DESENVOLVIMENTO DE NANOSORVENTES MAGNÉTICOS PARA APLICAÇÕES AMBIENTAIS

Gabriela da Silva Machado, Karine Priscila Naidek

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a nanotecnologia tem se consolidado como um campo de investigação promissor, oferecendo alternativas para diferentes áreas, incluindo o tratamento ambiental. Nesse contexto, nanopartículas magnéticas apresentam interesse devido às suas propriedades físico-químicas e à possibilidade de modificação superficial, permitindo combinar diferentes funcionalidades em um mesmo material. Estruturas do tipo core-shell, constituídas por um núcleo recoberto por uma camada externa, possibilitam associar as propriedades magnéticas do núcleo às características químicas e superficiais do recobrimento.

O presente trabalho tem como objetivo o desenvolvimento de nanosorventes magnéticos voltados à remoção de poluentes em águas contaminadas, em consonância com o plano de trabalho proposto. Nesta etapa do estudo, foram realizadas a síntese e a caracterização de nanopartículas Fe_3O_4@SiO_2-NH_2, bem como a obtenção de 2,3-dialdeídocelulose (DAC), materiais destinados às etapas posteriores de preparação dos nanosorventes magnéticos. O desenvolvimento desses materiais integra a proposta de obtenção de sistemas com potencial aplicação em processos de remediação ambiental.

DESENVOLVIMENTO

As nanopartículas Fe_3O_4@SiO_2-NH_2 foram obtidas em três etapas. Inicialmente, o núcleo magnético de Fe_3O_4 foi sintetizado com base no procedimento descrito por Toma, Silva e Condomitti (2016). Foram adicionados 3,5 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ a 250 mL de água destilada, mantendo-se a solução sob agitação e aquecimento entre 80 e 90 °C. Separadamente, 1,9 g de KOH e 0,13 g de KNO_3 foram dissolvidos em 30 mL de água destilada. Essa solução foi adicionada à solução contendo $FeSO_4$, mantendo-se a agitação e o aquecimento por 20 min, com o pH controlado entre 12 e 14. O material obtido apresentou resposta a campo magnético e foi lavado com água destilada e etanol, sendo posteriormente seco à temperatura ambiente por aproximadamente 48 h.

Na segunda etapa, as nanopartículas de Fe_3O_4 foram recobertas com SiO_2, seguindo adaptação do procedimento descrito por Behpour, Shadi e Nojavan (2023). Para isso, 1,0 g do material magnético foi disperso em 10 mL de água destilada e 40 mL de etanol em banho ultrassônico durante 30 min. Em seguida, foram adicionados 0,5 mL de tetraetil ortossilicato (TEOS) e 2 mL de NH_4OH, mantendo-se a suspensão sob agitação magnética a 50 °C durante 6 h. O material Fe_3O_4@SiO_2 obtido foi lavado com água destilada e seco à temperatura ambiente.

Na terceira etapa, a superfície do Fe_3O_4@SiO_2 foi funcionalizada com grupos amino, também com base no procedimento de Behpour, Shadi e Nojavan (2023). Um grama do material foi disperso em 25 mL de uma mistura de tolueno e metanol na proporção 1:1, utilizando banho ultrassônico durante 15 min. Posteriormente, foram adicionados 2 mL de 3-aminopropiltrietoxissilano (APTES), mantendo-se a mistura sob agitação durante 4 h. Após lavagem e secagem à temperatura ambiente, foi obtido o material Fe_3O_4@SiO_2-NH_2.

Paralelamente, foi realizada a síntese da 2,3-dialdeídocelulose (DAC) por adaptação do método descrito por Inoue (2019). A oxidação da celulose foi conduzida utilizando solução de periodato de potássio (KIO_4) 0,1 mol L^{-1}, sob agitação e ao abrigo da luz durante 6 h, à temperatura ambiente. Após a reação, o material foi submetido às etapas de lavagem e seco em estufa a 55 °C durante 24 h. O procedimento foi realizado em três recipientes independentes, sob as mesmas

condições experimentais, originando as amostras DAC 1, DAC 2 e DAC 3, das quais foram retiradas alíquotas para análise por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).

