



Síntese de partículas de sílica para adsorção de azul de metileno

Dênis Fernandez do Nascimento¹; Raphaely Cristina dos Santos²; Letícia Vitorazi^{1,3}.

¹Universidade Federal Fluminense, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica; ²Universidade Federal Fluminense, Departamento de Química de Volta Redonda (VQI); ³Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais.

Palavras-chave: *Processo Stober; Nanopartícula de Sílica; Adsorção de Corante.*

INTRODUÇÃO

Estudos têm explorado as características de partículas ou nanopartículas de sílica como materiais para aplicação em áreas que vão desde a biomédica até a agrícola. Alguns estudos vêm fazendo a aplicação destas nanopartículas frente a pesquisas com azul metileno, um corante catiônico amplamente utilizado como indicador químico, corante biológico e fungicida para aquicultura; podendo causar efeitos nocivos quando há exposição em grandes quantidades. O estudo de Fan *et al.*¹ mostrou que foi possível determinar azul de metileno utilizando nanopartículas de sílica como sonda. Já outra investigação mostrou que as nanopartículas de sílica dopadas com óxido de cobre são eficientes na adsorção de azul metileno².

A proposta do presente trabalho é a síntese de nanopartículas de sílica de diferentes tamanhos pelo método de Stober; Fink e Bohn (1968)³, por meio da variação da concentração de água em cada síntese e verificar o efeito do tamanho da partícula na adsorção de azul de metileno. Desta forma, é possível comparar a capacidade das diferentes partículas na adsorção do azul de metileno, de acordo com o tamanho.

METODOLOGIA

As nanopartículas de sílica foram sintetizadas pelo processo de Stober; Fink e Bohn (1968)³, com base na rota de síntese estudada por Greasley *et al.* (2016)⁴. Essas sínteses denominadas S1-S5 foram preparadas de acordo com as quantidades de reagentes apresentados na Tabela 1. Ao meio reacional foram adicionados etanol, hidróxido de amônio (NH₄OH) e água ultrapura; totalizando 5 soluções, cada uma variando a quantidade de água e etanol, em seguida, os sistemas foram levados à cuba de ultrassom por 10 minutos a temperatura ambiente. O TEOS (ortossilicato de tetraetila) foi posteriormente adicionado às soluções, e as mesmas agitadas manualmente e deixadas em repouso durante a noite. O material resultante foi levado à centrífuga (marca Nova Técnica, modelo NT 800) para a remoção do sobrenadante e o material particulado obtido foi levado à estufa a 60 °C por 24 horas, para secagem.

Tabela 1 – Quantidade dos reagentes usados na síntese de Stober.

Amostra	TEOS (mL)	Etanol (mL)	Água (mL)	NH ₄ OH (mL)
S1	1,595	21,659	1,35	0,396
S2	1,595	20,309	2,70	0,396
S3	1,595	18,959	4,05	0,396
S4	1,595	17,609	5,40	0,396
S5	1,595	16,259	6,75	0,396

Fonte: Autor (2023).

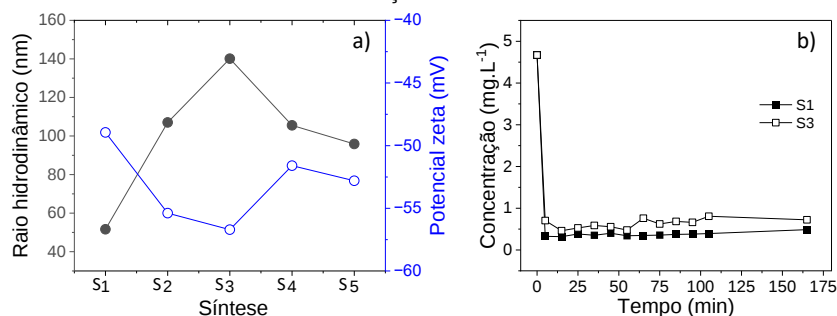
O estudo de adsorção de azul de metileno nas partículas S1 e S3 foi realizado através de medidas de absorção no ultravioleta em espectrofotômetro Bel Photonics, modelo UV-M51. Em um béquer, sob agitação constante, foi adicionado 50 mL de solução de azul de metileno a 4,6 mg L⁻¹ e, em seguida, adicionou-se 0,1 g da partícula de sílica. Após 5 minutos e, posteriormente, a cada intervalo de 10 minutos, alíquotas de 10 mL dessa dispersão foram retiradas para análise. As dispersões foram centrifugadas para sedimentação da partícula, permitindo a posterior remoção de 3 mL de sobrenadante contendo o azul de metileno e leitura de absorbância. Em seguida, o conjunto (sobrenadante e partícula) foi devolvido ao béquer sob agitação, reiniciando o mesmo procedimento para uma próxima análise.



