

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
GOIÁS

CAMPUS INHUMAS



SÍNTESE DE NANOCOMPÓSITO

MAGNÉTICO: γ -Fe₂O₃/CARVÃO ATIVADO.

Lília Sousa Alves Rodrigues

Inhumas, 02/2021

LÍLIA SOUSA ALVES RODRIGUES

SÍNTESE DE NANOCOMPÓSITO

MAGNÉTICO: γ -Fe₂O₃/CARVÃO ATIVADO.

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao IFGO - Campus Inhumas como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Licenciada em Química.

Orientadora: Profa. Dra. Kely Lopes Caiado

Coorientador: Prof. Dr. Fernando Pereira de Sá

Inhumas, 02/2021

Rodrigues, Lilia Sousa.

R696

Síntese de nanocompósito magnético: γ -Fe₂O₃/carvão ativado

[Manuscrito]. / Lilia Sousa Alves Rodrigues. – – Inhumas: IFG, 2021.

46 f. : il.

Bibliografia.

Orientadora: Profa. Dra. Kely Lopes Caiado

Trabalho de conclusão de curso de graduação em Licenciatura em
Química – IFG/Câmpus Inhumas, 2021.

1. Nanopartícula Magnética. 2. Carvão Ativado. 3. Adsorção.
4. Compósito. 5. Caiado, Kely Lopes. I. Título.

CDD 574

Ficha catalográfica elaborada pela bibliotecária Maria Aparecida Rodrigues de Souza
CRB/1-1497

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás

Câmpus Inhumas – Biblioteca Atena

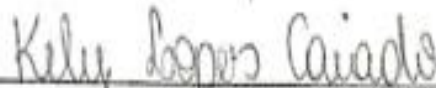
LILIA SOUSA ALVES RODRIGUES

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCOMPÓSITO MAGNÉTICO:

$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CARVÃO ATIVADO}$.

Monografia apresentada à banca examinadora da Coordenação de Licenciatura em Química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás – Câmpus Inhumas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Licenciada em Química.

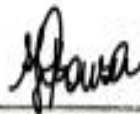
COMISSÃO EXAMINADORA



Prof.^a Dr.^a Profa. Dra Kely Lopes Caiado
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/Câmpus Goiânia - Oeste



Prof. Dr. Fernando Pereira de Sá
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/Câmpus Inhumas



Prof.^a Dr.^a Sônia Júlia Oliveira de Souza
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/Câmpus Inhumas



Prof.^a Dr.^a Elisângela Cardoso de Lima Borges
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás/Câmpus Inhumas

Inhumas, 12 de fevereiro de 2021

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS.....	09
LISTA DE FIGURAS.....	10
LISTA DE TABELAS E QUADROS.....	12
RESUMO	13
ABSTRACT	14
1 INTRODUÇÃO.....	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivo Geral	17
2.2 Objetivos Específicos	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1 Carvão Ativado	18
3.1.1 Produção de Carvão Ativado	18
3.1.2 Propriedades Físico-Químicas dos Carvões Ativados	19
3.2 Corantes	21
3.2.1 Corante Azul Brilhante.....	22
3.3 Nanotecnologia.....	23
3.3.1 Nanopartículas magnéticas (NPM's).....	23
3.3.2 Óxidos de ferro.....	24
3.3.2.1 Magnetita.....	25
3.3.2.2 Maghemita.....	26

3.3.3 Propriedades magnéticas de nanopartículas de magnetita e maghemita.....	28
3.4 Lei de Lambert-Beer.....	29
4 MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 Reagentes	31
4.2 Síntese das Nanopartículas Magnéticas	31
4.3 Curva de Calibração.....	33
4.4 Teste de adsorção dos Nanocompósitos Magnéticos.....	33
4.5 Fotodegradação do Corante e Teste de Reuso do NPM-CA.....	34
4.6 Caracterização	35
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
6 CONCLUSÕES.....	50
7 PERSPECTIVAS FUTURAS.....	52
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
9 ANEXOS	57

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a todas as pessoas que tornaram possível a sua realização, em especial, a minha família.

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente, por sempre me guiar e proteger durante toda a minha vida, dando-me forças para não desanimar, para persistir e por tornar tudo possível;

À minha família, meus pais Jaire e Maria de Lourdes (in memoriam), pelo amor, pela compreensão e pelo apoio, sempre respeitando e incentivando minhas escolhas e decisões;

À minha filha Thaílly, pelo amor e apoio durante estes anos;

Em especial à professora Kely Lopes Caiado, pela orientação deste trabalho, a quem devo grande parte desta vitória. Sou imensamente grata pelo conhecimento e ensinamento que recebi tanto profissional quanto pessoal, pelas oportunidades que me foram dadas nestes anos de trabalho, pelas críticas construtivas, pela paciência nos momentos de dificuldade e por ter acreditado que eu podia chegar até aqui;

À meu coorientador Fernando de Sá, pela coorientação nos trabalhos;

Aos funcionários do IFG-Câmpus Inhumas pela receptividade;

Aos amigos que compõem o curso de Licenciatura em Química que sempre estiveram do meu lado, cujas lembranças ficarão guardadas com carinho em minha memória;

Ao Instituto Federal de Ciência e Tecnologia de Goiás – Câmpus Inhumas pela oportunidade de realizar a minha graduação, e pelos materiais e recursos fornecidos durante o período de pesquisa;

Aos meus colegas de trabalho, pelo apoio durante a realização da minha graduação;

A todas as pessoas que, diretamente ou indiretamente que não constam nesta nota, mas que de alguma maneira contribuíram para a realização deste trabalho.

EPÍGRAFE

Se você quer chegar onde a maioria não chega, faça o que a maioria não faz”.