As nanopartículas Fe_3O_4@SiO_2-NH_2 foram caracterizadas por difratometria de raios X (DRX), enquanto a celulose e as três amostras de DAC foram avaliadas por FTIR.

RESULTADOS

O material Fe_3O_4@SiO_2-NH_2 apresentou aspecto de pó escuro e forte resposta magnética frente a ímãs comuns e de neodímio. No difratograma de raios X foram observados picos em aproximadamente 2θ = 18,26°, 30,10°, 35,44°, 37,02°, 43,10°, 53,48°, 57,04°, 62,62°, 71,10° e 74,00°. As reflexões observadas foram compatíveis com a estrutura cristalina da magnetita, em concordância com dados reportados por Swanson et al. (1967). Além disso, observou-se uma contribuição ampla entre aproximadamente 15° e 30°, atribuída à presença da fase amorfa de SiO_2, conforme descrito para materiais semelhantes (Xu et al., 2013; Ghorbani; Kamari, 2019). Esses resultados indicam a preservação da fase cristalina magnética após a etapa de recobrimento com sílica.

Durante as primeiras análises das amostras de DAC, foram observadas interferências atribuídas a resíduos provenientes do KIO_4 empregado na etapa de oxidação. Para reduzir essas interferências, foram realizadas lavagens sucessivas do material com água deionizada e etanol. Após o procedimento de lavagem, os espectros de FTIR apresentaram redução dos sinais atribuídos aos resíduos anteriormente observados, permitindo melhor avaliação das bandas associadas à matriz celulósica modificada.

Os espectros das amostras DAC 1, DAC 2 e DAC 3, obtidas em preparações independentes sob as mesmas condições experimentais, apresentaram perfis semelhantes entre si. A comparação com o espectro da celulose permitiu acompanhar as alterações espectrais decorrentes do procedimento de oxidação. A semelhança entre os espectros das três preparações indica comportamento qualitativamente reprodutível nas condições empregadas.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos indicaram a presença da fase cristalina da magnetita e de uma contribuição amorfa compatível com a presença de sílica no material sintetizado. A preparação da 2,3-dialdeídocelulose foi realizada em três experimentos independentes sob as mesmas condições, obtendo-se espectros de FTIR com perfis semelhantes. As etapas adicionais de lavagem reduziram as interferências associadas a resíduos provenientes do processo de oxidação, favorecendo a caracterização das amostras de DAC.

Os materiais obtidos constituem etapas intermediárias para a continuidade do desenvolvimento dos nanosorventes magnéticos. Posteriormente, a superfície das nanopartículas será modificada utilizando a DAC e grupos carboxílicos, visando à obtenção dos materiais funcionais e à futura avaliação de seu desempenho na remoção de contaminantes em meio aquoso.

Palavras-chave: nanosorventes magnéticos; magnetita; sílica; celulose dialdeído; remediação ambiental.

