

## Caracterização do compósito ferrita-Ni/Zn/ $\beta$ ciclodextrina: estrutura, propriedades coloidais e estudo adsorção de $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ .

Ângelo M.L. Denadai (PQ)<sup>1\*</sup>, Frederico B. de Sousa (PG)<sup>2</sup>, Luana D.L. Guerra (TC)<sup>1</sup>, Nelcy D.S. Mohallem (PQ)<sup>2</sup>, Laura C.B. Lopes (IC)<sup>3</sup>, Mayara B. Reis (IC)<sup>3</sup>, Kirla B. Detoni (IC)<sup>2</sup>, Marcus V.G. Veloso (IC)<sup>3</sup>, Rubén D. Sinisterra (PQ)<sup>2</sup>. [angelomld@gmail.com](mailto:angelomld@gmail.com).

<sup>1</sup>Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Campus VII, Timóteo-MG.

<sup>2</sup>Departamento de Química, ICEx, UFMG.

<sup>3</sup>Centro Universitário do Leste Mineiro, UNILESTE

Palavras Chave: Ferrita Ni/Zn,  $\beta$ -ciclodextrina, compósito, nanopartículas, adsorção.

### Introdução

O presente trabalho é uma continuação dos estudos realizados com nanopartículas de ferrita Ni/Zn contendo  $\beta$ -ciclodextrina incorporada na estrutura (Fe-Ni/Zn/ $\beta$ CD), através de reação de coprecipitação em meio alcalino<sup>1</sup>. Nesta etapa, são apresentados novos resultados. A estequiometria em termos dos metais foi determinada por absorção atômica (AA). Medidas de magnetização foram realizadas no intuito de se avaliar o efeito da incorporação da  $\beta$ CD no magnetismo do material. O tamanho e morfologia no estado sólido foram investigados por TEM. A agregação em suspensão foi monitorada por DLS antes e depois da aplicação de ultrassom. O valor de ponto isoelétrico foi determinado por potencial zeta (ZP). Finalmente, a interação das nanopartículas com  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  foi investigada por ITC e estudos de sedimentação.

### Resultados e Discussão

Após a síntese, as suspensões de ferritas foram exaustivamente lavadas para remoção de íons solúveis. Para as devidas análises em fase líquida e no estado sólido, parte do material foi mantida em suspensão e outra parte foi seca por liofilização. Inicialmente, a incorporação da  $\beta$ CD na ferrita foi verificada por FTIR, DRX, TGA e DTA, sendo observado um perfil similar ao recentemente divulgado<sup>2</sup>. A análise elementar por AA permitiu a proposição de estequiometrias mínimas  $\text{Fe}_6\text{Ni}_3\text{Zn}$  e  $\text{Fe}_3\text{NiZn}$  para a ferrita e ferrita- $\beta$ CD respectivamente. As curvas de magnetização em função do campo aplicado foram similares para ambas as ferritas, mostrando que a incorporação de  $\beta$ CD não afeta o comportamento superparamagnético do material. Análises por TEM mostraram a presença de aglomerados da ordem de 300-400 nm para ambas as ferritas no estado sólido. Em suspensão aquosa (pH  $\approx$  7 e  $k \approx$  1,5  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ), ambas as ferritas demonstraram alta tendência de agregação, visto que apresentaram valores de ponto isoelétricos próximos ao pH do dispersante. Nesta situação, a atração de van der Waals supera a repulsão eletrostática, favorecendo a floculação<sup>3</sup>. O máximo da distribuição de tamanho para a Fe-

Ni/Zn/ $\beta$ CD ( $D_{\text{max}} = 2,3 \mu\text{m}$ ) foi menor que para a Fe-Ni/Zn ( $D_{\text{max}} = 2,8 \mu\text{m}$ ). Com o objetivo de promover a desagregação das partículas, foi feita a aplicação de ultrassom por 5 min. Novamente, foi observado que as partículas de Fe-Ni/Zn/ $\beta$ CD ( $D_{\text{max}} = 85 \text{ nm}$ ) são menores que as de Fe-Ni/Zn ( $D_{\text{max}} = 150 \text{ nm}$ ). Além disso, a distribuição de tamanho da ferrita- $\beta$ CD foi mais estreita. A adsorção de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  pelas ferritas foi monitorada por ITC, sendo observado um perfil endotérmico para a Fe-Ni/Zn/ $\beta$ CD. Este foi atribuído à desidratação da superfície das nanopartículas. Para a Fe-Ni/Zn, o calor de titulação do  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  foi praticamente nulo, ou seja, igual à diluição do ânion em água, concordando com dados previamente divulgados<sup>2</sup>. A segregação das partículas em suspensão foi investigada na presença de diferentes concentrações de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , por medida temporal da turbidez normalizada ( $\tau/\tau_0$ ). Foi observado que na presença do ânion, a sedimentação foi mais lenta para a Fe-Ni/Zn/ $\beta$ CD do que para a Fe-Ni/Zn, provavelmente devido ao menor tamanho de partícula e ao maior ZP<sup>2</sup>, que por sua vez deve aumentar a repulsão partícula-partícula, tornando o processo mais lento<sup>3</sup>.

### Conclusões

A incorporação de  $\beta$ CD em ferritas favorece a formação de partículas menores, contribuindo também para minimizar a agregação em suspensão. A Fe-Ni/Zn/ $\beta$ CD exibe uma maior afinidade pelo  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  que a Fe-Ni/Zn, provavelmente por possuir um maior número de hidroxilas disponível para interações do tipo íon-dipolo. Esses resultados sugerem o uso desses materiais como dispositivos de descontaminação magneticamente dirigidos.

### Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq, CEFETMG, UFMG, INCT-Nanobiofar.

<sup>1</sup>Bocanegra-Diaz, A.; et al. *J. Mag. Mat.* **2004**, *272*, 2395.

<sup>2</sup>Denadai, A.M.L. et al. *Livro de resumos da 34ª RASBQ* 2011.

<sup>3</sup>Plaza, R. C.; et al. *J. Col. Interf. Sci.* **2001**, *242*, 306.