Bill Gates

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

CM.....	Compósito magnético
CA	Carvão Ativado
AB	Azul Brilhante
NPM's	Nanopartículas magnéticas
NP's	Nanopartículas
NPM/C CA	Nanopartícula magnética isenta de carvão ativado
NPM/S CA	Nanopartícula magnética isenta de carvão ativado
SPM	Superparamagnéticas
λ	Comprimento de onda
Fe_2O_3	Óxido de ferro
$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	Maghemita
UV/Vis	Ultravioleta visível
Mol/L	Concentração da Solução
pH	Potencial Hidrogeniônico
rpm	Rotação por minuto
g	Unidade de medida de massa (grama)
nm	Unidade de medida de comprimento (nanômetro)
mL	Unidade de volume (mililitro)
ppm	Parte por milhão

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Esquema apresentando os diferentes tipos de poros em um sólido quanto à forma: (T) poro de transporte, (A) poro aberto, (F) poro fechado e (G) poro tipo gaiola	20
Figura 2: Estrutura química do corante azul brilhante.....	22
Figura 3: Representação do processo de síntese de óxido de ferro utilizando o método da coprecipitação.....	24
Figura 4: Estrutura cristalina da magnetita.....	26
Figura 5: Estrutura cristalina da maghemita do tipo espinélio inverso.....	27
Figura 6: Sítio octaédrico x sítio tetraédrico da maghemita.....	27
Figura 7: Variação do número de domínios em relação ao tamanho das partículas	29
Figura 8: Fotografia da mistura obtida após a reação de coprecipitação de íons Fe II e Fe III na presença de carvão ativado.....	32
Figura 9: Fotografia do aparato experimental utilizado na fotodegradação do compósito magnético.....	35
Figura 10: Fotografia das NPM-CA antes (foto da esquerda) e após (foto da direita) o teste de adsorção na presença de um ímã	37
Figura 11: Fotografia da solução do corante azul brilhante a 10mg/L, e dos sobrenadantes isolados após os experimentos 1 e 2 do teste de adsorção 1, na sequência da esquerda para a direita	38
Figura 12: Gráfico da curva de calibração analítica do corante azul brilhante.....	39
Figura 13: Espectros UV-	

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Tabela 1: Lista de minérios de ferro e sua porcentagem existente na superfície terrestre	25
Quadro 1: Reagentes utilizados no procedimento experimental	31
Quadro 2: Dados experimentais de absorvância a 631 nm da solução inicial de AB e dos sobrenadantes 1 e 2; valores da concentração de AB calculada para essas amostras; e massa do compósito utilizada nos testes	42
Quadro 3: Valores da eficiência de adsorção percentual em massa (E_f) e da eficiência de adsorção de corante em mol por grama de compósito (E_f) referentes aos experimentos 1 e 2 do teste de adsorção 1.....	42

RESUMO

O presente trabalho refere-se à preparação de compósito constituído por nanopartículas de maghemita impregnadas na superfície de uma matriz de carvão ativado ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$), a partir da coprecipitação dos cátions metálicos Fe^{3+} e Fe^{2+} na presença da matriz. Esse material apresenta importante aplicação na área de despoluição ambiental, podendo ser utilizado na adsorção rápida e seletiva de contaminantes contidos em águas residuárias, e isolado posteriormente por imantação. O compósito $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$ foi utilizado em experimentos de adsorção de corante azul brilhante (AB) em solução aquosa simuladora de água contaminada (10 mg AB/L). Nos experimentos, foi variada a massa de compósito utilizada e os sobrenadantes isolados após o teste de adsorção foram analisados por espectroscopia na região do UV-Vis. A partir dos valores das absorvâncias e lei de Lambert-Beer foi possível calcular a eficiência de adsorção (83 a 100%). Foi realizado um procedimento de fotodegradação de AB em uma amostra de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$, logo após o compósito ter sido utilizado num teste de adsorção, com o intuito de remover o corante adsorvido e avaliar a possibilidade de reuso do mesmo em novos experimentos de adsorção. Entretanto, observou-se eficiência de apenas 73,3%. Em adição, o teste de adsorção com uma amostra de maghemita pura mostrou que o óxido de ferro contribui parcialmente no processo de adsorção de corante (28,1 %), sendo a matriz de CA, o principal material responsável por essa função.

PALAVRAS-CHAVE: Nanopartícula Magnética; Carvão Ativado; Adsorção; Azul Brilhante.

ABSTRACT

The present work refers to the preparation of a composite consisting of maghemite nanoparticles impregnated on the surface of an activated carbon matrix ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$), from the co-precipitation of Fe^{3+} and Fe^{2+} metallic cations in the presence of the matrix. This material has an important application in the area of environmental depollution, and can be used in the rapid and selective adsorption of contaminants contained in wastewater, and later isolated by magnetization. The $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$ composite was used in adsorption experiments of bright blue dye (AB) in a simulated aqueous solution of contaminated water (10 mg AB/L). In the experiments, the mass of composite used was varied and the supernatants isolated after the adsorption test were analyzed by spectroscopy in the UV-Vis region. From the absorbance values and Lambert-Beer law it was possible to calculate the adsorption efficiency (83 to 100%). The AB photodegradation procedure was performed on a $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$ sample, right after the composite was used in an adsorption test, in order to remove the adsorbed dye and evaluate the possibility of its reuse in new experiments of adsorption. However, an efficiency of only 73.3% was observed. In addition, the adsorption test with a raw maghemite sample showed that iron oxide partially contributes to the dye adsorption process (28.1%), with the CA matrix being the main material responsible for this work.

KEYWORDS: Magnetic Nanoparticle; Activated Carbon; Adsorption; Bright Blue Dye.

1 INTRODUÇÃO

A poluição ambiental é considerada um grande desafio para a ciência e requer uma correção imediata. Nesse sentido, o consumo exagerado estimulado pelo capitalismo está diretamente relacionado à degradação ambiental e seus efeitos no meio ambiente, tornando-se um problema mundial. Ao fazer uma abordagem histórica, percebe-se que estão fortemente ligadas à Revolução Industrial (SOUTO, 2018).

A degradação ambiental pode ser vista e observada através da destruição de florestas, erosão do solo, extinção de espécies de animais, utilização de forma descontrolada de recursos naturais renováveis e não-renováveis, dentre outros (SOUTO, 2018).

