



## Identificação estrutural da microesfera de alginato-mucilagem de ora-pro-nóbis com ferrita de cobalto por difração de Raio-X (DRX)

### Structural identification of alginate-mucilage of the ora-pro-nóbis microsphere with cobalt ferrite by X-ray diffraction (XRD)

Izabela Sara de Gois Garcia<sup>1</sup>, Rodrigo Brackmann<sup>2</sup>, Raquel Dalla Costa da Rocha<sup>3</sup>

#### RESUMO

A água é um recurso essencial para a vida e a indústria, porém, a crescente contaminação por níquel em águas industriais é uma preocupação urgente. As microesferas de ferrita surgem como uma solução promissora para a remoção eficiente desse metal, apresentando uma abordagem ecologicamente responsável. A caracterização química das microesferas desempenha um papel fundamental, assegurando sua eficácia e conformidade com os padrões ambientais e de aplicabilidade. Nesse contexto, a Difração de Raios-X (DRX) se destaca como uma ferramenta de análise instrumental crucial. Ela possibilita uma avaliação detalhada da estrutura das microesferas, a identificação de fases cristalinas e contribui para o desenvolvimento de processos mais eficazes e ecologicamente sustentáveis. Os resultados obtidos nas análises de DRX indicam a presença da fase nanocristalina nas amostras, com tamanhos de cristalitos na ordem dos nanômetros, evidenciando uma estrutura cristalina de pequena escala em todas as análises conduzidas e que houve o encapsulamento da ferrita na matriz polimérica.

**PALAVRAS-CHAVE:** caracterização cristalina; estruturação nanométrica; histerese magnética.

#### ABSTRACT

Water is an essential resource for life and industry; however, increasing nickel contamination in industrial waters is an urgent concern. Ferrite microspheres appear as a promising solution for efficiently removing this metal, presenting an ecologically responsible approach. Microspheres' chemical characterization is fundamental to ensuring their effectiveness and compliance with environmental and applicability standards. In this context, X-ray Diffraction (XRD) stands out as a crucial instrumental analysis tool. It enables a detailed assessment of the structure of microspheres and the identification of crystalline phases and contributes to developing more effective and ecologically sustainable processes. The results obtained in the XRD analyses indicate the presence of the nanocrystalline phase in the samples, with crystallite sizes in the order of nanometers, showing a small-scale crystalline structure in all analyses conducted and that there was an encapsulation of ferrite in the polymeric matrix.

**KEYWORDS:** crystalline characterization; nanometric structuring; magnetic hysteresis

## INTRODUÇÃO

Na pesquisa, a água, fundamental para a vida e processos industriais, enfrenta desafios de escassez e contaminação. A necessidade de soluções sustentáveis para preservar sua qualidade é evidente, especialmente em processos industriais que liberam poluentes como o níquel. O projeto de microesferas de alginato de sódio e ferrita para adsorção de níquel destaca-se pela sua relevância e potencial impacto positivo (SOUZA; MORASSUTI; DEUS, 2018).

Essa abordagem combina eficiência na purificação da água com responsabilidade ambiental, fornecendo uma solução promissora para a poluição industrial (FERRAZ, 2016).

<sup>1</sup> Bolsista do(a) Fundação Araucária. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil. E-mail: Izabelag@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 0493846145247988.

<sup>2</sup> Docente no Curso de Bacharelado em Química. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil. E-mail: rodrigobrackmann@professores.utfpr.edu.br. ID Lattes: 4017429345069523.

<sup>3</sup> Docente no Curso de Bacharelado em Química. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil. E-mail: raqueldcr@utfpr.edu.br. ID Lattes: 9012885881353708.

A escolha da ferrita é respaldada por sua capacidade de adsorção de íons metálicos e estabilidade química (AJROUDI, 2014).

A caracterização química, quando aplicada às ferritas, aprimora a capacidade de análise, beneficiando diversas indústrias. A recuperação eficaz da ferrita após a adsorção reduz o desperdício e custos, promovendo a sustentabilidade na indústria.

Em resumo, a pesquisa baseia-se em fundamentos técnicos sólidos, eficiência e responsabilidade econômica contra a poluição. E a aplicação desta abordagem representa um marco importante na busca por soluções ecologicamente responsáveis e eficazes no tratamento da água industrial, atendendo a demandas urgentes de preservação do recurso hídrico e mitigação da poluição.

