

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS**

**DIOGO AUGUSTO BERTOLUCCI  
STEPHANY GOMES DA SILVA**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA  
COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO PARA APLICAÇÃO  
EM ADSORÇÃO DE METAIS**

**ALFENAS/MG**

**2025**

**DIOGO AUGUSTO BERTOLUCCI**  
**STEPHANY GOMES DA SILVA**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA  
COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO PARA APLICAÇÃO  
EM ADSORÇÃO DE METAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como parte dos requisitos para obtenção do título de bacharel em Química, pela Universidade Federal de Alfenas.  
Orientador: Prof. Dr. Fábio Luiz Pissetti.

**ALFENAS/MG**

**2025**

Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal de Alfenas  
Biblioteca Central

Bertolucci, Diogo Augusto .

Síntese e caracterização da rede polimérica funcionalizada com grupo amino contendo dióxido de titânio para aplicação em adsorção de metais / Diogo Augusto Bertolucci, Stephany Gomes da Silva. - Alfenas, MG, 2025.

42 f. : il. -

Orientador(a): Fábio Luiz Pissetti.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) -  
Universidade Federal de Alfenas, Alfenas, MG, 2025.

Bibliografia.

1. Rede polimérica. 2. PDMS. 3. Grupo amino. 4. Adsorção. 5. Cobre. I. da Silva, Stephany Gomes. II. Pissetti, Fábio Luiz , orient. III. Título.

**Diogo Augusto Bertolucci**

**Stephany Gomes da Silva**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE REDE POLIMÉRICA  
FUNCIONALIZADA COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE  
TITÂNIO PARA APLICAÇÃO EM ADSORÇÃO DE METAIS**

O Presidente da banca examinadora abaixo assina a aprovação do Trabalho de Conclusão de Curso apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Bachareis em Química pela Universidade Federal de Alfenas.

Aprovada em: 18 de novembro de 2025

Prof. Dr. Fábio Luiz Pissetti

Universidade Federal de Alfenas

Assinatura:

Prof. Dr. Adriano Aguiar Mendes

Universidade Federal de Alfenas

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Mário Roberto Barros

Universidade Federal de Alfenas

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>6</b>
2.1	POLIDIMETILSILOXANO.....	6
2.2	POLIDIMETILSILOXANO E FUNCIONALIZAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA .....	7
2.3	REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM CAPACIDADE DE ADSORÇÃO DE METAIS.....	9
2.4	ADSORÇÃO.....	10
2.5	METAIS TÓXICOS.....	12
<b>3</b>	<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>10</b>
<b>4</b>	<b>METODOLOGIA.....</b>	<b>11</b>
4.1	PREPARAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO.....	11
4.2	CARACTERIZAÇÃO.....	15
<b>4.2.1</b>	<b>Espectroscopia na região do Infravermelho.....</b>	<b>15</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Análise termogravimétrica.....</b>	<b>16</b>
<b>4.2.3</b>	<b>Espectroscopia na região do Ultravioleta-visível (UV-vis).....</b>	<b>16</b>
4.3	ESTUDOS DE ADSORÇÃO.....	16
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>18</b>
5.1	PREPARAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO.....	18
5.2	CARACTERIZAÇÃO.....	21
<b>5.2.1</b>	<b>Espectroscopia do Infravermelho.....</b>	<b>21</b>
<b>5.2.2</b>	<b>Análise termogravimétrica.....</b>	<b>22</b>
5.3	ESTUDO DE ADSORÇÃO.....	24
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>29</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>30</b>

## RESUMO

Nos últimos anos, observou-se um crescimento demográfico e, como forma de atender às necessidades dessas pessoas, houve uma intensificação nas atividades industriais. Conseqüentemente, essas fábricas geram mais resíduos, em específico, metais tóxicos. Desse modo, o descarte incorreto destes compostos nos efluentes aquosos, causa sérios problemas ambientais para a fauna e flora desta região. Desse modo, materiais à base de polidimetilsiloxano (PDMS) vem recebendo bastante destaque, pois são muito versáteis, podendo ser utilizados e modificados de diversas formas. No caso destes materiais derivados de polidimetilsiloxano (PDMS), estes não possuem estrutura porosa nem grupos reativos em sua superfície. A funcionalização da matriz de polidimetilsiloxano (PDMS) possibilita, por exemplo, modificar a estrutura do material final para que este possa ser aplicado em meio aquoso, uma vez que materiais a partir de PDMS são altamente hidrofóbicos. Além disso, a fixação de grupos funcionais pode influenciar nas propriedades mecânicas e ajuste no balanço hidrofílico/hidrofóbico a fim de que ocorra adsorção de diferentes moléculas ou íons em meios distintos. Neste contexto, o presente trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de uma rede polimérica funcionalizada com grupo amino contendo dióxido de titânio para remoção de metais em meio aquoso. Essa rede foi preparada com os seguintes precursores: poli(dimetilsiloxano) (PDMS), 3-aminopropiltrimetoxisilano (APTMS) e dióxido de titânio. O material sintetizado foi caracterizado por espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e análise termogravimétrica (TG). No infravermelho foi possível identificar as bandas características da rede polimérica funcionalizada contendo dióxido de titânio. Através da análise termogravimétrica foi possível verificar a estabilidade térmica do material e o grau de reticulação. Por fim, foram realizadas isotermas de adsorção, para avaliar a capacidade adsortiva da rede polimérica frente ao metal cobre, obtendo uma capacidade máxima de adsorção de  $1,84 \text{ mmol.g}^{-1}$ , demonstrando uma potencial aplicação para o material obtido.

**Palavras-chave:** Rede polimérica; PDMS; Adsorção; Cobre; Grupo amino; Dióxido de titânio.

## ABSTRACT

In recent years, demographic growth has been observed, and in order to meet the needs of this population, there has been an intensification of industrial activities. Consequently, these industries generate increasing amounts of waste, particularly toxic metals. The improper disposal of these compounds in aqueous effluents causes serious environmental problems for the fauna and flora of affected regions. In this context, materials based on polydimethylsiloxane (PDMS) have received considerable attention due to their high versatility, as they can be used and modified in several ways. However, PDMS-derived materials do not inherently possess a porous structure or reactive groups on their surface. The functionalization of the PDMS matrix makes it possible, for example, to modify the structure of the final material so that it can be applied in aqueous media, since PDMS-based materials are highly hydrophobic. In addition, the incorporation of functional groups can influence the mechanical properties and adjust the hydrophilic/hydrophobic balance, enabling the adsorption of different molecules or ions in distinct media. Within this context, the present work aimed to develop a polymeric network functionalized with amino groups containing titanium dioxide for the removal of metals from aqueous media. The network was prepared using the following precursors: polydimethylsiloxane (PDMS), 3-aminopropyltrimethoxysilane (APTMS), and titanium dioxide. The synthesized material was characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and thermogravimetric analysis (TGA). FTIR analysis allowed the identification of characteristic bands of the functionalized polymeric network containing titanium dioxide. Thermogravimetric analysis made it possible to evaluate the thermal stability of the material and its degree of crosslinking. Finally, adsorption isotherms were obtained to assess the adsorptive capacity of the polymeric network toward copper ions, achieving a maximum adsorption capacity of  $1.84 \text{ mmol}\cdot\text{g}^{-1}$ , demonstrating the potential applicability of the obtained material.

**Palavras-chave:** Polymer network; PDMS; Adsorption; Copper; Amino group; Titanium dioxide

## 1 INTRODUÇÃO

No decorrer dos últimos anos, observou-se um crescimento demográfico, segundo o último censo realizado pelo IBGE em 2022, só no Brasil a população cresceu 6,5% em relação ao ano de 2010 (IBGE, 2023). Em resposta a demanda populacional crescente, houve uma intensificação considerável em diversos setores industriais. Contudo, essas atividades vêm causando sérios problemas ambientais devido à grande quantidade de resíduos despejados pelas indústrias, que podem contaminar os recursos hídricos com uma variedade de substâncias nocivas, tais como, metais tóxicos, poluentes farmacêuticos e corantes sintéticos (Cesar *et al.*, 2022; Ramesh *et al.*, 2023).

A intensificação da produção em diversos setores industriais e o aumento de resíduos gerados pelos processos que ocorrem nas indústrias, tem sido uma grande preocupação devido o descarte incorreto destes resíduos, especialmente de metais tóxicos, nos rios e mares. Isso tem causado impactos negativos nos ecossistemas aquáticos, afetando também os setores de economia e saúde da sociedade. No que diz respeito aos metais tóxicos, estes representam um grave problema ambiental em virtude da sua elevada toxicidade e não degradabilidade. Além disso, outro fator preocupante desses rejeitos é sua carcinogenicidade (capacidade de provocar ou estimular o aparecimento de carcinomas ou câncer em um organismo), e ainda, tendem a se bioacumular no corpo humano por meio da cadeia alimentar, causando doenças e distúrbios (Zamora-Ledezma *et al.*, 2021; Masindi; Muedi, 2018). Além disso, esses íons tóxicos podem ser prejudiciais para a fauna e flora, visto que são absorvidos pelas plantas, podendo, conseqüentemente, afetar tanto os animais quanto os seres humanos (Malik *et al.*, 2019).

Essa problemática tem se tornado foco e prioridade global nos últimos anos no que tange ao tratamento de efluentes aquosos, considerando as conseqüências decorrentes deste resíduo, quando descartados de forma inadequada. Diante desse cenário, têm sido conduzidos estudos e pesquisas com o objetivo de desenvolver tecnologias eficientes e economicamente viáveis para a purificação da água, com a intenção de minimizar tal impacto ambiental (Motamedi *et al.*, 2021).

Os métodos tradicionais como, precipitação química, ultrafiltração, osmose reversa e floculação, são considerados ineficiente e insustentáveis devido à baixa eficiência na remoção de contaminantes, ao custo elevado e à formação ou não de subprodutos tóxicos, especialmente quando se trata de efluentes contendo metais tóxicos no tratamento de água (Arora, 2019; Gosh, 2018; Piaskowski *et al.*, 2018). Além disso, são utilizados agentes coagulantes para a

floculação, como o sulfato de alumínio, o qual pode apresentar algumas desvantagens, tais como a não biodegradabilidade, a retenção de resíduos de alumínio na água e, conseqüentemente, caso ingerida por um indivíduo, pode vir a desenvolver doenças neurodegenerativas, como o Parkinson e Alzheimer. Adicionalmente, ele pode alterar o pH da água, sendo necessário uma etapa adicional de tratamento para regularizar o pH (Lima; Abreu., 2018).

Desse modo, busca-se materiais eficientes, seletivos, econômicos e ecológicos que sejam capazes de tratar esta água contaminada com metais tóxicos, proporcionando uma água mais pura (Ahmad *et al.*, 2019).

Em relação aos processos de remoção de metais tóxicos, métodos físicos, químicos e biológicos vem sendo empregados para tratar estes efluentes. Dentre esses métodos, as técnicas mais comuns empregadas são, precipitação química, separação por membranas, troca iônica, tratamento eletroquímico, adsorção, dentre outras. De todas essas técnicas citadas, a adsorção tem atraído bastante atenção devido sua eficiência, além de ser economicamente viável e possuir uma facilidade operacional (Li *et al.*, 2018; Yu *et al.*, 2018b; Kim *et al.*, 2022; Muharrem *et al.*, 2017).