A preocupação com o meio ambiente trouxe um aumento significativo na busca por materiais adsorventes de baixo custo com o objetivo de diminuir a poluição dos efluentes, sendo que o carvão ativado vem sendo um dos materiais mais utilizados para este fim por apresentar ótimas características adsorventes (PEREIRA, 2008).

São vários os corantes utilizados nas indústrias têxtil, alimentícia, de fabricação de papel e indústria cosmética. Dentre esses, os corantes têxteis são os mais perigosos devido a sua toxicidade e a baixa taxa de degradação (PEIXOTO *et al.*, 2013).

A remoção destes corantes é extremamente importante, devido à alta toxicidade apresentada. Porém, é difícil o tratamento por se tratar de moléculas recalcitrantes, resistentes à digestão aeróbia e estáveis a agentes oxidantes. E quando os efluentes possuem baixas taxas de concentrações de corantes, a remoção se torna complicada, pois são desfavoráveis economicamente, tornando o processo de adsorção uma boa alternativa na remoção de corantes dos efluentes (DOTTO *et al.*, 2011).

A adsorção é um método favorável economicamente quando se usa adsorvente de baixo custo. Com isto, vem sendo desenvolvidos vários estudos

sobre o processo de adsorção de corantes têxteis dos efluentes usando adsorventes de baixo custo (DOTTO *et al.*, 2011).

O carvão ativado é um material bastante utilizado na remoção de poluentes do meio aquoso, pois o mesmo apresenta alta estabilidade química e grande área superficial, fazendo com que o mesmo seja um excelente material adsorvente (CASTRO *et al.*, 2009).

A associação da matriz de carvão ativado com nanopartículas magnéticas resulta na formação de um material nanocompósito com alta estabilidade química, grande área superficial (em média 120-220 m². g), o qual pode ser utilizado na adsorção rápida e seletiva de corantes, com a vantagem de o sólido poder ser rapidamente removido da água a partir da aplicação de um campo magnético externo (DAMASCENO, 2018).

Neste contexto, o presente trabalho contou com estudos realizados sobre o preparo de compósito constituído por uma matriz de carvão ativado impregnada com nanopartículas magnéticas de óxido de ferro e seu uso como material para remoção de corantes em amostras simuladoras de água contaminada.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

- Preparo de compósitos magnéticos constituídos de uma matriz de carvão ativado impregnada com nanopartículas de maghemita.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Síntese de nanopartículas magnéticas de óxido de ferro, com diâmetro médio entre 5 e 10 nm, na presença da matriz de carvão ativado;
- Realizar testes de adsorção do compósito numa solução de corante para avaliar a eficácia do processo de adsorção;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CARVÃO ATIVADO

O carvão ativado (CA) pode ser produzido por uma variedade de materiais carbonosos porosos, possui forma microcristalina e durante a sua produção passa por um processamento que serve para aumentar sua porosidade interna (RAMOS et al, 2009). Esta porosidade é classificada de acordo com o tamanho dos poros que podem ser: macro, meso e microporosidade (CLAUDINO, 2003).

De acordo com Claudino (2003), grande parte dos materiais que possuem alto teor de carbono podem ser ativados. Dentre os precursores utilizados cita as cascas de arroz, coco, nozes, carvão mineral, madeiras, turfas, resíduos de petróleo, ossos de animais, caroço de pêssego, damasco, ameixa, azeitona, grãos de café e vários outros materiais carbonáceos. A maioria desses materiais apresenta um determinado grau de porosidade e área superficial entre 10 e 15 m²/g, podendo essa última ultrapassar 800 m²/g após a ativação.

3.1.1 Produção de Carvão Ativado

A característica adsorvente do CA é resultante de sua alta área superficial e pela variedade de grupos funcionais que existem na sua superfície. Em geral, duas etapas principais envolvem a produção de CA: a carbonização ou pirólise da matéria-prima e a ativação do material carbonizado (RAMOS et al., 2009).

A carbonização é um tratamento térmico denominado pirólise, no qual o precursor sob atmosfera inerte é aquecido a temperatura, geralmente acima de 473 K. Nesta etapa, ocorre a liberação de componentes voláteis e gases leves como CO, H₂, CO₂ e CH₄, e produz carbono poroso, o que favorece a sua

posterior ativação. Na ativação, são retirados componentes como o alcatrão e outros resíduos orgânicos que podem obstruir os poros. Essa etapa ocorre sempre após a carbonização ou pirólise, aumentando a porosidade do carvão (RAMOS *et al.*, 2009).

A ativação do CA pode ser por processos físicos, químicos ou pela combinação de dois métodos. A ativação física é um processo que consiste na carbonização e a posterior ativação em temperaturas elevadas que variam entre 800 °C a 1100 °C e utilizam as propriedades de alguns gases oxidantes como vapor d'água, monóxido de carbono ou dióxido de carbono. Já a ativação química, consiste na impregnação do material que ainda será carbonizado com agentes desidratantes, como hidróxido de sódio, e ocorre em atmosfera inerte, sob temperaturas entre 400 °C a 900 °C (RAMOS *et al.*, 2009).

Enquanto a ativação física produz estruturas de poros tipo fenda com pequenas dimensões na escala de microporos cujas dimensões são menores que 2 nm, a ativação química, muda as características do carvão produzido resultando em estruturas de poros com diâmetros que variam de 2-50 nm, podendo atingir área superficial específica de até 2500 m²/g, este método é muito utilizado na produção de carvão ativado para ser usada na aplicação do tratamento de água (GONÇALVES, 2015).