## MATERIAIS E METODOS

A presente pesquisa adotou a metodologia, devidamente ajustada, conforme delineada por Garcia e Rocha (2022). É relevante destacar que o procedimento de coacervação simples, empregado comumente na produção de microesferas, fundamentou-se na abordagem previamente descrita por Bajpai e Tankhiwale (2006) e Xiao e Fei (2013). A Figura 1 ilustra o processo de produção das microesferas de alginato de sódio.

Figura 01 – Processo de formação de microesferas.



Fonte: Autoria própria.

É possível realizar uma minuciosa análise de todo o processo de preparação. A partir da etapa 1 até a etapa 3, observa-se o processo de emulsificação, no qual a mucilagem foi meticulosamente elaborada a partir da diluição em água destilada de 5 gramas do extrato

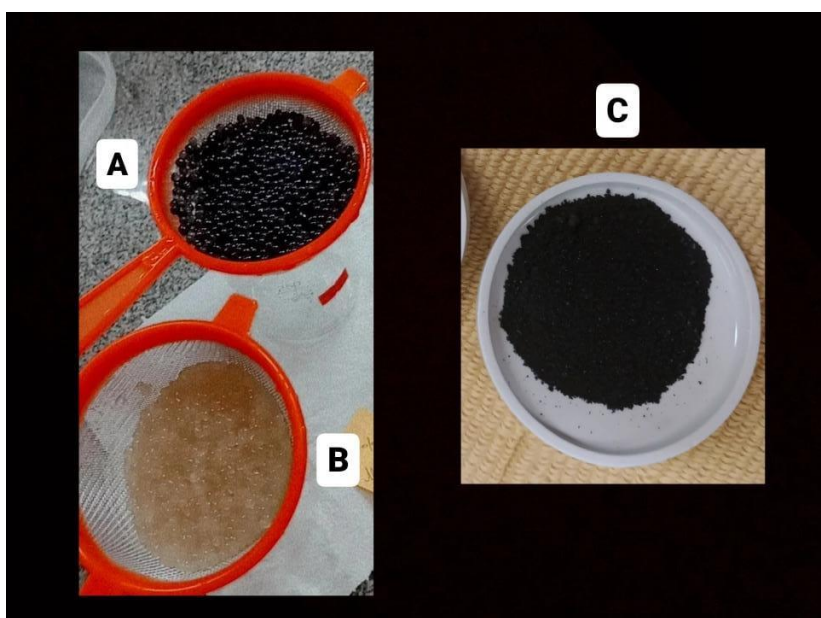


seco do caule da ora-pro-nóbis. Após uma adequada agitação, a mistura permaneceu em repouso por um período de 24 horas. Subsequentemente, na Etapa 4, a solução foi submetida a um processo de filtração, preservando-se o líquido contendo a mucilagem. Somente após essa etapa, adicionou-se 1,9 gramas de alginato de sódio e procedeu-se ao aquecimento a 80 °C até que ocorresse a completa dissolução.

Uma vez dissolvido, a ferrita de cobalto foi incorporada, dando continuidade às Etapas 5 e 6. Para essa produção fez-se o uso de uma bomba peristáltica, na qual a mucilagem juntamente com o alginato de sódio e as ferritas de cobalto foram gotejados em uma solução de cloreto de cálcio a 1%.

Na Figura 2, são apresentadas as microesferas com ferritas (2a), a microesfera sem ferrita (2b) e as ferritas de cobalto (2c), oferecendo uma visualização detalhada dos elementos em questão.

Figura 02 – Microesferas prontas e ferrita de cobalto.



Fonte: Autoria própria.

Após a formação das microesferas, conforme ilustrado na figura (2 a e b), procedeu-se à etapa de lavagem em água corrente, seguida da subsequente liofilização.

Para a análise estrutural da microesfera composta por alginato-mucilagem de ora-pro-nóbis e ferrita de cobalto, empregou-se a técnica de Difração de Raio-X (DRX).

Foram analisadas amostras que compreenderam o pó da ferrita de cobalto, a microesfera sem a presença da ferrita e a microesfera contendo a ferrita.

Essas amostras foram submetidas a análises utilizando o difratômetro Rigaku Mini Flex 600, operando com uma tensão de 40 kV e uma corrente de 15 mA, com a utilização de radiação Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Os difratogramas correspondentes foram adquiridos no intervalo de varredura de  $2\theta = 3-90^\circ$ , no modo step scan, com um passo de  $0,05^\circ$  e um tempo de aquisição de 2 segundos por passo.