Desse modo, adsorventes que possuem matriz inorgânica e são funcionalizados com grupos orgânicos vem ganhando destaque devido ao seu bom desempenho e viabilidade econômica (Pissetti *et al.*, 2014; Caviedes *et al.*, 2015). Compostos pertencentes a essa classe combinam tanto as propriedades orgânicas quanto as inorgânicas, conferindo ao material diferentes propriedades, além de melhorar sua estabilidade térmica, mecânica e química (Oliveira *et al.*, 2013). O grupo orgânico a ser incorporado na matriz deve apresentar certa seletividade ao íon metálico de estudo. Como é o caso dos polissiloxanos funcionalizados com grupo amino, o qual apresenta uma seletividade aos íons cobre (Jal *et al.*, 2004; Chechelska-Noworyta *et al.*, 2019). Dessa forma, vantagens podem ser alcançadas ao aplicar esses materiais funcionalizados em diversos campos de pesquisa, como catálise química, adsorção de metais, sensores eletroquímicos, entre outros (Martinelli *et al.*, 2003; Ferraresi, 2019).

Diante deste contexto, ou seja, a contaminação das águas e os impactos ambientais causados pelo descarte incorreto de efluentes líquidos gerados nos processos industriais, bem como suas conseqüências tanto para a vida humana quanto para a vida aquática, desenvolveu-se uma rede polimérica a base de poli(dimetilsiloxano) funcionalizada com grupo amino contendo dióxido de titânio, gerando características favoráveis para adsorção de metais.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 POLIDIMETILSILOXANO

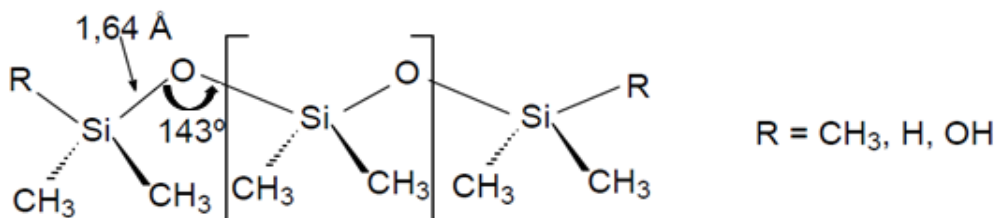
Os poli(organosiloxanos) são polímeros inorgânicos caracterizados por sua fórmula geral  $R_n(\text{SiO}_{(4-n)})_m$ , na qual “n” pode assumir valores entre 1 e 3, e “m” deve ser igual ou superior a 2. A cadeia principal desses polímeros é composta por ligações de silício-oxigênio-silício (Si-O-Si), enquanto grupos orgânicos laterais “R” estão ligados ao silício (Silva *et al.*, 2014; Brook, 2023; Cho *et al.*, 2021).

Essas espécies de polímeros apresentam várias diferenças em comparação com os polímeros orgânicos. Entre elas, destacam-se a maior resistência ao calor e à oxidação. Além disso, elas exibem pequenas variações nas propriedades físicas sob certas condições de temperatura, tornando-as particularmente atrativas para pesquisas científicas e aplicações industriais (Dong *et al.*, 2023; Hu *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2023a; Zhou *et al.*, 2022).

Dentro da classe dos polissiloxanos, o Poli(dimetilsiloxano) (PDMS) é o polímero mais estudado devido às suas propriedades físico-químicas notáveis. Entre elas estão a alta permeabilidade a gases, flexibilidade, baixa tensão superficial, inércia química, hidrofobicidade, alta estabilidade mecânica, térmica e à oxidação, além de ser atóxico em seu estado sólido e não inflamável. Dessa forma, em função das características do PDMS e de sua síntese de baixo custo, ele se destaca como uma alternativa de grande interesse em diversas áreas de pesquisa (Choi *et al.*, 2011; Mark, 2004; Ariati *et al.*, 2021; Li *et al.*, 2023b).

A estrutura geral da cadeia de PDMS está representada na Figura 1, sendo n o número de repetições da unidade monomérica e R terminações hidroxila ou vinílica.

Figura 1 - Estrutura geral da cadeia de poli(dimetilsiloxano).



Fonte: Adaptada de Mark *et al.*, 2004.

Ao comparar estes polímeros, orgânicos e inorgânicos, nota-se que o comprimento da ligação Si-O é de 1,64 Å, a qual é significativamente maior que a ligação C-C que é 1,53 Å. Devido a esse maior comprimento da ligação Si-O e a alternância de átomos substituídos e não substituídos na cadeia principal, pode-se observar que os grupos metilas laterais sofrem um baixo impedimento estérico. Do mesmo modo, ao observar o ângulo de ligação O-Si-O, nota-se um valor de 143°, maior que o ângulo da ligação de um tetraedro habitual, que é de 109,28°. Essa característica favorece ao PDMS uma baixa barreira energética rotacional, desse modo, permite movimentos vibracionais e rotacionais com maior liberdade, proporcionando uma alta flexibilidade de suas cadeias. Essa flexibilidade explica a baixa temperatura de transição vítrea (Tg) do PDMS, que é de -127°C (Mark, 2004; Wang *et al.*, 2024, 2021).

O PDMS é um líquido que pode ter diferentes níveis de viscosidade. Para criar filmes elastoméricos, é preciso realizar a reticulação, também conhecida como cura, das cadeias, formando um material sólido, aprimorando as propriedades mecânicas do material (Kalinova *et al.*, 2014; Li *et al.*, 2023b). Essa síntese pode ser realizada de muitas maneiras, porém, um dos principais métodos utilizados é o de condensação, o qual consiste na condensação dos grupos silanóis terminais presentes na cadeia do PDMS com funções silanol ou alcóxido presentes em um agente reticulante, formando água (H<sub>2</sub>O) ou ROH, respectivamente (Florio, *et al.*, 2016; Pissetti *et al.*, 2008; Kim *et al.*, 1999; Ibrahim *et al.*, 2011).

Normalmente, os agentes reticulantes utilizados podem ser trifuncionais, MeSi(OR)<sub>3</sub> ou tetrafuncionais, Si(OR)<sub>4</sub>, que, na presença de umidade atmosférica ou água sofrem reações de hidrólise e produzem grupos silanóis. Sendo assim, essas moléculas poderão condensar as cadeias contendo grupos silanóis terminais gerando a cura, ou seja, formando a rede polimérica (Kim *et al.*, 1999; Ibrahim *et al.*, 2011; Silva, 2012).

Dentre todas as propriedades já mencionadas do PDMS, destaca-se a hidrofobicidade, a qual se define como a tendência de uma superfície em não absorver água ou não ser molhada com água, ou seja, mais especificamente, descreve a interação entre a camada limite de uma fase sólida com a água líquida ou vapor (Arkles, 2011). No entanto, essa característica pode limitar as aplicações do PDMS, diante disso, como forma de contornar essa limitação, estudos indicam que é possível diminuir a hidrofobicidade do PDMS por meio de alterações químicas em sua superfície, ou seja, funcionalizando-a com grupos orgânicos como amino e carboxila, resultando em uma maior hidrofiliabilidade em meio aquoso (Emik, 2014; Zhang *et al.*, 2009).

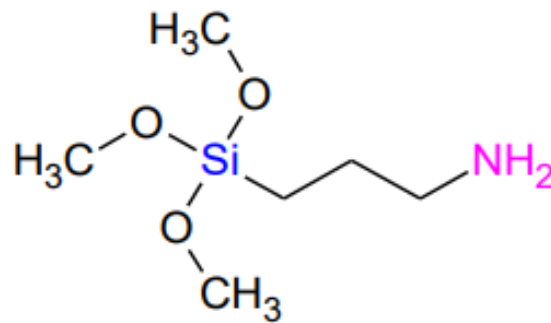
## 2.2 POLIDIMETILSILOXANO E FUNCIONALIZAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA

Do mesmo modo que a sílica, o PDMS possui grupos terminais que podem reagir com um organossilano e formar uma rede polimérica funcionalizada (Demirel *et al.*, 2007).

Desse modo, o PDMS pode servir como uma matriz de ancoramento de grupos funcionais para melhorar o processo de adsorção de metais. Existem estudos que fazem esse tipo de modificação na matriz do PDMS, ou seja, incorporam grupos funcionais como o etilenodiamina (Pissetti *et al.*, 2008), tiol ou sulfônico (Silva; Pissetti, 2014), entre outros, com o intuito de melhorar o processo de adsorção de contaminantes nocivos em efluentes aquosos.

A funcionalização da matriz do PDMS pode ser feita utilizando o seguinte agente reticulante, (3-aminopropil)trimetoxissilano (APTMS), o qual tem sua estrutura apresentada na Figura 2.

Figura 2 – Estrutura do agente reticulante, APTMS.

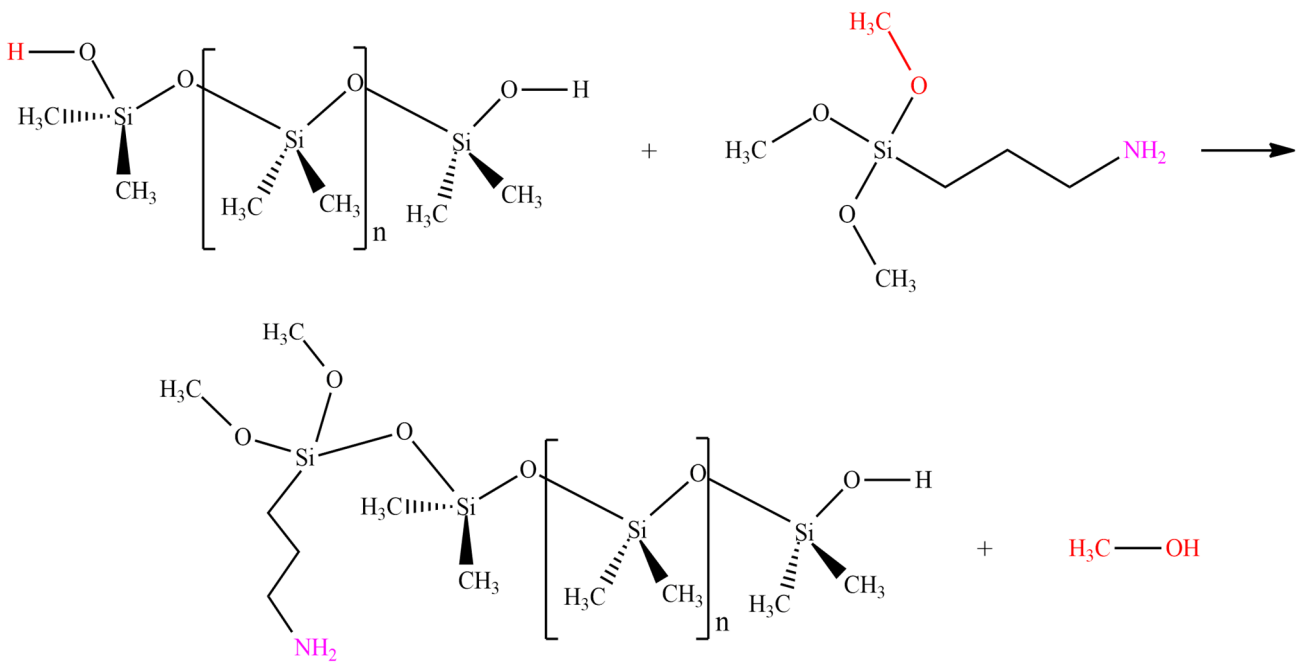


Fonte: Giusto; Pissetti, 2021.