RESULTADOS E DISCUSSÃO

As nanopartículas sintetizadas a partir do método de Stober; Fink e Bohn (1968)³ foram caracterizadas através de espalhamento de luz dinâmico e potencial zeta. Os resultados de raio hidrodinâmico e potencial zeta podem ser observados nas Figura . Através da análise, foi observado uma variação de 51,61 a 140,13 nm do raio hidrodinâmico das nanopartículas. Neste caso a síntese S1 apresentou o menor tamanho, equivalente a 36,83% do tamanho obtido pela S3. Estudos realizados por Greasley *et al.* (2016)⁴ apontaram a influência da quantidade de água na reação e no tamanho das nanopartículas sintetizadas. As concentrações de água até a usada em S3 promoveu um aumento no tamanho da partícula, porém concentrações maiores levaram a sua diminuição, comportamento semelhante ao investigado no presente trabalho, como apresentado na Figura 1a. O potencial zeta das partículas para as diferentes sínteses apresentaram resultados variando de -48,95 a -56,70 mV, correspondentes a S1 e S3, respectivamente. Tais resultados apontam a existência de estabilidade coloidal no material obtido.

Figura 1 – Característica das sílicas sintetizadas. a) Raio hidrodinâmico (nm) e potencial zeta (mV); b) estudos de adsorção de azul de metileno.



Fonte: Autor (2023).

Os estudos de adsorção de azul de metileno foram realizados empregando-se as partículas oriundas das sínteses S1 e S3. Esses resultados estão apresentados na Figura 1b. Para ambos os testes, um intenso decréscimo na concentração de azul de metileno na dispersão ocorreu no intervalo inicial, que equivale aos primeiros 5 minutos do experimento. No intervalo de 5 minutos, a concentração de azul de metileno reduziu de 4,6 para 0,326 mg L⁻¹, representando uma redução de 92,91% para os experimentos contendo as partículas S1; enquanto que para a partícula S3 houve redução para 0,704 mg L⁻¹, equivalente a 84,70% de remoção. A quantidade de azul de metileno removida foi de 2,137 mg por grama de S1 e 1,948 mg por grama de S3, mostrando o efeito de tamanho da partícula na remoção do corante.

CONCLUSÕES

O potencial zeta variou de -48,95 a -56,70 mV, que demonstra a estabilidade coloidal do material sintetizado. Já o tamanho de partícula obtido em cada síntese foi inversamente proporcional ao potencial zeta e ao rendimento calculado.

A nanopartícula S1 apresentou maior potencial de adsorver moléculas de azul de metileno em solução aquosa, em relação a partícula S3, possivelmente devido ao seu menor diâmetro e, conseqüentemente, a sua maior área disponível para que ocorra a adsorção, visto que para ambos os ensaios foram adicionados a mesma massa de nanopartícula.

AGRADECIMENTOS

À FAPERJ pela bolsa de pesquisa Jovem Cientista do Nosso Estado (número do processo: E-26/202.724/2019) e a Agir/UFF pela bolsa de Iniciação Tecnológica.

REFERÊNCIAS

- [1] FAN, J. *et al.*, Determination of methylene blue by resonance light scattering method using silica nanoparticles as probe, **Chinese Chemical Letters**, v. 28, n. 5, p. 1104–1110, 2017.
- [2] ZANONI, E. T. *et al.*, Avaliação da atividade antimicrobiana e adsorvidade de nanopartículas de sílica dopadas com CuO, **Matéria**, v. 24, n. 1, p. e-12309, 2019.
- [3] STÖBER, W.; FINK, A.; BOHN, E. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range, **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 26, n. 1, p. 62–69, 1968.
- [4] GREASLEY, S. L. *et al.*, Controlling particle size in the Stöber process and incorporation of calcium. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 469, p. 213–223, 2016.