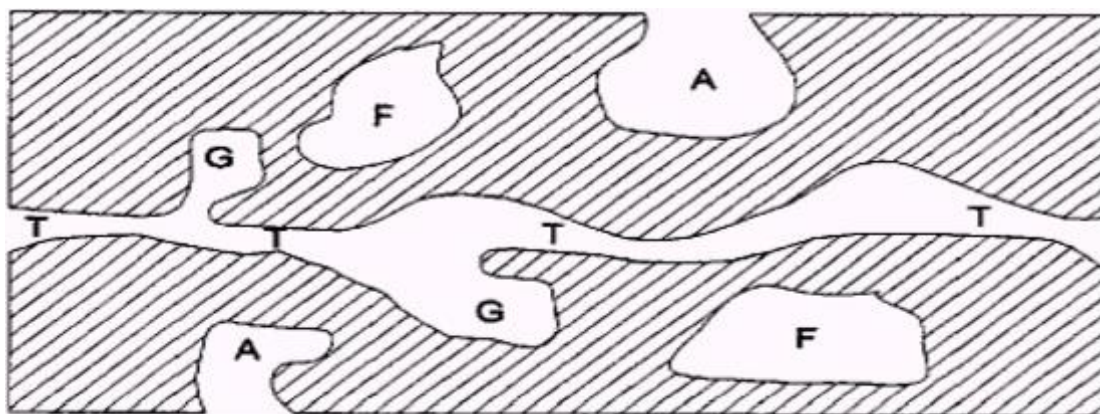
3.1.2 Propriedades Físico-Químicas do Carvão Ativado

Um dos principais aspectos a serem observados na avaliação e desempenho dos carvões ativados é a porosidade, pois as principais diferenças nas características de adsorção dependem da estrutura dos poros. Segundo Claudino 2003, os poros podem ser classificados da seguinte maneira:

Quanto à forma: Os poros são classificados como poro aberto, fechado ou do tipo gaiola. O poro aberto são os buracos que se comunicam com a superfície externa, e permitem o fluxo de um fluido qualquer. Esse poro é considerado como poro de transporte. Podemos encontrar também os poros tipo gaiola, os

quais não contribuem no transporte. Por outro lado, o poro fechado é um buraco isolado. Esses três tipos de poros estão representados na Figura 1.

Figura 1: Esquema apresentando os diferentes tipos de poros em um sólido quanto à forma: (T) poro de transporte, (A) poro aberto, (F) poro fechado e (G) poro tipo gaiola.



Fonte: CLAUDINO, 2003

Quanto à dimensão dos poros: de acordo com a IUPAC (1997 apud CLAUDINO, 2003), os poros são classificados da seguinte maneira: microporos, mesoporos e macroporos.

Microporos: são poros que possuem um diâmetro médio menor que 2 nm ($\theta < 2$ nm), cuja função principal é contribuir para a maioria da área superficial, proporcionando alta capacidade de adsorção de moléculas pequenas, como os gases e os solventes comuns.

Mesoporos: são poros que possuem diâmetro médio na faixa $2 \text{ nm} < \theta < 50 \text{ nm}$, e são importantes para a adsorção de moléculas maiores, como os corantes.

Macroporos: são poros que possuem diâmetro médio maior do que 50 nm ($\theta > 50 \text{ nm}$), e normalmente são considerados sem importância para a adsorção. Esse tipo de poro tem como função fazer o transporte das moléculas gasosas.

3.2 CORANTES

Existem indicativos que desde os primórdios das civilizações já faziam uso de corantes têxteis pelo homem. No Egito, foram encontradas múmias com tecidos coloridos. E no Brasil, começamos pelo nome, cuja origem é a madeira “Pau Brasil”, da qual eram extraídos pigmentos capazes de tingir os tecidos nas cores vermelho, rosa ou marrom (DALLAGO *et al.*, 2005).

Atualmente são produzidos em média 10.000 corantes, e desses, aproximadamente 2.000 são disponibilizados para a indústria têxtil. Grande parte desses corantes são descartados nos efluentes, já que durante o processo de tingimento, a taxa de fixação do mesmo nos tecidos é muito baixa (DALLAGO *et al.*, 2005). Os corantes têxteis são considerados extremamente perigosos devido a sua elevada toxicidade e baixa taxa de degradação.

Devido ao alto grau de contaminação ambiental causado pelos corantes descartados irregularmente, há diversos estudos sobre o tratamento de efluentes de indústrias têxteis que visem diminuir os custos elevados do processo e que sejam mais eficientes (PEIXOTO; MARINHO, 2013).

O interesse na remoção de contaminantes através de processos de adsorção deve-se ao seu baixo custo e a elevada taxa de remoção, além disso, este processo é considerado não destrutivo, o que permite a recuperação do corante sem que o mesmo perca as suas propriedades químicas (DALLAGO *et al.*, 2005).

Além dos corantes têxteis, as indústrias de alimentos e cosméticos também incorporam certa quantidade de corantes na composição dos produtos. Por exemplo, no Brasil, é permitido o uso de apenas 11 corantes sintéticos em alimentos, nos quais se destacam o amarelo crepúsculo e o azul brilhante (SÁ, 2013).

Neste trabalho, soluções do corante azul brilhante foram preparadas para simular amostras de água contaminada e utilizadas no estudo da capacidade de adsorção do material adsorvente preparado, sendo esse um

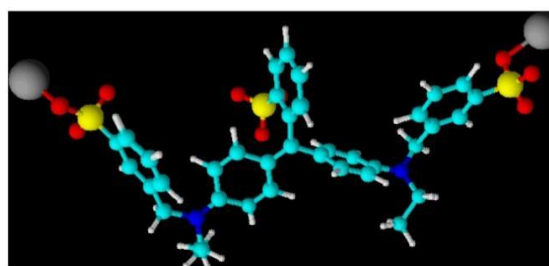
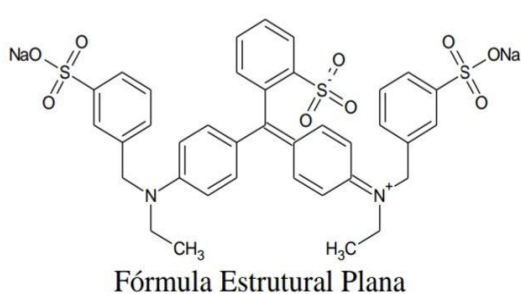
compósito magnético, constituído de uma matriz de carvão ativado impregnado com nanopartículas magnéticas de óxido de ferro.