Este composto consiste em três partes principais, sendo um grupo amino, uma cadeia aquila e três grupos metoxi ligados ao Si (Demirel *et al.*, 2007). A funcionalização do PDMS com o APTMS ocorre por meio de reações de policondensação, em que um alcoxisilano funcionalizado reage com grupos OH terminais do PDMS, resultando em uma matriz funcionalizada com características hidrofílicas (Dos Santos *et al.*, 2012).

Segundo Mark (2004), essa reação ocorre em meio alcoólico com auxílio de um catalisador ácido. Desse modo, os radicais metoxi (-CH<sub>3</sub>O) terminais da molécula de APTMS reage com a terminação hidroxila (-OH) do PDMS, resultando em uma rede polimérica funcionalizada com grupo amino (-NH<sub>2</sub>), De acordo com a Figura 3.

Figura 3 – Representação da reação entre o PDMS e APTMS resultando na rede polimérica funcionalizada.



Fonte: Giusto; Pissetti, 2021.

Na literatura, é possível encontrar trabalhos que modificaram o PDMS com grupos funcionais compatíveis com os metais a serem adsorvidos. Por exemplo, benzimidazol e imidazol para adsorção de Cu (II) em meio aquoso (Pissetti *et al.*, 2014), grupos tiol ou sulfônico para adsorção de íons Cd (II) em meio etanólico (Silva *et al.*, 2014) e a modificação de carvão ativado com PDMS funcionalizado com grupo amino para íons césio presentes em resíduos nucleares (Fortunã *et al.*, 2018).

### 2.3 REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM CAPACIDADE DE ADSORÇÃO DE METAIS

A atividade industrial tem contribuído muito para o aumento significativo de íons metálicos nos efluentes, desse modo, os efluentes oriundos dessas fábricas, apresentam composição química bastante complexa, contendo compostos orgânicos e inorgânicos. Atualmente, o método mais utilizado para o tratamento de efluentes com alta carga orgânica é o método biológico. No entanto, a presença de compostos inorgânicos presentes, também, nesses efluentes pode inibir este processo (Siddeeg *et al.*, 2020; Velarde *et al.*, 2023).

O tratamento clássico para este tipo de efluentes, contendo metais tóxicos, envolve processos de precipitação, troca iônica, adsorção e extração por solventes. Sendo a precipitação química o método mais utilizado, que pode ser realizada pela adição de uma base (geralmente hidróxido de cálcio), formando produtos insolúveis sob a forma de hidróxidos e óxidos. Processos subsequentes como, sedimentação e filtração, são necessários para se obter a água tratada. Contudo, estas técnicas tradicionais são inadequadas para descontaminação de grandes volumes de efluentes contendo íons metálicos em baixas concentrações (Mohammadi *et al.*, 2005).

Diante de uma política ambiental cada vez mais severa, na qual busca-se um estabelecimento de padrões de concentrações cada vez menores, as indústrias estão buscando por processos que visam a menor geração ou remoção de elementos tóxicos de seus efluentes. Como os métodos clássicos são ineficientes, métodos alternativos vêm sendo investigados, dentre os quais, o uso de polímeros adsorventes, que promovem a retenção seletiva e reversível de cátions metálicos se destaca (Masini; do Nascimento; Vitek, 2021; Zhao *et al.*, 2021).

## 2.4 ADSORÇÃO

A adsorção é um fenômeno de superfície, sendo um tratamento físico-químico, na qual um material sólido irá retirar moléculas específicas presentes em um gás ou em um líquido. A remoção dessas moléculas se dá por interações físicas e/ou pelas interações químicas (Almeida *et al.*, 2016).

A adsorção física ou de Van der Waals é aquela que não é específica e ocorre por forças de repulsão e dispersão, além de ser facilmente reversível. Seus valores de energia estão na ordem de  $2,1 - 20,9 \text{ KJ.mol}^{-1}$ . Já adsorção química envolve interações específicas, pois as interações são bem direcionadas. E seus valores de energia de adsorção estão próximo daqueles em que ocorre a formação de ligações químicas,  $20,9 - 418,4 \text{ KJ.mol}^{-1}$  (Ma *et al.*, 2009; Teixeira *et al.*, 2001).

Tendo em vista os problemas ambientais causados pelos resíduos industriais, em específico, os metais tóxicos, observa-se uma procura por tecnologias eficientes que possam adsorver estes metais com a finalidade de purificar a água.

O tratamento clássico de efluentes que contém metais tóxicos envolve técnicas físico-químicas, como precipitação química, troca iônica, filtração por membrana, coagulação-floculação, flotação, métodos eletroquímicos e adsorção. O método mais utilizado é a precipitação química que pode ser feita, por exemplo, pela adição de uma base (geralmente

hidróxido de cálcio) ao efluente, de modo que haja a formação de produtos insolúveis sob a forma de hidróxidos e óxidos. Processos subseqüentes de sedimentação e filtração são então realizados para que, posteriormente, a água tratada possa ser recuperada (Barczak *et al.*, 2014; Velarde *et al.*, 2023).

Além disso, estas técnicas, com exceção da adsorção, são inadequadas para a descontaminação de grandes volumes de efluentes contendo íons metálicos em baixa concentração, devido a baixa eficiência operacional e aos elevados custos de extração resultante deste processo (Han *et al.*, 2014; Pissetti *et al.*, 2014).

Desse modo, a técnica de adsorção é a que tem se mostrado promissora para o tratamento de efluentes contendo metais tóxico devido suas vantagens, como alta eficiência, facilidade operacional, boa estabilidade, seletividade, baixo custo, dentre outras (Han *et al.*, 2014; Kim *et al.*, 2022; Muharrem *et al.*, 2017).

Um dos adsorventes mais utilizado é o carvão ativado, isso se deve às suas propriedades únicas, como sua elevada área superficial e seu alto grau de porosidade (Husien *et al.*, 2022). Outros materiais têm sido estudados como possíveis adsorventes como zeólitas (Mo *et al.*, 2022; Medykowska *et al.*, 2022), quitosanas (Zhang *et al.*, 2021; Jiang *et al.*, 2022), biochars (Xu *et al.*, 2022; Liu e Zhang *et al.*, 2022), argilas, celulose a nanomateriais, como o grafeno e seus subprodutos (Siyal *et al.*, 2018; Hong *et al.*, 2019; Nurain Ahmad *et al.*, 2020). No entanto, esses materiais apresentam algumas desvantagens como, baixa capacidade de adsorção, interações relativamente fracas com o íon metálico, dificuldades na separação e regeneração do material (Samiey *et al.*, 2014; Li *et al.*, 2014). Já no caso do carvão ativado, suas limitações envolve a baixa acessibilidade a precursores renováveis, além desses materiais serem considerados caros e possuírem uma baixa capacidade de regeneração (Jawad *et al.*, 2021; Piaskowski *et al.*, 2018).

Como a recuperação de íons metálicos a partir de soluções diluídas utilizando métodos clássicos é ineficiente, métodos alternativos vêm sendo investigados, dentre os quais destaca-se aqueles que usam polímeros adsorventes com grupos funcionalizados, pois estes apresentam bom desempenho, viabilidade econômica e eleva a seletividade pelo íon metálico, bem como a capacidade adsortiva do material (Pissetti *et al.*, 2014; Caviedes *et al.*, 2015; Hokkanen *et al.*, 2014; Zhao *et al.*, 2021).

Na literatura, encontra-se diversos materiais funcionalizados com características de adsorção de íons metálicos como, quitosana (Lima; Abreu, 2020), celulose (Hokkanen *et al.*, 2014), sílica (Dolatyari *et al.*, 2016), zeólitas (Fardmousavi; Faghihian, 2014), dentre outros.

## 2.5 METAIS TÓXICOS

Os metais são divididos em três classes, são elas, metais essenciais, metais tóxicos e metais sem funções específicas ou definidas. Os metais pesados são aqueles pertencentes a classe dos metais tóxicos e estes são considerados os principais poluentes inorgânicos, pois apresentam resistência e persistência no meio ambiente, além de possuírem alta toxicidade e podem acumular na cadeia alimentar. Sendo assim, o despejo incorreto deste rejeito em águas naturais representa riscos ambientais e à saúde pública (Monteiro, 2009).

Um exemplo desses metais pesados é o cobre, o qual é encontrado na natureza sob sua forma de minerais, ou seja, como calcocita ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ), calcopirita ( $\text{CuFeS}_2$ ) e malaquita ( $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$ ) (Rocio *et al.*, 2012).

O cobre é um metal essencial na vida dos seres vivos, atua no organismo como um cofator de diversas enzimas celulares, prevenindo algumas doenças, como a anemia, doenças ósseas, danos celulares, dentre outras doenças (Rodrigues; Silva; Guerra, 2012). No entanto, quando presente em altas concentrações ( $> 5 \text{ mg.L}^{-1}$ ), pode ocasionar algumas doenças, em específico, a doença de Wilson, uma alteração na proteína que realiza o transporte do cobre, que se acumula no fígado, sistema nervoso central, córneas e rins, gerando demências, distúrbios neuropsiquiátricos e alterações nas funções renais e cardíacas (Sócio *et al.*, 2010). Diante desta problemática, é de extrema importância utilizar um material que seja capaz de retirar os íons cobre das águas residuais (Ko *et al.*, 2013).

Pensando nisso, funcionalizou-se a esponja polimérica com o grupo amino, pois, segundo a teoria de Pearson, este grupo possui uma seletividade em se ligar covalentemente a íons metálicos, como cobre, chumbo, cádmio, cobalto, dentre outros (Pearson, 1963).

Para adsorção de cobre, na literatura, foi reportado alguns trabalhos de materiais funcionalizados com grupo amino como, sílica gel modificada com 3-aminopropiltriétoxissilano (Taleb *et al.*, 2024), nanopartículas magnéticas (Olawade *et al.*, 2024), óxidos de grafeno (Vishwakarma *et al.*, 2023), compósitos de MOFs (Yang *et al.*, 2024), além de outros materiais, como biopolímeros e celulose.

### 3 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho foi sintetizar uma rede polimérica à base de PDMS funcionalizada com grupo amino contendo em sua matriz dióxido de titânio para ser utilizado na adsorção de metais, usando como modelo, o metal cobre.

Os objetos específicos estão listados a seguir:

- a. Sintetizar a rede polimérica à base de PDMS funcionalizado com grupo amino (-NH<sub>2</sub>) contendo dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>).
- b. Caracterizar a rede polimérica obtida utilizando técnicas adequadas para compreender suas propriedades físicas e químicas, tais como:
  - i. Análise Termogravimétrica (TGA);
  - ii. Espectroscopia de Infravermelho (FTIR);
- c. Avaliar a capacidade adsortiva de metais em soluções aquosas por isotermas de adsorção, com auxílio da técnica espectroscópicas Ultravioleta-visível (UV-vis).