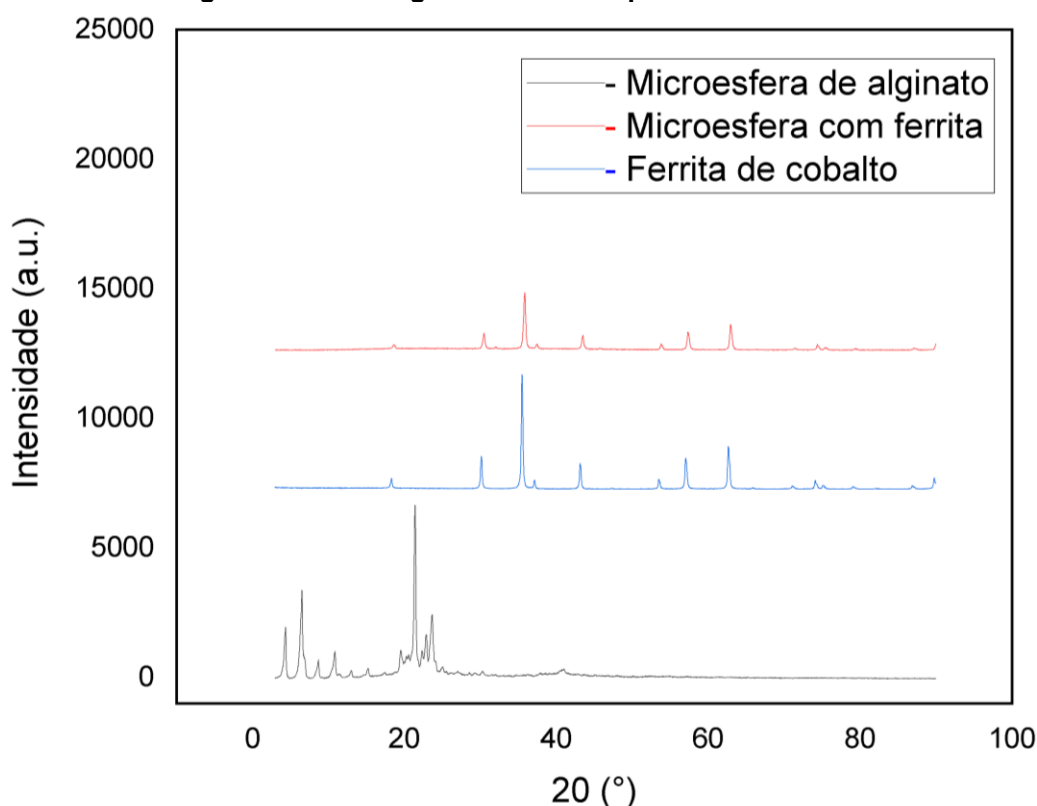


## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Difração de Raios-X (DRX) é empregada na determinação da estrutura cristalina de materiais, quantificação de fases, análise de tensões e deformações, monitoramento de alterações estruturais e controle de qualidade industrial.

Na figura subsequente, visualizam-se os padrões de difração de raios-X (DRX) correspondentes às microesferas de alginato de sódio, às microesferas contendo ferrita de cobalto e às nanopartículas de ferrita de cobalto, acompanhados dos dados do JCPDS pertinentes a cada diagrama respectivo.

Figura 03 – Difratoograma de Raio-X para três amostras



Fonte: Autoria própria.

Para determinar o tamanho dos cristalitos em cada amostra, utilizou-se a Fórmula de Scherrer, que relaciona o diâmetro do cristalino (D) com diversos parâmetros:

$$D = \frac{\lambda \cdot K}{FWHM \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

Em que, D é o diâmetro do cristalino;  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios X; K é um coeficiente adimensional (aproximadamente 0,9); FWHM é a largura total à meia altura da reflexão e  $\theta$  é o ângulo de Bragg.

Na análise dos difratogramas, o diagrama de cor preta que representa as microesferas de alginato, registrou-se um FWHM de 0,244, o que resultou na determinação de um diâmetro de cristalino em torno de 22,8 nm. No diagrama de cor vermelha, que corresponde às microesferas contendo ferrita de cobalto, observou-se um FWHM de 0,306,



o que conduziu à obtenção de um diâmetro de cristalino aproximado de 18,8 nm. Por fim, no diagrama de cor azul, que representa a ferrita de cobalto isolada, verificou-se um FWHM de 0,225, culminando na estimativa de um diâmetro de cristalino de aproximadamente 26,9 nm. Esses resultados indicam uma característica nanocristalina nas amostras avaliadas.