3.2.1 CORANTE AZUL BRILHANTE (AB)

O corante azul brilhante (corante AB), conhecido também por azul brilhante FCF, azul FD&C 1 ou C.I. 42090, possui fórmula molecular $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_2$ e massa molar de 792,84 g/mol.

Este corante, é utilizado em indústrias alimentícias e têxteis, pertence ao grupo trifenilmetano e sua adsorção máxima, fica entre 626 a 630 nm. O corante AB foi proibido de ser usado em alguns países como Alemanha, Áustria, Bélgica, Dinamarca, França, Grécia, Itália, Noruega, Espanha, Suécia e Suíça, devido a sua elevada toxicidade, bem como a sua carcinogenicidade, capacidade de provocar desordens reprodutivas e neurológicas e também causar alergias graves em seres humanos mesmo que em pequenas quantidades (SÁ, 2013). A Figura 2 exibe a estrutura química do corante azul brilhante.

Figura 2: Estrutura química do corante azul brilhante



Fonte: Lima, 2017

3.3 NANOTECNOLOGIA

A nanotecnologia é uma ciência multidisciplinar que tem sido alvo de intensos estudos por possuir aplicações em diversas áreas como biotecnologia, ciências biomédicas, dispositivos baseados em ferrofluidos, catálise, análises de imagem por ressonância magnética nuclear e armazenamento de dados, podendo-se destacar as áreas ambiental, que compreende desde a prevenção, tratamento e detecção e monitoramento da poluição (SOUZA, 2008).

O termo “nano”, vem do grego antigo e significa “anão”, este é utilizado para designar a bilionésima parte de uma unidade. A nanotecnologia estuda os processos de síntese, caracterização e aplicações de materiais denominados nanoestruturados. Esses materiais apresentam pelo menos uma dimensão em escala nanométrica, ou seja, na faixa de 1 a 1000 nm, exibindo propriedades químicas e físicas diferentes daquelas apresentadas pelos materiais macroscópicos (COSTA, 2015). Dentre os materiais nanoestruturados, pode destacar as nanopartículas magnéticas, que são materiais magnéticos nanoestruturados nas três dimensões.

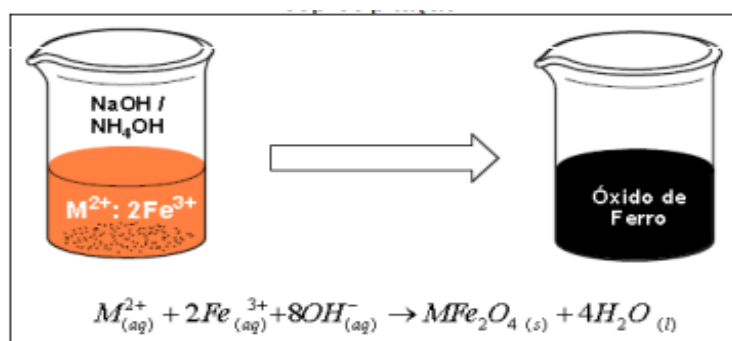
3.3.1 NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS (NPM's)

As nanopartículas magnéticas (NPM's) podem ser sintetizadas por diversos métodos químicos, físicos ou pelos dois. Dentro dos métodos físicos, estão a moagem e a deposição por vapor. Por outro lado, os métodos químicos podem ocorrer por coprecipitação, decomposição térmica, microemulsão e o método sol-gel (FRANCISQUINE *et al.*, 2014; LIMA, 2012).

Dentre esses métodos, o mais utilizado por pesquisadores da área de Ciências de Materiais é o método de coprecipitação, devido a simplicidade da síntese. Esse método foi desenvolvido por Khalafalla e Reimers em 1993, com a precipitação dos cátions Fe^{2+} e Fe^{3+} em solução de hidróxido de potássio

(KOH) em temperatura de 100 ° C, obtendo-se assim a magnetita e a maghemita. Esta síntese também foi desenvolvida na década de 70, porém em temperatura ambiente, utilizando o hidróxido de amônio (NH₄OH), como pode ser representado na Figura 3.

Figura 3: Representação do processo de síntese de óxido de ferro utilizando o método da coprecipitação.



(DINIZ, 2017).

3.3.2 ÓXIDOS DE FERRO

Os óxidos de ferro são encontrados em diversas estruturas cristalinas e composição química, podendo-se destacar a hematita, a magnetita e a maghemita. Grande parte do ferro presente na superfície terrestre está na forma de Fe²⁺, porém, é rapidamente oxidado a Fe³⁺. As principais fontes naturais de minério de ferro são: hematita, goethita, magnetita, dentre outros, sendo estes três os mais importantes por existir em quantidades que possibilitem a exploração (DINIZ, 2017). A tabela 1 mostra a porcentagem de ferro existente na superfície terrestre.

Tabela1: Lista de minérios de ferro e sua porcentagem existente na superfície terrestre

MINERAL	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	% DE FERRO
Hematita	Fe_2O_3	70
Goethita	$\alpha\text{-FeOOH}$	63
Ilmenite	FeTiO_3	36,8
Magnetita	Fe_3O_4	72
Siderita	FeCO_3	48,2
Pirita	FeS_2	46,6