## 4 METODOLOGIA

A metodologia foi dividida em três partes: preparação da rede polimérica funcionalizada com grupo amino contendo dióxido de titânio, caracterização dessas redes e, por fim, estudos de adsorção de cobre em meio aquoso.

O Quadro 1 apresenta todos os reagentes e solventes utilizados para a síntese da rede polimérica, bem como seus fabricantes.

Quadro 1 – Reagentes e solventes utilizados na síntese e seus fabricantes.

Reagentes	Fabricantes
3 – aminopropiltrimetoxisilano (APTMS)	Sigma- Aldrich
Dibutildiacetato de estanho	Sigma- Aldrich
Dióxido de Titânio P25 (IV)	Evonic
Etanol	Synth
Poli(dimetilsiloxano) (PDMS) 65	Sigma- Aldrich

Fonte: Dos autores.

Todos os reagentes utilizados apresentam pureza analítica e foram utilizados sem qualquer tipo de purificação ou preparação prévia.

Para o estudo da capacidade adsortiva do material, utilizou-se o sal de cloreto de cobre ( $\text{CuCl}_2$ ) do fabricante Vetec. As soluções de cobre foram preparadas utilizando água destilada em temperatura ambiente.

### 4.1 PREPARAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO

A reação de policondensação foi feita pela mistura de PDMS com terminação  $-\text{OH}$  e um silano contendo grupo funcional amino para que haja a funcionalização da superfície do PDMS tornando-a menos hidrofóbica, isso ocorre devido as características do grupo funcional.

A síntese foi feita adicionando dióxido de titânio, PDMS, APTMS, solvente (etanol) e, por fim, o catalisador, todos juntos em um béquer de Teflon<sup>TM</sup>, sem nenhum tratamento prévio dos reagentes. Em seguida, deixou-se essa mistura mantida sob agitação de 600 a 800 rpm, por aproximadamente 50 minutos, até que fosse visível o aumento da viscosidade da mistura reacional.

A denominação da rede segue a ordem de inserção dos reagentes, bem como a proporção massa/massa do PDMS com relação ao dióxido de titânio, desse modo, a rede foi denominada DPAC – 0,500. A proporção, relação m/m, da quantidade de reagentes adicionados para a preparação da rede está descrita na Tabela 1.

Tabela 1 - Proporção, em massa, dos reagentes utilizados na síntese da rede polimérica.

	Dióxido de titânio (g)	PDMS (g)	APTMS (g)	Solvente (g)	Catalisador (g)
DPAC – 0,500	0,5	1,0	0,25	1,0	0,01

Fonte: Dos autores.

Após observar o aumento da viscosidade, a mistura foi vertida para uma placa de Teflon™ e colocada em estufa a 80°C por 24 horas. A etapa seguinte foi a lavagem do material, a qual foi feita com água destilada a temperatura ambiente.

Após a lavagem, a secagem foi feita em estufa a vácuo a 60° C por 48h. Ao final, o material estava pronto para ser caracterizado pelas técnicas acima mencionadas e aplicado para estudar sua capacidade adsortiva frente ao íon cobre (Cu<sup>2+</sup>) em solução aquosa.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO

A caracterização da rede foi feita utilizando Análise Termogravimétrica (TGA) para determinar sua estabilidade térmica e nível de reticulação. Enquanto a caracterização da estrutura molecular foi feita a partir da análise dos modos vibracionais relacionados aos grupos funcionais presentes no material por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier utilizando a técnica de Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR).

### 4.2.1 Espectroscopia na região do infravermelho

A rede polimérica sintetizada foi analisada em um espectrofotômetro de marca Thermo Scientific™, modelo Nicolet™ iS™50 FTIR Spectrometer, módulo de Refletância Total Atenuada (ATR). As medidas foram realizadas com resolução de 4 cm<sup>-1</sup>, 32 scans por amostra, em uma faixa de varredura de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. As medidas foram realizadas no Laboratório de Análise e Caracterização de Fármacos (LACFar), localizado na Universidade Federal de Alfenas- UNIFAL- MG.

#### 4.2.2 Análise Termogravimétrica

A análise termogravimétrica foi realizada no Laboratório Interdisciplinar de Química (LABIQ) na Unifal-MG. O equipamento utilizado foi da marca T. A. Instruments modelo Q600. As medidas foram realizadas utilizando cadinho de alumina, com uma massa inicial em torno de 10 mg, sob um fluxo contínuo ( $100 \text{ mLmin}^{-1}$ ) de nitrogênio, com razão de aquecimento de  $20^\circ \text{C min}^{-1}$  numa faixa de temperatura de 20 a  $1100^\circ \text{C}$ .

#### 4.2.3 Espectroscopia na região do Ultravioleta-visível (UV-vis)

Para determinar a concentração das soluções de cobre após as isotermas de concentração, utilizou-se um espectrofotômetro ultravioleta – visível com varredura de 500 a 700 nm em um equipamento Thermo Scientific™ Evolution 60S UV-Visible Spectrophotometer, em cubeta de quartzo. As medidas foram realizadas no Laboratório de Química Geral na UNIFAL –MG.

#### 4.3 ESTUDOS DE ADSORÇÃO

Para estudar a aplicação do material, ou seja, sua capacidade adsorptiva foram obtidas isotermas de concentração com soluções de cobre em diferentes concentrações, entre  $0,5 \text{ mmolL}^{-1}$  e  $7,0 \text{ mmolL}^{-1}$ . A partir de uma solução estoque de  $1,0 \times 10^{-2}$ , preparou-se as soluções a serem utilizadas no teste. As concentrações utilizadas foram:  $0,5 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $1,0 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $1,5 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $2,0 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $2,5 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $3,0 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $4,0 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $5,0 \text{ mmolL}^{-1}$ ,  $6,0 \text{ mmolL}^{-1}$  e  $7,0 \text{ mmolL}^{-1}$ .

Para realizar as isotermas, utilizou-se 10 erlenmeyers e, em cada um, foram adicionados cerca de 50 mg do material e 50 mL de cada solução preparada na faixa entre  $0,5 \text{ mmol.L}^{-1}$  e  $7,0 \text{ mmol.L}^{-1}$ .

Os erlenmeyers foram levados para um banho-maria, com temperatura de  $28^\circ \text{C}$ , e agitação fraca, em uma faixa de 350 a 450rpm, durante 72 horas, ou seja, 3 dias. Após este tempo, retirou-se alíquotas de 2 mL de cada solução e fez-se a leitura no espectrofotômetro UV-vis. Por fim, calculou-se as concentrações no equilíbrio e os números de mols tanto do início quanto do final.

A quantidade de cobre adsorvido na superfície da rede, em meio aquoso, será determinada matematicamente pelo valor da capacidade específica de adsorção ( $N_f$ ) (PISSETTI et al., 2014b):

$$N_f = \frac{(n_i - n_s)}{m}$$

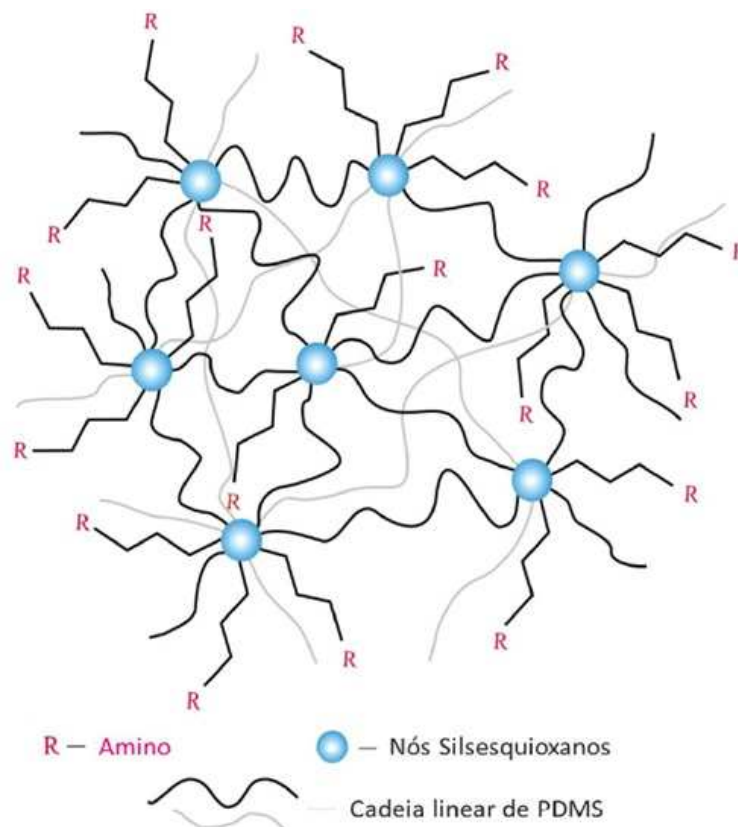
sendo que  $n_s$  é o número de mols do metal no equilíbrio (mol),  $n_i$  é o número de mols inicial do metal na solução (mol) e  $m$  é a massa do adsorvente (g).

## 5 RESULTADO E DISCUSSÃO

### 5.1 PREPARAÇÃO DA REDE POLIMÉRICA FUNCIONALIZADA COM GRUPO AMINO CONTENDO DIÓXIDO DE TITÂNIO

A preparação da rede polimérica funcionalizada contendo dióxido de titânio foi realizada em ambiente aberto, tendo contato com a umidade do ar, pois a umidade auxilia na hidrólise dos grupos alcoxilanos, gerando os silanóis (Si-OH), os quais irão se condensar para formar a rede tridimensional ligada por nós (“clusters”) de silsesquioxanos (Rozenberg; Nishio; Steiner, 1999). Uma ilustração da estrutura idealizada está representada na Figura 4.

Figura 4 – Estrutura idealizada da rede tridimensional.



Fonte: Dos autores.

Todos os reagentes necessários foram adicionados um em seguida do outro, ou seja, adicionou-se dióxido de titânio, PDMS, APTMS, solvente e o catalisador, nesta ordem. Com exceção do dióxido de titânio, que era sólido, todos os demais eram líquidos. Quando todos foram adicionados, inicialmente, observou-se uma solução líquida, um pouco pastosa que, com

o passar do tempo, foi se tornando uma solução mais densa. Por fim, quando o agitador magnético não conseguia mais agitar a solução, devido ao aumento da viscosidade da mistura, percebeu-se que os grupos silanóis começaram a se condensar, pois o aumento da densidade desta é um indício da condensação dos grupos silanóis, ou seja, começo da reticulação.

Em seguida, esta solução densa foi transferida para uma placa de petri de teflon e colocada em estufa a 80°C por 24 horas (Figura 5).

Figura 5 – Mistura viscosa entre os reagentes.