ANEXOS

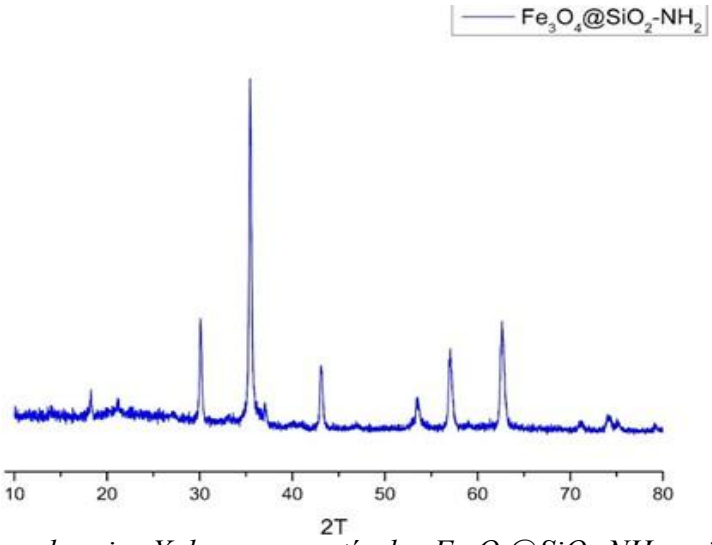


Figura 1. *Difratograma de raios X das nanopartículas Fe_3O_4@SiO_2-NH_2, evidenciando reflexões características da fase cristalina da magnetita e contribuição associada à fase amorfa de SiO_2.*

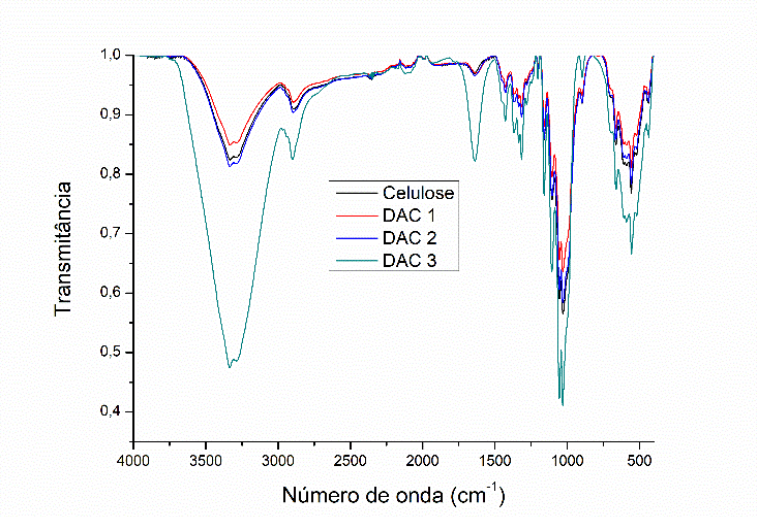


Figura 2. *Espectros de FTIR da celulose e das amostras DAC 1, DAC 2 e DAC 3, obtidas em preparações independentes realizadas sob as mesmas condições experimentais.*

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BEHPOUR, M.; SHADI, M.; NOJAVAN, S. Preparation of an efficient magnetic nano-sorbent based on modified cellulose and carboxylated carbon nano-tubes for extraction of pesticides from food and agricultural water samples before GC-FID analysis. **Food Chemistry**, v. 407, p. 135067, maio 2023.

GHORBANI, F.; KAMARI, S. Core–shell magnetic nanocomposite of Fe3O4@SiO2@NH2 as an efficient and highly recyclable adsorbent of methyl red dye from aqueous environments. **Environmental Technology & Innovation**, v. 14, p. 1-16, fevereiro 2019.

INOUE, B. S. **Desenvolvimento de membrana de celulose bacteriana biorreabsorvível e**

biofuncional com potencial aplicação em doenças periodontais. 2019. 108 f. Dissertação (Mestrado em Química Aplicada) – Programa de Pós-graduação em Química Aplicada, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, 2019.

SWANSON, H. E. *et al*. **Standard X-ray Diffraction Powder Patterns**. Departamento de Comércio dos Estados Unidos, 1967.

TOMA, H. E.; SILVA, D. G.; CONDOMITTI, U. **Nanotecnologia experimental**. São Paulo: Editora Blucher, 2016. E-book. p. 64-85. ISBN 9788521210672. Disponível em: https://app.minhabiblioteca.com.br/reader/books/9788521210672/.

XU, J. et al. Synthesis and Characterization of Magnetic Nanoparticles and Its Application in Lipase Immobilization. **Bulletin of the Korean Chemical Society**, v. 34, n. 8, p. 2408-2412, agosto 2013.