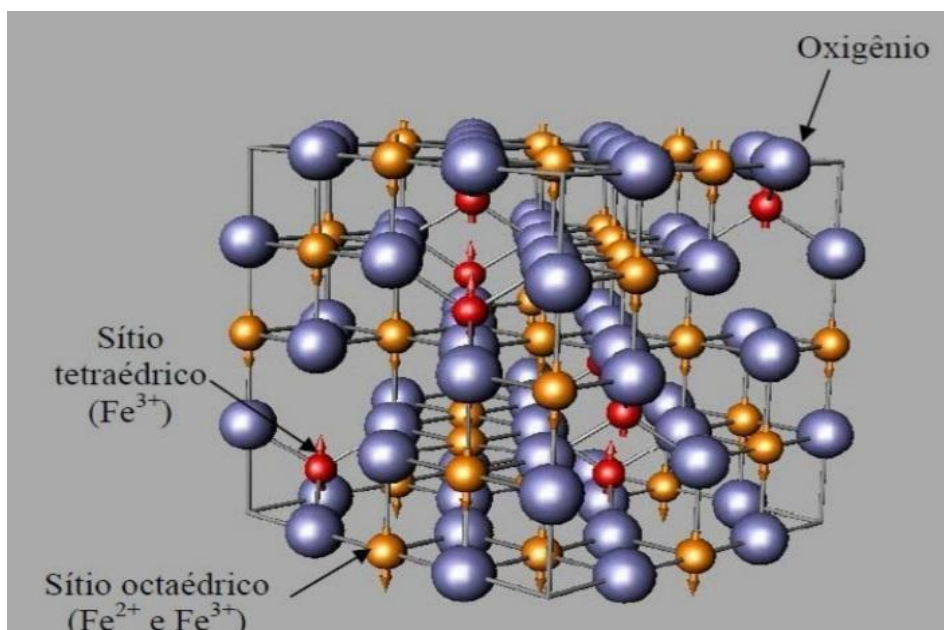
Fonte: (Diniz, 2017).

3.3.2.1 MAGNETITA

A magnetita é um óxido de ferro cuja coloração é preta, representada pela fórmula Fe_3O_4 .

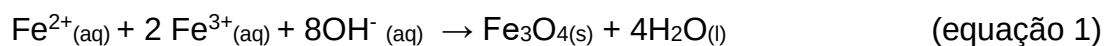
Apresenta estrutura espinélio invertida no qual os íons Fe^{2+} e metade dos íons Fe^{3+} , ocupam sítios octaédricos, enquanto a outra metade dos íons Fe^{3+} ocupam sítios tetraédricos (SOUZA, 2008). A magnetização desse óxido deve-se à somatória dos momentos magnéticos dos íons Fe^{2+} , já que os momentos magnéticos dos íons Fe^{3+} se cancelam, uma vez que esses últimos estão igualmente distribuídos em sítios tetraédricos e octaédricos, cuja orientação dos momentos é antiparalela (ver Figura 4).

Figura 4 – Estrutura Cristalina da Magnetita



Fonte: (Diniz, 2017).

A equação 1 apresenta a reação de síntese da magnetita por coprecipitação dos íons Fe²⁺ e Fe³⁺ em meio básico (MELO, 2016).

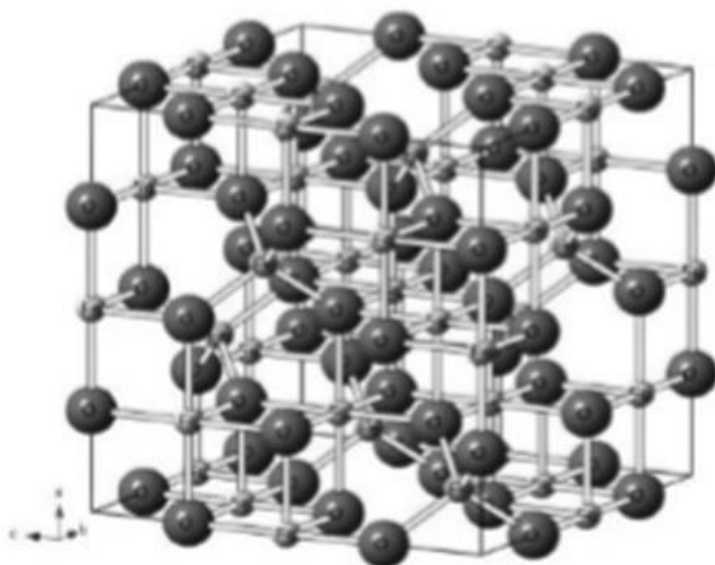


3.3.2.2 MAGHEMITA

Tanto a magnetita quanto a maghemita apresentam estrutura cúbica de espinélio, a diferença entre as duas é que a maghemita possui Fe³⁺ como único cátion na estrutura (DINIZ, 2017).

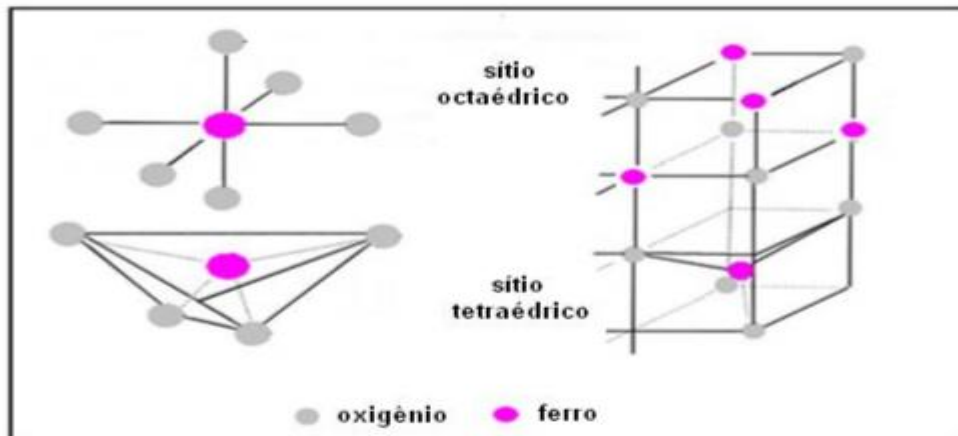
A maghemita é um óxido de ferro III em fase gama, que indica que a estrutura cristalina é do tipo espinélio (ver Figura 5 e 6), podendo ser representada pela fórmula molecular $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Figura 5 – Estrutura cristalina da maghemita do tipo espinélio inverso



Fonte: (Diniz, 2017).

Figura 6: sítio octaédrico x sítio tetraédrico da maghemita



(FABIAN, 2009)

A maghemita apresenta coloração marrom-avermelhada e pode ser obtida a partir da oxidação da magnetita em atmosfera de oxigênio.