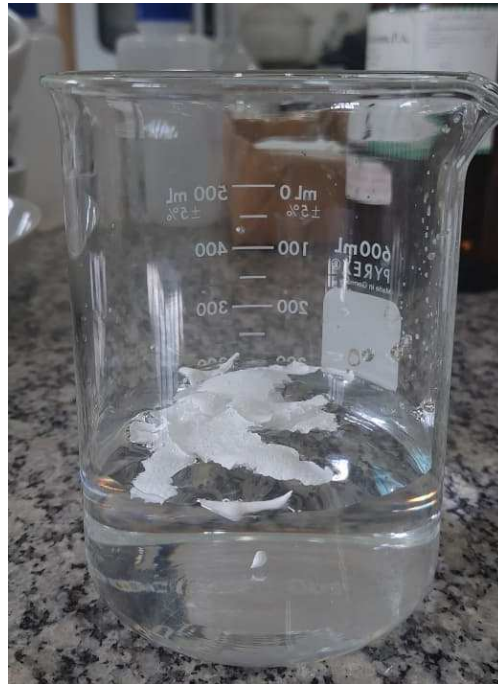


Fonte: Dos autores.

Esta etapa é necessária para realizar a cura, ou seja, a completa condensação dos grupos silanóis, formando a rede polimérica. Ao final dessas 24 horas, notou-se um material sólido e homogêneo.

Após esta etapa da cura, realizou-se a lavagem do material por 12 dias com água destilada em temperatura ambiente, como mostra a Figura 6. Esta etapa de lavagem é importante, pois visa eliminar impurezas e resquícios de reagentes que não haviam sido reticulados, ou seja, etapa que purifica o material.

Figura 6 – Lavagem do material.



Fonte: Dos autores.

No final desses 12 dias, o material foi colocado em estufa a vácuo a 60°C por 48 horas, com a finalidade de retirar toda a umidade adquirida no processo de lavagem, restando a rede polimérica funcionalizada contendo dióxido de titânio.

Por fim, o material final apresentava uma textura de borracha em formas de filme, uma estrutura sólida e homogênea e de coloração branca (Figura 7).

Figura 7 – Material final.



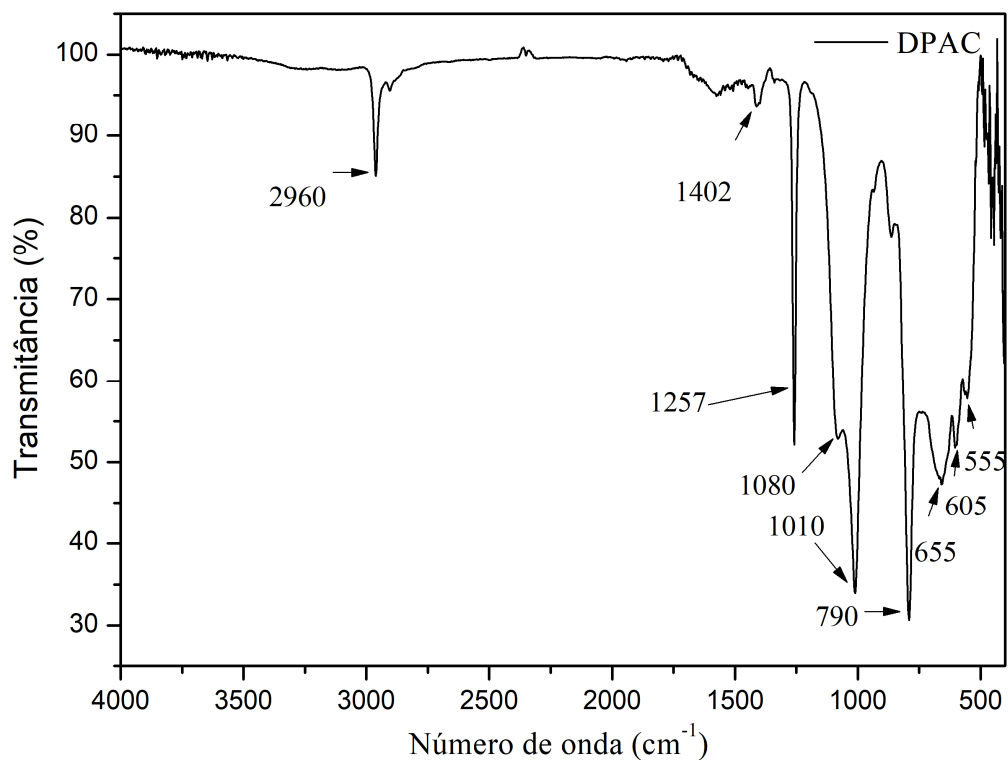
Fonte: Dos autores.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO

### 5.2.1 Espectroscopia na região do infravermelho

A Figura 8 apresenta o espectro obtido para a rede polimérica funcionalizada com grupo amino contendo dióxido de titânio.

Figura 8 – Espectroscopia na região do infravermelho.



Fonte: Dos autores.

Ao observar o espectro, pode-se notar uma banda em  $2960\text{ cm}^{-1}$ , a qual está atribuída ao modo de vibração do estiramento assimétrico e simétrico da ligação C-H em  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$  (Bruni *et al.*, 1999).

A banda em  $1402\text{ cm}^{-1}$  refere-se ao grupo amino (N-H), ou seja, a deformação angular deste grupo. A baixa intensidade está relacionada à menor concentração de APTMS na amostra em relação ao PDMS (Peña Alonso; Rubio; Rubio, 2005).

Em  $1257\text{ cm}^{-1}$  e  $790\text{ cm}^{-1}$  estão atribuídas as deformações das ligações Si-C do grupo  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ , referente a deformação simétrica  $\text{CH}_3$  e  $\text{CH}_3$  “rocking” em  $\text{Si}-\text{CH}_3$ , estas bandas indicam que o PDMS está ligado covalentemente nas estruturas das redes poliméricas. Já as bandas em  $1080\text{ cm}^{-1}$  e  $1010\text{ cm}^{-1}$ , correspondem as vibrações das ligações Si-O-Si, sendo os

estiramentos simétricos e assimétricos respectivamente (Lancastre *et al.*, 2012; Zhang *et al.*, 2010).

Por fim, as bandas localizadas entre  $500\text{ cm}^{-1}$  e  $655\text{ cm}^{-1}$  são características do dióxido de titânio e estão relacionadas às vibrações Ti-O e Ti-O-Ti (Fleaca *et al.*, 2015).

A tabela 2 mostra os valores obtidos, bem como suas intensidades.

Tabela 2 – Principais atribuições de FTIR e suas intensidades.

Grupo funcional	Tipo de vibração	Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensidade
C-H	Estiramento assimétrico	2960	Médio
N-H	Deformação angular simétrica em $\text{NH}_2$	1402	Fraca
$\text{Si}(\text{CH}_3)_2$	Deformação angular simétrica	1257 e 790	Forte
Si-O-Si	Estiramento vibracional	1080 e 1010	Forte
Ti-O e Ti-O-Ti	Estiramento vibracional assimétrico	655 e 500	Médio

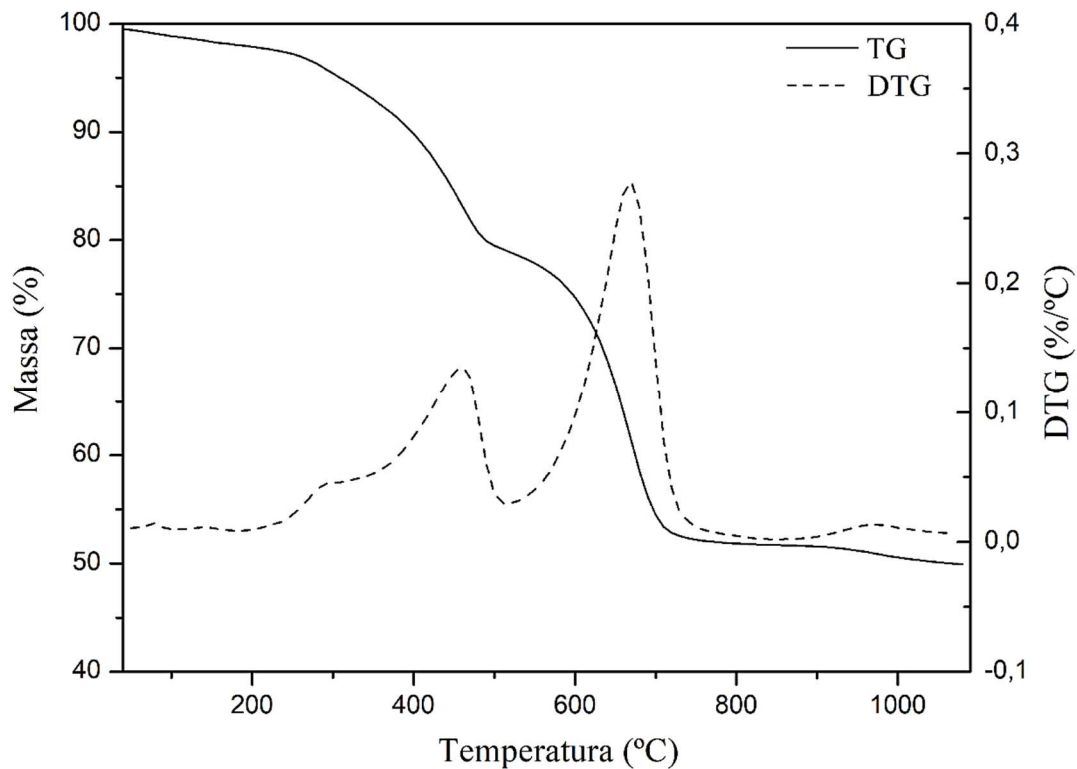
Fonte: Dos autores.

### 5.2.2 Análise termogravimétrica

Foi realizada a análise termogravimétrica do material para verificar sua estabilidade térmica e perfil de decomposição.

A Figura 9 mostra tanto a curva termogravimétrica quanto a DTG do material.

Figura 9 – Curva termogravimétrica e DTG do material.



Fonte: Dos autores.

Ao analisar a curva termogravimétrica Figura 9, pode-se observar três perdas de massa conforme a temperatura aumenta. A primeira perda de 3,35% até 220°C, não tão significativa, está associada a liberação de água e solventes do material. Na faixa de temperatura de 300°C a 700°C, uma perda de 48,37% da sua massa inicial, está relacionado a decomposição do PDMS, produzindo oligômeros cíclicos voláteis e a decomposição de suas cadeias laterais (Chuang *et al.*, 2008). Por fim, o resíduo gerado foi de 51,63%, observando que não ocorreu a degradação do dióxido de titânio até a temperatura estudada de 1100°C (Yang *et al.*, 2015). Considerando que a massa adicionada de TiO<sub>2</sub> foi de aproximadamente 30%, o resíduo proveniente da decomposição do PDMS é de aproximadamente 21%, o que indica que ocorreu um alto grau de reticulação na preparação da rede polimérica.

De acordo com o gráfico da DTG consegue-se observar esta decomposição do PDMS pelos dois picos observados. O primeiro pico refere-se à primeira decomposição da cadeia do PDMS, formando os oligômeros cíclicos voláteis, em aproximadamente, 460°C. Já o segundo pico, em 670°C, está associado à degradação do restante da cadeia, incluindo cadeias laterais e fragmentos de maior densidade de reticulação (Camino *et al.*, 2001, 2002). Portanto, pode-se observar um alto grau de reticulação, devido a quantidade de resíduo gerado.

