

SÍNTSE E APLICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DO TIPO CORE-SHELL EM CATÁLISE E DEGRADAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS¹

Raphael V. Szymanek², Karine Priscila Naidek³, Daniel de Souza Cachiolo⁴, Adriana Seidel⁴.

¹Vinculado ao projeto “Complexos Trinucleares contendo o ligante 2,3,6,7,10,11-hexaidroxitifenileno (HHTP): Síntese, Caracterização e Avaliação da Atividade Biológica”.

²Acadêmico (a) do Curso de Química – CCT – Bolsista PROBIC/UDESC.

³Orientador, Departamento de Química – CCT – karine.naidek@udesc.br.

⁴Mestrando do Programa de Pós-Graduação em Química – CCT - UDESC.

Um dos grandes motores da economia é encontrar formas de criar produtos que possam atender as demandas da sociedade e que sejam de natureza renovável, buscando diminuir os impactos no meio ambiente. Boa parte destes produtos necessitam de sínteses orgânicas para serem produzidas. Para a viabilização destes processos é necessário encontrar formas de otimização para que ela seja competitiva no mercado. Pensando nisso um dos métodos mais viáveis é a utilização de catalizadores heterogêneos.

Baseados nesta necessidade buscamos uma síntese de viável de nano partículas magnéticas do tipo *core-shell* revestidas de Nióbio e Zinco e estudar sua empregabilidade como catalisadores em reações orgânicas.

Para a síntese das NPMs, utilizou-se a metodologia adotada por Bisht e colaboradores (2016). Para a formação de NPs de Fe_3O_4 utilizou-se uma solução de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (0,5 M) que foi misturada com uma solução de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (0,5 M) em uma taxa de 1:1. Hidroxido de amônio (1,5 M) foi então adicionado à solução anterior e mantida a 80°C sob vigorosa agitação magnética. O precipitado de coloração escura foi então filtrado, lavado com água destilada e etanol, para então ser seca de um dia para o outro. As partículas secas foram coletadas por separação magnética. A produção de nanopartículas de $Fe_3O_4@Nb_2O_5$ foi baseada na metodologia utilizada por Lima e colaboradores (2014). Essas NPMs foram sintetizadas pelo método de impregnação nas NPs de Fe_3O_4 , utilizando oxalato niobato de amônio hidratado ($C_4H_4NNbO_9 \cdot xH_2O$) como fonte de Nióbio. A hidrólise do precursor de Nióbio em meio alcalino induz a uma agregação de hidróxido de Nióbio ao redor da superfície das NPs de Fe_3O_4 , que sobre condensação para eliminação da água, forma uma camada de Nb_2O_5 . A síntese de NPMs de $Fe_3O_4@ZnO$, adotou-se a metodologia proposta por Dehghani Dashtabi e colaboradores (2018). Esta metodologia consiste na separação de 0,2 mg de NPs de Fe_3O_4 , que devem ser dispersas em etanol e sob banho ultrassônico durante 30 minutos, seguido de refluxo a 50°C, por 2 horas. Após essa etapa, adicionou-se hidróxido de amônia, gota a gota, até a mistura atingir pH 10. Separadamente, foi adicionado 0,1 g de acetato de zinco misturado em 20 mL de etanol. Esta mistura foi adicionada a mistura anterior e foi submetida novamente a refluxo, a 80°C. A seguir, o substrato sólido foi lavado e seco. A quantificação dos dados de formação da beta-enaminona foi realizada através da técnica de cromatografia em fase gasosa em conjunto com espectrometria de massas (CGMS). O equipamento utilizado foi um cromatógrafo SHIMADZU modelo GCMS-QP2010 Ultra, disponibilizado no laboratório de análises instrumentais (LAI) do Departamento de Química do CCT/UDESC. O rendimento foi calculado na forma de porcentagem de produto formado, comparando-se as áreas da beta-enaminona e da

anilina. O solvente utilizado para a extração do substrato foi acetato de etila. Os testes foram realizados utilizando-se de um método baseado nas características dos compostos analisados. O método utilizado baseou-se na utilização de uma coluna cromatográfica HP-5ms, 30 m de comprimento, diâmetro interno de 0,25 mm e 0,25 µm de fase estacionária, de composição 95% de metil polisiloxano e 5% de difenil polisiloxano. A fase móvel consistia em gás Hélio ultra puro, com vazão de 1,61 mL/min. O tempo total de corrida adotado em cada análise foi de 15 minutos. A temperatura inicial do forno é de 60° C, mantido por 2 minutos, com taxa de aquecimento de 15° C/min até 200° C com nova taxa de aquecimento a 40°C até 300° C, sendo mantido a esta temperatura durante 2 minutos. A temperatura do injetor foi ajustada para 300° C, assim como a temperatura da interface (MS). A temperatura da fonte de íons foi mantida a 200° C e a janela de análise foi ajustada entre 35- 300 m/z. Foram realizados também análises via espectroscopia de infravermelho e de microscopia ótica de luz refletida. As análises de infravermelho foram realizadas utilizando-se espectrômetro de infravermelho INVENIO-S, marca Bruker, com programa de aquisição de dados OPUS versão 8.2 e com número de aquisições por espectro igual a 32 scans. A resolução é de 4 cm⁻¹ e a aquisição de dados foi feita de 4000 a 400 cm⁻¹. Este equipamento também está disponibilizado no laboratório de análises instrumentais (LAI) do Departamento de Química do CCT/UDESC. A análise por microscopia foi realizada no Departamento de Física da Universidade Federal do Paraná (UFPR), utilizando-se de um microscópio óptico de luz refletida NEOPHOT, com lente Carl Zeiss de 50x. Nesta análise, as NPs de Fe₃O₄ foram dispersas em água e colocadas em um substrato de alumínio.

Através dos dados obtidos via CGMS, observou-se que a não utilização de catalisador para esta reação, apresentou um rendimento equivalente quando comparado ao uso das NPCS revestidas ZnO e Nb₂O₅. Nota-se também que, quando utilizadas em maiores quantidades, as NPMs revestidas por ZnO, obtiveram um rendimento maior e com resultados mais precisos, durante um tempo de reação de até 4 horas. Analisando os resultados da espectroscopia de infravermelho, notou-se que cada NP (Fe₃O₄, Fe₃O₄@Nb₂O₅ e Fe₃O₄@ZnO) apresentou um comportamento no espectro vibracional diferente, caracterizando assim que houve uma certa modificação na estrutura do material após o revestimento destas nanopartículas. Dentre as perspectivas do projeto, estão a descoberta de uma condição reacional que aumente a velocidade de produção da beta-enaminona, em condições brandas, além da utilização do mesmo catalisador em várias catálises seguidas, sem uma perda considerável de sua atividade catalítica.

Palavras-chave: Nanopartículas. *Core-shell*. Catálise.