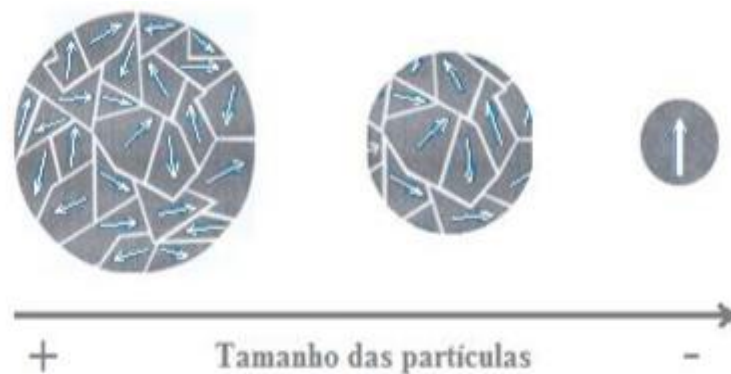
3.3.3 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA E MAGHEMITA

A magnetita e a maghemita são óxidos ferrimagnéticos em temperatura ambiente, ou seja, quando exposto a um campo magnético externo, os cátions que ocupam as posições intersticiais tetraédricas alinham os spins em posição inversa ao campo magnético enquanto os cátions que ocupam as posições intersticiais octaédricas, alinham os spins em posição igual ao campo magnético, isso forma duas sub-redes antiparalelas, ocasionando um momento magnético que não seja nulo (JESUS *et al.*, 2014).

Suas propriedades magnéticas variam de acordo com o tamanho das partículas, bem como dos efeitos de superfície. Uma das características marcantes é que as partículas menores que 10 nm são superparamagnéticas (partículas inferiores a 35 nm que exibem um momento magnético estável na presença de um campo magnético externo) (DINIZ, 2017).

O comportamento superparamagnético, é um efeito que ocorre apenas em partículas muito pequenas, isso deve-se ao fato da ausência de campo magnético externo e para diminuir a energia do material magnético, os momentos magnéticos são separados por parede e organizados em domínio, mas quando a partícula se encontra em nanoescala, os dipolos magnéticos se organizam em um único domínio magnético, também denominado monodomínio, que muda todo o seu comportamento, como pode ser observado na Figura 7 (ALVES, 2014).

Figura 7: Variação do número de domínios em relação ao tamanho das partículas



Fonte: Alves, 2014

3.4 LEI DE LAMBERT – BEER

A Lei de Lambert-Beer é estabelecida pela relação entre a absorvância, concentração da amostra e o comprimento do caminho percorrido pela luz, que está descrita na Equação 2: (SCHÄFER,2017).

$$\log (I_0 / I) = A = c \cdot l \cdot \epsilon \quad (\text{Equação 2})$$

Onde:

A = absorvância da amostra = $\log (I_0 / I)$

I_0 = intensidade luminosa que incide sobre a amostra

I = intensidade luminosa que emerge da amostra

c = concentração da amostra (mol/L)

l = caminho óptico percorrido pela luz através da amostra (cm)

$\mathcal{E}$ = absortividade molar ($\text{litro} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)

A lei de Lambert-Beer é fundamento da espectroscopia, utilizada para determinar a concentração de uma determinada solução atravessada por um feixe de luz. Uma solução absorve a luz de forma proporcional à sua concentração (LIMA, 2013).

Este trabalho teve como objetivo investigar as principais características do espectro de absorção do corante azul brilhante em solução aquosa e preparar uma curva de calibração para determinação das concentrações do mesmo a partir da Lei de Lambert-Beer.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 REAGENTES

Os reagentes utilizados na síntese dos materiais magnéticos e suas características estão descritos na tabela 2.

Quadro 1: Reagentes utilizados no procedimento experimental.

Reagentes	Fórmula molecular	MM (g.mol ⁻¹)	Procedência
Ácido clorídrico	HCl	36,46	Dinâmica
Hidróxido de sódio	NaOH	40,00	Dinâmica
Sulfato de ferro (II) heptahidratado	FeSO ₄ .7H ₂ O	278,01	Dinâmica
Cloreto de ferro III anidro	FeCl ₃	162,30	Dinâmica
Carvão ativado	CA	12,01	Impex
Azul brilhante	C ₃₇ H ₃₄ N ₂ Na ₂ O ₉ S ₃	792,85 g/mol	Não definida

Fonte: Autoria própria

4.2 SÍNTESE DAS NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS

As nanopartículas de óxido de ferro foram preparadas pelo método da coprecipitação dos cátions metálicos Fe³⁺ e Fe²⁺ em meio básico (MASSART, 1981), sendo utilizado uma proporção molar Fe³⁺/Fe²⁺ de 2:1. Inicialmente, foram dissolvidos os sais FeCl₃ (0,033 mol/L) e FeSO₄.7H₂O (0,016 mol/L) em 250 mL

de água destilada, contendo 2 mL de HCl (37%) para evitar a hidrólise dos cátions metálicos.

Em seguida, adicionou-se carvão ativado (0,1603 mol/L), previamente pulverizado, em 250 mL de solução de hidróxido de sódio 1,5 mol.L⁻¹. A quantidade de carvão ativado utilizado na síntese foi escolhida para uma proporção mássica de 2CA/1Fe₃O₄, sendo a massa de magnetita obtida na coprecipitação calculada teoricamente igual a 3,85 g. Sob agitação mecânica (1500 rpm), adicionou-se a solução de FeCl₃ e FeSO₄·7H₂O à mistura aquosa de NaOH e carvão ativado, mantendo a agitação por 15 minutos. A Figura 8 mostra a fotografia da mistura obtida após a reação de coprecipitação de íons Fe II e Fe III na presença de carvão ativado.

Figura 8: Fotografia da mistura obtida após a reação de coprecipitação de íons Fe II e Fe III na presença de carvão ativado.