### 5.3 ESTUDO DE ADSORÇÃO

Antes de realizar o teste de adsorção, foram preparadas as soluções padrões (Figura 10) Para isso, calculou-se os volumes a serem retirados da solução estoque, a qual tinha concentração de  $1,0 \times 10^{-2} \text{ molL}^{-1}$  ou  $10 \text{ mmolL}^{-1}$ . Em seguida, calculou-se o número de mol inicial de cada solução padrão, e mediu-se suas absorvâncias no espectrofotômetro (Quadro 2), obtendo a curva analítica (Figura 11).

Figura 10 - Soluções padrões.



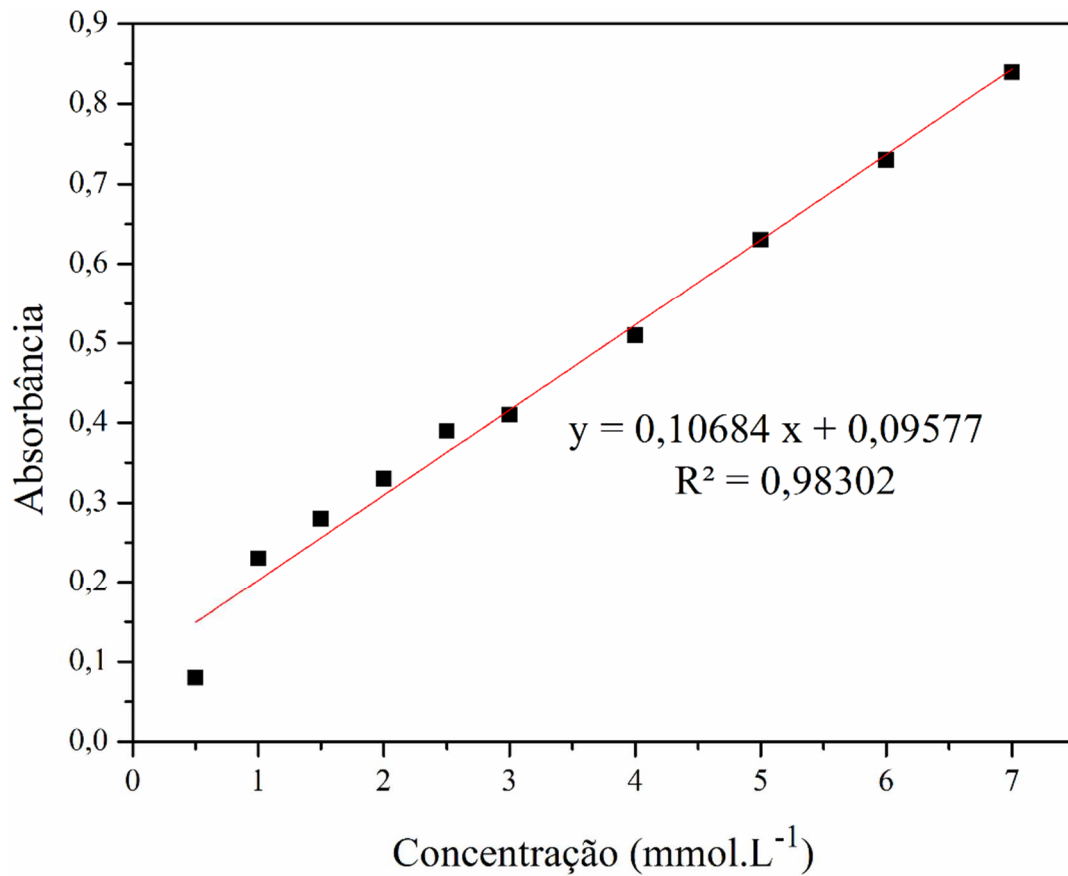
Fonte: Dos autores.

Quadro 2 - Volumes, absorvâncias e número de mol inicial para soluções padrões.

Concentração padrão ( $\text{mmolL}^{-1}$ )	Volume (mL)	Absorvâncias	Mol inicial (mmol)
0,5	5,0	0,08	0,025
1,0	10,0	0,23	0,050
1,5	15,0	0,28	0,075
2,0	20,0	0,33	0,100
2,5	25,0	0,39	0,125
3,0	30,0	0,41	0,150
4,0	40,0	0,51	0,200
5,0	50,0	0,63	0,250
6,0	60,0	0,73	0,300
7,0	70,0	0,84	0,350

Fonte: Dos autores.

Figura 11 - Curva analítica.



Fonte: Dos autores.

A curva analítica construída a partir das soluções padrão apresentou uma adequada linearidade, permitindo a quantificação das concentrações no equilíbrio e o cálculo dos valores de capacidade de adsorção ( $q_e$ ). A equação da reta obtida foi:  $y = 0,1068x + 0,0958$ .

Seguindo as condições de aplicação para adsorção do trabalho de Giusto, Pissetti (2021), deixou-se os materiais em contato com a solução de cobre com pH igual a 5,5, durante três dias, atingindo a saturação do material. Após este tempo, foi observado que o material apresentou coloração azul e a solução ficou mais transparente quando comparada com a solução inicialmente preparada (Figura 12).

Figura 12 – Material e solução após a adsorção.



Fonte: Dos autores.

Da solução com aparência mais límpida, retirou-se alíquotas e realizou-se a leitura no espectrofotômetro UV-vis, medindo as absorvâncias e calculando o número de mol final de cada solução, fez-se isso substituindo os valores de absorvância na equação da reta obtida. Os resultados estão indicados na Quadro 3:

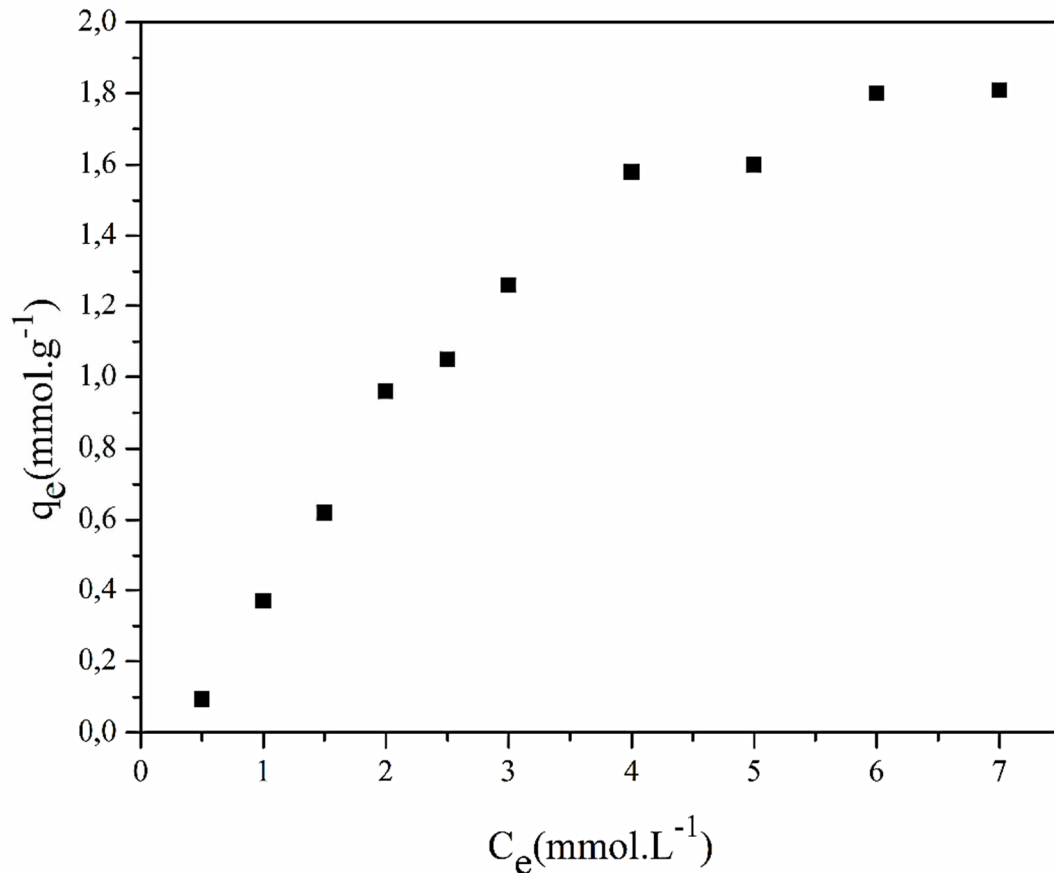
Quadro 3 - Absorvâncias e número de mol obtidos.

Concentração (mmol/L)	Absorvância	Número de mol final (mmol)
0,414	0,14	0,021
0,601	0,16	0,030
0,788	0,18	0,040
0,976	0,20	0,049
1,35	0,24	0,067
1,63	0,27	0,082
2,28	0,34	0,114
3,22	0,44	0,161
3,97	0,52	0,200
5,00	0,63	0,250

Fonte: Dos autores.

Diante dos valores de mol inicial e final, aplicou-se na fórmula:  $N_f = \frac{(n_i - n_s)}{m}$  e calculou-se o qe. A Figura 13 apresenta a adsorção de Cu(II) em função da concentração de cobre em equilíbrio na solução ao final do tempo de adsorção, cuja variação foi de 0,5 a 7,0 mmolL<sup>-1</sup>.

Figura 13 - Teste de adsorção.



Fonte: Dos autores.

A partir dos resultados obtidos experimentalmente, observou-se um caráter típico de isoterma de adsorção, com duas regiões definidas: uma fase inicial linear crescente e uma segunda fase com a região de saturação. A primeira região indica a adsorção progressiva dos íons cobre no grupo amino e a segunda indica uma região de saturação em concentrações mais elevadas, sugerindo o preenchimento completo dos sítios ativos, ou seja, dos grupos aminos disponíveis.

Com o teste de adsorção realizado foi demonstrado que o  $q_e$  aumentou gradualmente, no entanto, próximo a  $1,8 \text{ mmol.g}^{-1}$ , nota-se que o sistema se aproxima do equilíbrio, caracterizando o limite de saturação do material.

Ao comparar com os resultados apresentados por Giusto, Pissetti (2021), nota-se uma semelhança no comportamento de ambos os materiais. Em ambos os casos, a curva exibe um crescimento inicial seguido por uma estabilização em altas concentrações. No estudo da autora, o valor máximo de  $q_e$  obtido foi  $2,45 \text{ mmol.L}^{-1}$ , enquanto no presente trabalho o valor máximo obtido foi de  $1,8 \text{ mmol.L}^{-1}$ . Essa diferença pode estar atribuída a fatores como a natureza e diferenças estruturais entre os materiais, provavelmente pela presença de dióxido de titânio que

diminui a disponibilidade de grupos aminos na superfície da rede polimérica. E, também, pela presença de poros no material da autora citada, os quais facilitam o contato do metal com grupo amino no material.

Por fim, a respeito da capacidade adsortiva do material, pode-se concluir que o presente material apresenta boa capacidade adsortiva, sendo uma opção para aplicação ambiental, tratamento de efluentes contendo metais tóxicos.