Os resultados obtidos na pesquisa através da técnica de Difração de Raios-X (DRX) demonstram que todas as amostras analisadas exibem características da fase nanocristalina, com tamanhos de cristalitos na faixa dos nanômetros, o que aponta para uma estrutura altamente promissora.

De acordo com a literatura científica, a redução das ferritas para o tamanho nano é de extrema importância devido ao significativo aumento da área superficial específica. (NADEEM, 2022). Essa ampliação da área superficial resulta em uma amplificação considerável da capacidade de magnetização das ferritas, permitindo uma atração altamente eficaz das partículas poluentes presentes na água industrial (NASIRI, 2022).

A análise de DRX, aliada a esses resultados, valida a estrutura nanocristalina das ferritas e confirma sua relevância nesse contexto. Essa expansão na área superficial aumenta substancialmente a interação das ferritas com as impurezas, culminando em um processo de remoção notavelmente mais eficiente e eficaz. Como resultado, essa abordagem desempenha um papel fundamental na purificação da água e na redução da poluição metálica, contribuindo significativamente para a preservação ambiental e a qualidade da água em contextos industriais.

## Agradecimentos

Os autores desejam externar sua sincera gratidão à Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) e à CENTRAL DE ANÁLISES – UTFPR Campus Pato Branco pelo apoio provido na realização das análises necessárias para este estudo. Além disso, expressam profunda apreciação à Fundação Araucária pela concessão da bolsa que viabilizou esta pesquisa.

## Conflito de interesse

Não há conflito de interesse.

## REFERÊNCIAS

AJROUDI, L; MLIKI, N; BESSAIS, L; *et al.* Magnetic, electric and thermal properties of cobalt ferrite nanoparticles. **Materials Research Bulletin**, v. 59, p. 49–58, 2014.

Disponível em:

<<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0025540814003511>>. Acesso em: 17 set. 2023.

BAJPAI, S. K ; TANKHIWALE, R . Investigation of Dynamic Release of Vitamin B2 from Calcium alginate/chitosan Multilayered beads: Part II. **Researchgate**. Disponível em: <Investigation of dynamic release of vitamin B2 from calcium alginate/chitosan multilayered beads: Part II>. Acesso em: 17 set. 2023.

FERRAZ, Í. S. B. Estudo das propriedades estruturais e magnéticas da ferrita de cobalto-alumínio. **btdt.ibict.br**. Disponível em:



<[https://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UNB\\_a2ec680b1dfff78b96ce7dd0d2f1c739](https://bdtd.ibict.br/vufind/Record/UNB_a2ec680b1dfff78b96ce7dd0d2f1c739)>. Acesso em: 16 set. 2023.

GARCIA, I.S.G ; ROCHA, R.D.C. da. Análise de grupos funcionais da microesfera de alginato-mucilagem de ora-pró-nobis para uso como potencial adsorvente.

**www.even3.com.br**. Disponível em:

<<https://www.even3.com.br/anais/seisicite2022/549157-analise-de-grupos-funcionais-da-microesfera-de-alginato-mucilagem-de-ora-pro-nobis-para-uso-como-potencial-adsorv/>>. Acesso em: 12 set. 2023.

NADEEM N.; YASEEN, M.; REHAN, Z. A.; ZAHID, M.; SHAKOOR, R. A.; JILANI, A.; IGBAL, J.; RASUL, S.; SHAHID, I. CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanocomposites supported by coal fly ash: Fenton-like synergistic and photocatalytic degradation of methylene blue. **Environmental Research**, 206 (2022), 112280

NASIRI, A.; RAJABI, S.; HASHEMI, M. CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>@Methylcellulose/AC as a new, green, eco-friendly nanomagnetic adsorbent for removing Reactive Red 198 from aqueous solution. **Arabic Journal of Chemistry**, 15 (2022), 103745.

SOUZA, A.K.R; MORASSUTI, Yamamoto, C ; DEUS, W. Batista de. Poluição do meio ambiente por metais pesados e utilização de vegetais como bioindicadores. **Acta Biomédica Brasiliensia**, v. 9, n. 3, p. 95, 2018.

XIAO, C; SUN, F. Fabrication of distilled water-soluble chitosan/alginate functional multilayer composite microspheres. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, n. 2, p. 1366–1370, 2013. Disponível em: <<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/24053815/>>. Acesso em: 17 set. 2023.