë by relatief lae temperatuur en atmosferiese toestande. Die gevormde produk is termies stabiel (~400 °C), maar ook omkeerbaar higroskopies.

Amino-MIL-53(Al), sonder enige geadsorbeerde spesie, is 'n goeie heterogene katalis vir die Knoevenagel-kondensasiereaksie (Gascon *et al.* 2009). Hierdie studie fokus egter op die chemiese adsorpsie van organometalkomplekse in die kanale van die metaal-organiese netwerk deur middel van kovalente binding. Palladiumnanodeeltjies in amino-MIL-53(Al) het goeie katalitiese aktiwiteit getoon tydens die Suzuki-Miyaura kruiskoppelingreaksie (Huang *et al.* 2011). Ongefunksionaliseerde MIL-53(Al) kan gesublimeerde ferroseen adsorbeer (Meilikhov *et al.* 2009a) en is ook al gefunksionaliseer met 1,1'-ferroseendiyl-dimetielsilaan om as redokskatalis vir benseenoksidase op te tree (Meilikhov *et al.* 2009b).

In hierdie studie is 'n nuwe solvo-intrusiemetode gebruik om die adsorpsie van ferroseen in amino-MIL-53(Al) te bestudeer. Dit is 'n baie belangrike konsep hierdie omdat die netwerkkanale slegs molekule kleiner as 13.04 Å kan inlaat (Horcajada *et al.* 2008). Die produkte is gekarakteriseer met Versnelde Oppervlakarea- en Porositeitsanalise (ASAP), X-Straal-foto-elektron-spektroskopie (XPS) en Poeier X-Straal-diffraksie Spektroskopie (PXRD). Postsintetiese, direkte amidasie van amino-MIL-53(Al) is met ferroseenkarboksielsuur bereik. Die ysterinhoud van die metaal-organiese netwerk is kwantitatief met <sup>1</sup>H KMR bepaal.

## Literatuurverwysings

- Ahnfeldt, T., Gunzelmann, D., Loiseau, T., Hirsemann, D., Senker, J., Férey, G. & Stock, N., 2009, Synthesis and modification of a functionalized 3D Open-Framework structure with MIL-53 topology', *Inorganic Chemistry* 48, 3057–3064.
- Gascon J., Aktay, U., Hernandez-Alonso, M.D., Van Klink, G.P.M. & Kapteijn, F., 2009, 'Amino-based metal-organic frameworks as stable, highly active basic catalysts', *Journal Catalogue* 261, 75–87.
- Horcajada, P., Serre, C., Maurin, G., Ramsahye, N.A., Balas, F., Vallet-Regí, M., Sebban, M., Taulelle, F. & Férey, G., 2008, 'Flexible Porous Metal-Organic Frameworks for a Controlled Drug Delivery', *Journal of the American Chemical Society* 130, 6774–6780.
- Huang, Y., Zheng, Z., Liu, T., Lu, J., Lin, Z., Li, H. & Cao, R., 2011, 'Palladium nanoparticles supported on amino functionalized metal-organic frameworks as highly active catalysts for the Suzuki-Miyaura cross-coupling reaction', *Catalysis Communications* 14, 27–31.
- Meilikhov, M., Yusenko, K. & Fischer R.A., 2009a, 'The adsorbate structure of ferrocene inside [Al(OH)(bdc)]<sub>x</sub> (MIL-53): A powder X-ray diffraction study', *Dalton Transactions* 4, 600–602.
- Meilikhov, M., Yusenko, K. & Fischer R.A., 2009b, 'Turning MIL-53(Al) Redox-Active by functionalization of the bridging OH-Group with 1,1'-Ferrocenediyl-Dimethylsilane', *Journal of the American Chemical Society* 131, 9644–9645.
- Millange, F., Serre, C. & Férey, G., 2002, 'Synthesis, structure determination and properties of MIL-53as and MIL-53ht: The first Cr<sup>III</sup> hybrid inorganic-organic microporous solids: Cr<sup>III</sup>(OH)-{O<sub>2</sub>C-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-CO<sub>2</sub>}-{HO<sub>2</sub>C-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>-CO<sub>2</sub>H}<sub>x</sub>', *Chemical Communications* 8, 822–823.