## 6 CONCLUSÃO

O presente trabalho apresentou a síntese de uma rede polimérica à base de PDMS funcionalizado com grupo amino contendo dióxido de titânio em apenas uma etapa, ou seja, todos os reagentes foram adicionados juntos, sem nenhum tratamento prévio.

Os dados da espectroscopia na região do infravermelho mostraram as bandas características do PDMS, bem como do grupo amino e do dióxido de titânio, sugerindo que, a rede polimérica foi sintetizada conforme o planejado.

Com a análise termogravimétrica, foi possível verificar a estabilidade térmica da rede, bem como o grau de reticulação da rede polimérica.

Por fim, ao realizar o teste de adsorção, observou-se que o material apresenta capacidade adsortiva de  $1,84 \text{ mmol.g}^{-1}$ . Isto significa que a maior parte dos sítios ativos disponíveis foi ocupado, aproximando de um valor limite prático. Além disso, a rede polimérica apresenta uma facilidade na sua remoção do efluente, pois fica superficialmente, desse modo, utilizando peneira ou qualquer outro utensílio semelhante, consegue-se separá-la. Portanto, o material se apresenta como uma boa alternativa para tratamento ambiental.

## REFERÊNCIAS

- AHMAD, I.; KAN, C.; YAO, Z. Reactive Blue-25 dye/TiO<sub>2</sub> coated cotton fabrics with self-cleaning and UV blocking properties, **Cellulose**, [S. l.], v. 26, n. 4, p. 2821–2832, 23 Mar. 2019.
- ALMEIDA, E. J. R. *et al.* **A indústria têxtil no Brasil: Uma revisão dos seus impactos ambientais e possíveis tratamentos para os seus efluentes**. Projeto Qualidade da Água, Boletim das Águas - Ministério Público Federal, Brasília/DF, p. 1 - 18, nov. 2016.
- ARIATI, R. *et al.* Polydimethylsiloxane Composites Characterization and Its Applications: A Review. **Polymers**, v. 13, n. 23, p. 4258, 5 dez. 2021.
- ARKLES, B. Hydrophobicity, Hydrophilicity and Silane Surface Modification. **Gelest Inc**, [S.l.], v. 215, p. 547–1015, 2011.
- ARORA, R. Adsorption of heavy metals—a review. **Materials Today: Proceedings**, [S. l.], v. 18, n. 1, p. 4745–4750, 2019.
- BARCZAK, M. *et al.* Functionalized SBA-15 Organosilicas as Sorbents of Mercury(II), Cadmium(II) and Copper(II). **Glass Physics and Chemistry**, v. 40, p. 41–48, 2014.
- BROOK, M. A. Functional silicone oils and elastomers: new routes lead to new properties. **Chemical Communications**, v. 59, n. 86, p. 12813–12829, 2023.
- BRUNI, S. *et al.* IR and NMR study of nanoparticle-support interactions in a Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> nanocomposite prepared by a Sol-gel method. **Nanostructured Materials**, [S. l.], v. 11, n. 5, p. 573–586, Aug. 1999.
- CAMINO, G.; LOMAKIN, S. M.; LAZZARI, M. Polydimethylsiloxane thermal degradation Part 1. Kinetic aspects, **Polymer**, [S. l.], v. 42, n. 6, p. 2395–2402, Mar. 2001.
- CAMINO, G.; LOMAKIN, S. M.; LAGEARD, M. Thermal polydimethylsiloxane degradation. Part 2. The degradation mechanisms, **Polymer**, [S. l.], v. 43, n. 7, p. 2011–2015, Mar. 2002.

CAVIEDES RUBIO, D. I. *et al.* **Tratamientos para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión. Ingeniería y Región**, 13(1), 73, 2015.

CESAR, A. G. S. *et al.* Educação ambiental: contribuições do ensino superior no desenvolvimento regional sustentável do Vale do Mamanguape/PB. **Revista Educacional Interdisciplinar**, [S. l.], v. 11, p. 25–49, 15 Dec. 2022.

CHECHELSKA, N. A. *et al.* Hydrosilylation of nitrogen-containing organic compounds: Model studies. **Journal of Organometallic Chemistry**, 898, 2019.

CHEN, J. H.; HUANG, Y. H. Efficient adsorption of copper ion from aqueous solution by amino-functioned porous eggshell membrane. **Desalination and Water Treatment**, v. 57, n. 26, p. 12178–12191, 2016.

CHOI, S. J. *et al.* A polydimethylsiloxane (PDMS) sponge for the selective absorption of oil from water. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 3, n. 12, p. 4552–4556, 2011.

CHO, E. *et al.* Characterization of Mechanical and Dielectric Properties of Silicone Rubber. **Polymers**, v. 13, n. 11, p. 1831, 1 jun. 2021.

CHUANG, F.-S. *et al.* Thermal degradation of poly(siloxane-urethane) copolymers. **Polymer Degradation and Stability**, [S. l.], v. 93, n. 10, p. 1753–1761, Oct. 2008.

DEMIREL, G. *et al.* An ab initio study of 3-aminopropyltrimethoxysilane molecule on Si(111)-(1 × 1) surface. **Surface Science**, v. 601, n. 18, p. 3740–3744, 2007.

DONG, Y. *et al.* Preparation and Applications of Polydimethylsiloxane-Based Fluorescent Materials. **Macromolecular Rapid Communications**, v. 44, n. 14, 11 jul. 2023.

DOS SANTOS, M. P. *et al.* Poly(dimethylsiloxane) (PDMS)-schiff base, a new polymeric network and its adsorbent capability for copper ions from ethanol. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 398, p. 1–8, Mar. 2012.

EMIK, S. Preparation and characterization of an IPN type chelating resin containing amino and carboxyl groups for removal of Cu(II) from aqueous solutions. **Reactive and Functional Polymers**, v. 75, p. 63–74, 2014.

**INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE).** *Censo Demográfico 2022: resultados gerais da amostra*. Rio de Janeiro: IBGE, 2023. Disponível em: <https://censo2022.ibge.gov.br/>. Acesso em: 24 out. 2025.

FERRARESI, L. Adsorção de íons mercúrio em uma rede de poli(dimetilsiloxano) funcionalizada com tiol contendo nanopartículas de prata. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, Universidade Federal de Alfenas, Alfenas, 2019.

FLEACA, C. T. et al. Laser oxidative pyrolysis synthesis and annealing of TiO<sub>2</sub> nanoparticles embedded in carbon–silica shells/matrix. **Applied Surface Science**, [S. l.], v. 336, p. 226–233, May 2015.

FORTUNĂ, M. E. et al. Improved physico-chemical properties of mesoporous carbon by functionalization with aminopropyl-polydimethylsiloxane (AP-PDMS), **Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials**, [S. l.], v. 28, n. 6, p. 2275–2287, 30 Nov. 2018.

FLORIO, J.; RAVICHANDRAN, R. Non – tin catalysts: for crosslinkable silane terminated polymers. **CoatingsTech**, [S. l.], p. 46–57, 2016.

GIUSTO, L. A. R.; PISSETTI, F. L. Polydimethylsiloxane amino functionalized sponge for adsorption of copper in water. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, [S. l.], v. 99, n. 1, p. 243–251, 12 July 2021.

GOSH, M. **The future of water treatment: advanced oxidation process**. Disponível em: <https://iwa-network.org/the-future-of-water-treatment-advanced-oxidation-process/>. 2018.

HAN, J. W. et al. Flexible, compressible, hydrophobic, floatable, and conductive carbon nanotube-polymer sponge. **Applied Physics Letters**, v. 102, n. 5, 2014.

HONG, M. *et al.* Heavy Metal Adsorption with Zeolites: the Role of Hierarchical Pore Architecture. **Chemical Engineering Journal**, v. 359, p. 363-372, 2019.

HUSIEN, S. *et al.* Review of activated carbon adsorbent material for textile dyes removal: Preparation, and modelling. **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, p. 100325, 2022.

HU, X. *et al.* Preparation and ablative behaviors of carbon fiber-reinforced polydimethylsiloxane- co -poly(silylene acetylenearyleneacetylene) composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 139, n. 44, 20 nov. 2022.

HU, Z. *et al.* Adsorption of Cu<sup>2+</sup> on amine-functionalized mesoporous silica brackets. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 223, n. 5, p. 2743–2749, 2012.

IBRAHIM, W. A. W. *et al.* Preparation and characterization of a new sol–gel hybrid based tetraethoxysilane-polydimethylsiloxane as a stir bar extraction sorbent materials. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, vol. 58, p. 602–611, 2011.

JAL, P. K. *et al.* Chemical modification of silica surface by immobilization of functional groups for extractive concentration of metal ions. **Talanta**, 62(5): p. 1005-1028, 2004.

JAWAD, A. H. *et al.* High surface area and mesoporous activated carbon from KOH-activated dragon fruit peels for methylene blue dye adsorption: optimization and mechanism study. **Chinese Journal Of Chemical Engineering**, Selangor, v. 32, p. 281-290, abr. 2021.

JIANG, Q. *et al.* Adsorption properties of heavymetals and antibiotics by chitosan from larvae and adult *Trypoxylus dichotomus*. **Carbohydrate Polymers**, 276(118735), 2022.

KALINOVA, R.; MINCHEVA, R.; DUBOIS, PH. Imparting adhesion property to silicone materials. **Reviews of Adhesion and Adhesives**, [S. l.], v. 2, n. 1, p. 30–55, 1 Feb. 2014.

KANNAMBA, B.; REDDY, K. L.; APPARAO, B. V. Removal of Cu(II) from aqueous solutions using chemically modified chitosan. **Journal of Hazardous Materials**, v. 175, n. 1–3, p. 939–948, 2010.

- KIM, G. D. et al. Synthesis and applications of TEOS/PDMS hybrid material by the sol-gel process, **Applied Organometallic Chemistry**, [S. l.], p. 361–372, 1999.
- KIM, S. *et al.* Review of adsorption–membrane hybrid systems for water and wastewater treatment. **Chemosphere**, vol. 286, p. 131916, 2022.
- KO, Y. G. et al. Cu<sup>2+</sup> sequestration by amine-functionalized silica nanotubes. **Journal of Hazardous Materials**, v. 260, p. 489–497, 2013.
- LANCASTRE, J. J. H. et al. Study of PDMS conformation in PDMS-based hybrid materials prepared by gamma irradiation, *Radiation Physics and Chemistry*, [S. l.], v. 81, n. 9, p. 1336–1340, Sept. 2012
- LI, K. et al. Preparation of self-healing superhydrophobic cotton fabric based on silica aerogel for self-cleaning and oil/water separation. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 37, n. 14, p. 2154–2174, 18 jul. 2023a.
- LI, K. et al. Facile fabrication of a robust superhydrophobic/superoleophilic sponge for selective oil absorption from oily water. **RSC Advances**, v. 4, n. 45, p. 23861, 2014.
- LI, S. et al. Functional PDMS Elastomers: Bulk Composites, Surface Engineering, and Precision Fabrication. **Advanced Science**, v. 10, n. 34, 9 dez. 2023b.
- LI, X. *et al.* Porous Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> microcubes derived from metal organic frameworks for efficient elimination of organic pollutants and heavy metal ions. **Chem. Eng. J.** 336, 241e252, 2018.
- LI, Z. Y. et al. Hierarchically macro/mesoporous hybrid silica spheres for fast capture of heavy metal ions. **Materials Letters**, v. 128, p. 140-143, 2014.
- LIMA, J. R. N.; ABREU, F. O. M. S. Produtos naturais utilizados como coagulantes e floculantes para tratamento de águas: uma revisão sobre benefícios e potencialidades. **Revista Virtual de Química**, [S. l.], v. 10, n. 3, p. 709–735, 28 jun. 2018.

