

Ferrita Ni/Zn/ β -ciclodextrina: Síntese, caracterização e estudos de adsorção.

Ângelo M.L. Denadai (PQ)^{1*}, Kirla B. Detoni (IC)², Jeann C. da Silva (TC)¹, Frederico B. de Sousa (PG)², Joel J. Passos (PG)², Fernando C. de Oliveira (PQ)³, Luana L. D. Guerra (TC)¹, Rubén D. Sinisterra (PQ)¹. angelomld@gmail.com.

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Campus VII, Timóteo-MG.

²Departamento de Química, ICEx, UFMG.

Palavras Chave: Ferrita Ni/Zn, β -ciclodextrina, compósito, nanopartículas, adsorção.

Introdução

Neste trabalho são apresentados os resultados dos estudos de síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas baseadas em ferrita Ni/Zn (Fe-Ni/Zn)¹ e β -ciclodextrina (β CD)², além de estudos de adsorção de Cr³⁺ e Cr₂O₇²⁻. Sua relevância reside na possibilidade de combinação das características nanomagnéticas das ferritas com a capacidade da β -CD de formar compostos de inclusão; no intuito de se obter um dispositivo de descontaminação magneticamente dirigível³. A estrutura da Fe-Ni/Zn/ β CD foi confirmada por IV, DRX, DSC, TG e potenciometria. O tamanho e propriedades superficiais das partículas foram investigados por DLS, MEV, MFA, potencial zeta (ζ) e estudos de sedimentação. Seu volume livre médio foi determinado por EVMP e a adsorção de Cr³⁺ e Cr₂O₇²⁻ foi monitorada por medida de ζ .

Resultados e Discussão

As ferritas foram sintetizadas em condições extremas de pH (\approx 13.0) e na presença de β CD, sendo caracterizadas após exaustiva lavagem. Curvas de DSC, TG e dados de DRX mostraram diferentes perfis para a amostra de Fe-Ni/Zn/ β CD em relação à Fe-Ni/Zn e β CD, comprovando a formação de novo composto. Os espectros de IV mostraram a presença de ligações Fe-O tetraédrico ($\nu = 586 \text{ cm}^{-1}$) e deformações angulares de Fe-O-H na α FeOOH (1470 e 1340 cm^{-1}); todas comuns a ferritas. Além disso, bandas a 1029, 2900, 1634 cm^{-1} ($\nu_{\text{C-O-C}}$ e $\nu_{\text{C-H}}$ e δ_{OH} respectivamente), mostraram a incorporação da β CD na ferrita. Titulação potenciométrica mostrou dois sítios ionizáveis a mais (4 ao todo) do que o observado para a ferrita Ni/Zn (apenas 2); sendo estes atribuídos à protonação das hidroxilas das ciclodextrinas. O tamanho das ferritas foi analisado no estado sólido por MEV e AFM e em suspensão (pH \approx 7) por DLS. As imagens de MEV e MFA demonstraram a presença de partículas de 25 a 50 nm de diâmetro, enquanto que os resultados de DLS indicaram a presença de partículas de 1400 nm. Esses dados sugerem agregação, uma vez que

o potencial zeta neste pH é de -14 mV; valor baixo para impedir a floculação. Diferentes tempos de sedimentação foram observados a diferentes valores de pH, sendo o menor valor obtido a pH \approx 7. Observa-se ainda que, dependendo do pH, a sedimentação ocorre segundo diferentes mecanismos, visto que os perfis variam muito com o pH. Conforme demonstrado pelos experimentos de EVMP, o volume livre da Fe-Ni/Zn/ β CD (115,9 Å^3) é aproximadamente 65% maior do que o da Fe-Ni/Zn (69,9 Å^3), sugerindo uma maior capacidade de adsorção. De fato, a ferrita-ciclodextrina é capaz de adsorver Cr³⁺ e Cr₂O₇²⁻, como demonstrado pelas titulações por ζ . Na presença de Cr³⁺, ζ torna-se positivo (\approx +30 mV) enquanto que na presença de Cr₂O₇²⁻, torna-se negativo (\approx -20 mV). Já a Fe-Ni/Zn exibe adsorção apenas de Cr³⁺ ($\zeta \approx$ +20 mV), pois é $\zeta \approx$ 0 na presença de Cr₂O₇²⁻; provavelmente devido ao menor tamanho dos poros e ao menor número de hidroxilas. Tanto na presença de Cr³⁺ como na presença de Cr₂O₇²⁻, os valores de ζ são menores do que \pm 30 mV, demonstrando baixa estabilidade coloidal. Isto é vantajoso em processos de descontaminação, pois favorece a segregação gravitacional ou magnética das partículas.

Conclusões

Os dados apresentados mostraram a formação de um compósito nanoparticulado entre ferrita Ni/Zn e β CD, o qual apresenta um volume livre 65 % maior do que a ferrita Ni/Zn. Este material apresenta domínios de até 50 nm, os quais se agregam em pH neutro, explicando assim sua mais rápida sedimentação nesta região de composição. As ferritas Ni/Zn/ β CD são capazes de adsorver Cr³⁺ e Cr₂O₇²⁻, o que sugere seu uso como dispositivo de descontaminação magneticamente dirigível.

Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq, CEFET-MG.

¹Bocanegra, A. D. et al. *J. Braz. Chem. Soc.* **2003**, *14*, 936.

²Denadai, A. M. L. et al. *Carbohydr. Res.* **2007**, *342*, 2286.

³Sinisterra, R.D. et al. INPI: 014100003337, Depósito: **22/09/2010**