LIU, C., ZHANG, H. Modified-biochar adsorbents (MBAs) for heavy-metal ions adsorption: A critical review. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, 10(107393), 2022.

LU, X. et al. Synthesis of poly(aminopropyl/methyl)silsesquioxane particles as effective Cu(II) and Pb(II) adsorbents. **Journal of Hazardous Materials**, v. 196, p. 234–241, 2011.

MA, F. et al. Adsorption behaviors of Hg(II) on chitosan functionalized by amino-terminated hyperbranched polyamidoamine polymers. **Journal of Hazardous Materials**, v. 172, n. 2-3, p. 792-801, 2009.

MALIK, L. A. *et al.* Detection and removal of heavy metal ions: a review. **Environmental Chemistry Letters.**, n. 0123456789, 2019.

MARK, J. E. Some interesting things about polysiloxanes. **Accounts of Chemical Research**, v. 37, n. 12, p. 946–953, 2004.

MARTINELLI, M. et. al. Materiais poliméricos funcionalizados. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, Córdoba, v. 4, n. 4, p. 30-47, 2003.

MASINDI, V.; MUEDI, K. L. Environmental Contamination by Heavy Metals. **Heavy Metals: IntechOpen**, 2018.

MASINI, J. C.; DO NASCIMENTO, F. H.; VITEK, R. Porous monolithic materials for extraction and preconcentration of pollutants from environmental waters. **Trends in Environmental Analytical Chemistry**, v. 29, p. e00112, 1 mar. 2021.

MEDYKOWSKA, M. *et al.* Interaction mechanism of heavy metal ions with the nanostructured zeolites surface –Adsorption, electrokinetic and XPS studies. **Journal of Molecular Liquids**, 357(119144), 2022.

MOHAMMADI, T. et al. Modeling of metal ion removal from wastewater by electro dialysis. **Separation and Purification Technology**, v. 41, n. 1, p. 73–82, jan. 2005.

MONTEIRO, R. A. Avaliação do potencial de adsorção de U, Th, Pb, Zn e Ni pelas fibras de coco. **Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares**, São Paulo, 2009.

MOTAMEDI, E. et al. Efficient removal of various textile dyes from wastewater by novel thermo-halotolerant laccase. **Bioresource Technology**, [S. l.], v. 337, p. 1–10, Oct. 2021.

MO, Z. *et al.* A comprehensive review on the adsorption of heavy metals by zeolite imidazole framework (ZIF-8) based nanocomposite in water. **Chemical Engineering Journal**, 443(136320), 2022.

MUHARREM, I. N. C. E.; INCE, O. K. An overview of adsorption technique for heavy metal removal from water/wastewater: a critical review. **International Journal of Pure and Applied Sciences**, 3(2), 10-19 2017.

NURAIN AHMAD, S. Z. *et al.* Adsorptive removal of heavy metal ions using graphene-based nanomaterials: Toxicity, roles of functional groups and mechanisms. **Chemosphere**, v.248, Artigo 126008, 2020.

OLAWADE, D. B. *et al.* Metal and metal oxide nanomaterials for heavy metal remediation: novel approaches for selective, regenerative, and scalable water treatment. **Frontiers in Nanotechnology**, v. 6, Article 1466721, 2024.

OLIVEIRA, F. *et al.* Inorganic-organic hybrids presenting high basic center content: SBA-15 incorporation, toxic metals sorption and energetic behavior. **Materials Research Bulletin**, 48(3), p. 1045-1056, 2013.

PEARSON, R. G. Hard and Soft Acids and Bases. **Journal of the American Chemical Society**, v. 85, n. 22, p. 3533–3539, 1963.

PEÑA ALONSO, R.; RUBIO, F.; RUBIO, J. The role of  $\gamma$ -aminopropyltriethoxysilane ( $\gamma$ -APS) on thermal stability of TEOS-PDMS ormosils. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, [S. l.], v. 36, n. 1, p. 77–85, 2005.

PIASKOWSKI, K.; ŚWIDERSKA-DĄBROWSKA, R.; ZARZYCKI, P. K. Dye removal from water and wastewater using various physical, chemical, and biological processes.

**Journal of AOAC International**, [S. l.], v. 101, n. 5, p. 1371–1384, 1 Sept. 2018.

PISSETTI, F. L. et al. Metal ions adsorption from ethanol solutions on ethylenediamine-modified poly(dimethylsiloxane) elastomeric network, **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 328, n. 1–3, p. 21–27, Oct. 2008

**Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 328, n. 1–3, p. 21–27, Oct. 2008

PISSETTI, F. L. et al. Synthesis of Poly(Dimethylsiloxane) Networks Functionalized with Imidazole or Benzimidazole for Copper(II) Removal from Water. **Journal of Brazilian Chemical Society**, n. 2, p. 1–7, 2014a.

PISSETTI, F. L. et al. Synthesis of Poly(Dimethylsiloxane) Networks Functionalized with Imidazole or Benzimidazole for Copper(II) Removal from Water. **Journal of Brazilian Chemical Society**, v. 26, n. 2, p. 1–7, 2014b.

RAMESH, B. et al. A review on algae biosorption for the removal of hazardous pollutants from wastewater: Limiting factors, prospects and recommendations. **Environmental Pollution**, [S. l.], v. 327, p. 121572, June 2023.

ROCIO, A. R. et al. Perspectivas atuais da indústria de cobre no Brasil. **BNDES Setorial**, v. 36, p. 397–428, 2012.

RODRIGUES, M. A.; SILVA, P. P.; GUERRA, W. Cobre. **Química Nova na Escola**, v. 34, n. 3, p. 161–162, 2012.

ROZENBERG, M. S.; NISHIO, T.; STEINER, T. Structural and IR-spectroscopic evidence of S–H•••Ph hydrogen bonding in the solid state. **New Journal of Chemistry**, [S. l.], v. 23, n. 6, p. 585–586, 1999.

SAMIEY, B. *et al.* Organic-Inorganic Hybrid Polymers as Adsorbents for Removal of Heavy Metal Ions from Solutions: A Review. **Materials**, v. 7, n. 2, p. 673-726, 2014.

SIDDEEG, S. M. et al. Application of Functionalized Nanomaterials as Effective Adsorbents

for the Removal of Heavy Metals from Wastewater: A Review. **Current Analytical Chemistry**, v. 17, n. 1, p. 4–22, 30 dez. 2020.

SILVA, F. A. B.; FLORENZANO, F. H.; PISSETTI, F. L. Synthesis and characterization of semi-interpenetrating polymer network based on poly(dimethylsiloxane) and poly[2-(dimethylamino)ethyl methacrylate]. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, [S. l.], v. 72, n. 2, p. 227–232, 13 Nov. 2014.

SILVA, F. A. B. Redes poliméricas de poli(dimetilsiloxano) funcionalizadas com grupo tiol ou sulfônico para adsorção de íons cádmio em solução etanólica. **Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade Federal de Alfenas, Alfenas**, 2012.

SIYAL, A. A. *et al.* A review on geopolymers as emerging materials for the adsorption of heavy metals and dyes. **Journal of Environmental Management**, v. 224, p. 327–339, 2018.

SÓCIO, S. de A. *et al.* Doença de Wilson em crianças e adolescentes: diagnóstico e tratamento. **Revista Paulista de Pediatria**, v. 28, n. 2, p. 134–140, jun. 2010.

TALEB, M. A. *et al.* Recent advances in heavy metals uptake by tailored silica-based adsorbents. **Science of the Total Environment**, v. 955, p. 177093, 2024.

TEIXEIRA, V. G. *et al.* Principais Métodos de Caracterização da Porosidade de Resinas à Base de Divinilbenzeno. **Química Nova**, v. 24, n. 6, p. 808-818, 2001.

VELARDE, L. *et al.* Adsorption of heavy metals on natural zeolites: A review. **Chemosphere**, v. 328, p. 138508, 1 jul. 2023.

VISHWAKARMA, R. K. *et al.* Amino-functionalized graphene oxide membranes for efficient separation of Sr<sup>2+</sup> ions. **Journal of Water Process Engineering**, v. 51, Article 103329, 2023.

WANG, J. *et al.* Detailed insights of polydimethylsiloxane (PDMS) degradation mechanism via ReaxFF MD and experiments. **Chemical Engineering Journal**, v. 488, p. 150728, 15 maio 2024.

WANG, Y. et al. Mechanical and thermal degradation behavior of high-performance PDMS elastomer based on epoxy/silicone hybrid network. **Polymer**, v. 236, p. 124299, 30 nov. 2021.

XU, Z. et al. Optimizing pyrolysis temperature of contaminated rice straw biochar: Heavy metal(loid) department, properties evolution, and Pb adsorption/immobilization. **Journal of Saudi Chemical Society**, 26(101439), 2022.

YANG, X. et al. Adsorption of heavy metals from wastewater using reduced graphene oxide@titanate hybrids in batch and fixed bed systems. **BMC Chemistry**, v. 19, Article 72, 2025.

YU, S. et al. Constructing sphere-like cobalt-molybdenum-nickel ternary hydroxide and calcined ternary oxide nanocomposites for efficient removal of U(VI) from aqueous solutions. **Chemical Engineering Journal**, [S.L.], v. 352, p. 360-370, nov. 2018.

ZAMORA-LEDEZMA, C. et al. Heavy metal water pollution: A fresh look about hazards, novel and conventional remediation methods. **Environmental Technology and Innovation**, Elsevier B.V., 1 may 2021a.

ZHANG, X. et al. Hydrogels prepared from polysiloxane chains by end linking them with trifunctional silanes containing hydrophilic groups. **Polymer**, v. 50, n. 23, p. 5414–5421, 2009.

ZHANG, X. et al. Sol–Gel preparation of PDMS/Silica hybrid antireflective coatings with controlled thickness and durable antireflective performance. **The Journal of Physical Chemistry C**, [S. l.], v. 114, n. 47, p. 19979–19983, 2 Dec. 2010.

ZHANG, Y. et al. Research progress of adsorption and removal of heavy metals by chitosan and its derivatives: A review. **Chemosphere**, 279(130927), 2021.

ZHAO, C. et al. Preparation of biochar-interpenetrated iron-alginate hydrogel as a pH-independent sorbent for removal of Cr(VI) and Pb(II). **Environmental Pollution**, v. 287, p. 117303, 15 out. 2021.

ZHOU, L. et al. Durable ER@SiO<sub>2</sub>@PDMS superhydrophobic composite designed by double

crosslinking strategy for efficient oil-water separation. **Polymer**, v. 245, p. 124722, 6 abr. 2022.