Fonte: Autoria própria

A mistura ficou em repouso por 72 horas. Após esse período, o sólido obtido foi submetido a lavagens com água destilada até obter pH igual a 7 da água de lavagem. Em seguida, o sólido foi isolado por decantação e seco a 100 ° C na estufa por cinco dias. Esse procedimento permite oxidação do óxido magnetita à maghemita (γ -Fe₂O₃), obtendo o nanocompósito magnético γ -Fe₂O₃/CA, bem como a remoção de solvente do interior dos poros do CA.

Posteriormente foi preparada outra síntese, também pelo método da coprecipitação descrito acima, porém, sem adição de CA. O objetivo desta síntese foi o de verificar se as nanopartículas magnéticas por si só, apresentam capacidade de adsorção de corantes. O sólido obtido foi isolado por decantação e seco a 100 ° C na estufa por 3 dias.

4.3 CURVA DE CALIBRAÇÃO

Foi preparada uma solução estoque de corante azul brilhante (AB) de concentração 100 mg/L e a partir desta, foram preparadas 4 soluções padrão cujas concentrações foram: 15, 10, 5 e 1 mg/L. O preparo destas soluções teve como objetivo, fazer uma curva de calibração analítica para auxiliar posteriormente na determinação das concentrações das soluções simuladoras de água contaminada antes e após os testes de adsorção com as amostras de nanocompósito magnético (NPM-CA) e de nanopartículas magnéticas isentas de CA (NPM-SCA).

4.4 TESTE DE ADSORÇÃO DOS NANOCOMPÓSITOS MAGNÉTICOS

Inicialmente, foi realizado um teste (teste 1) com variação de massa de NPM-CA (3 experimentos) para avaliar a capacidade do material em adsorver o corante. Para simular uma amostra de água contaminada, foi preparada uma solução aquosa do corante azul brilhante a 10 mg/L, sendo utilizado um volume de 5 mL da solução em cada experimento. As massas de nanocompósito magnético (NPM-CA) utilizadas nos experimentos foram 0,3765 g (experimento 1), 0,5099 g (experimento 2) e (experimento 3) 0,5733 g. O teste de adsorção consistiu em adicionar o sólido na solução do corante, submeter a mistura à agitação manual por um minuto. Em seguida, foi utilizado um ímã para isolar o sólido magnético (tempo de separação magnética = 1 minuto) do sobrenadante.

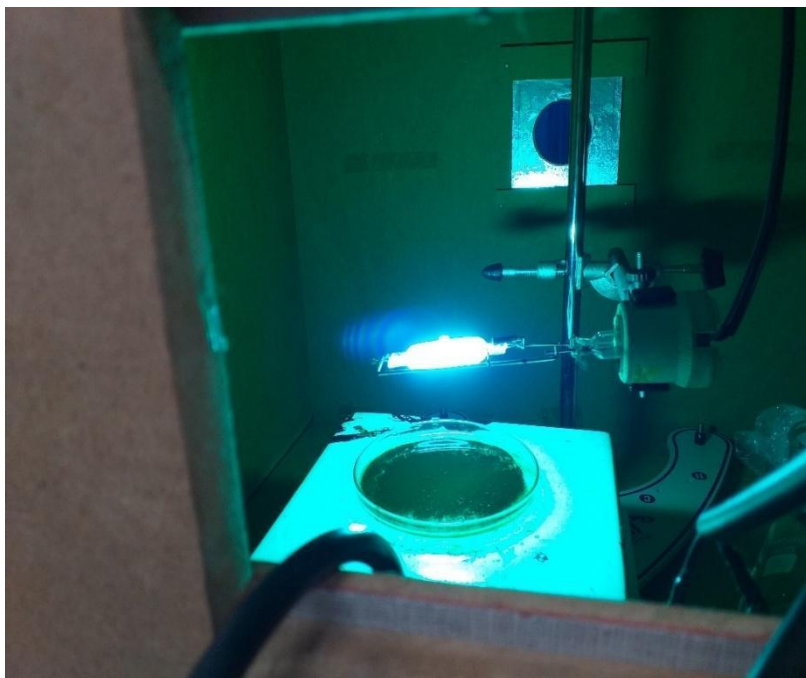
Posteriormente foi realizado um novo teste (teste 2) de adsorção com as nanopartículas magnéticas isentas de CA (NPM-SCA), com o objetivo de verificar se as nanopartículas magnéticas por si só, apresentam capacidade de adsorção de corantes. Esse teste foi feito nas mesmas condições utilizadas nos testes com NPM-CA, utilizando, nesse caso, uma massa de NPM-SCA igual a 0,5739 g.

4.5 FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE E TESTE DE REUSO DO NPM-CA

O compósito magnético isolado no experimento 3 do teste de adsorção 1 foi submetido ao processo de fotodegradação por irradiação com luz ultravioleta, produzida por uma lâmpada¹ apropriada. No processo de fotodegradação, o sólido (NPM-CA) foi disperso em água destilada e submetido à irradiação por um período de 40 minutos, como pode ser observado no aparato experimental da Figura 9.

¹ Lâmpada de vapor de mercúrio de 125 W, 220 V, 1,15 A, 60 Hz. O tubo de descarga contém vapor de mercúrio à pressão de 2 a 4 atm e argônio a 0,03 atm. O argônio atua como gás de partida, reduzindo a tensão de ignição e gerando calor para vaporizar o mercúrio. Leva de 3 a 5 minutos para atingir a totalidade do fluxo luminoso que é de 6500 lm. Apresenta vida útil longa, porém, a sua eficácia luminosa é relativamente baixa, 52 lm/W, possuindo uma luminância média de 10 cd/cm².

Figura 9: Fotografia do aparato experimental utilizado na fotodegradação do compósito magnético.



Fonte: Autoria própria

Após o processo de fotodegradação, o compósito magnético foi submetido a um novo teste de adsorção (Teste 3), utilizando uma massa de compósito usada igual a 0,2868 g e 2,5 mL de solução de corante. O objetivo desse teste foi o de verificar a eficiência de adsorção de um compósito tratado/recuperado e avaliar a possibilidade de reutilização do material.

4.6 Caracterização

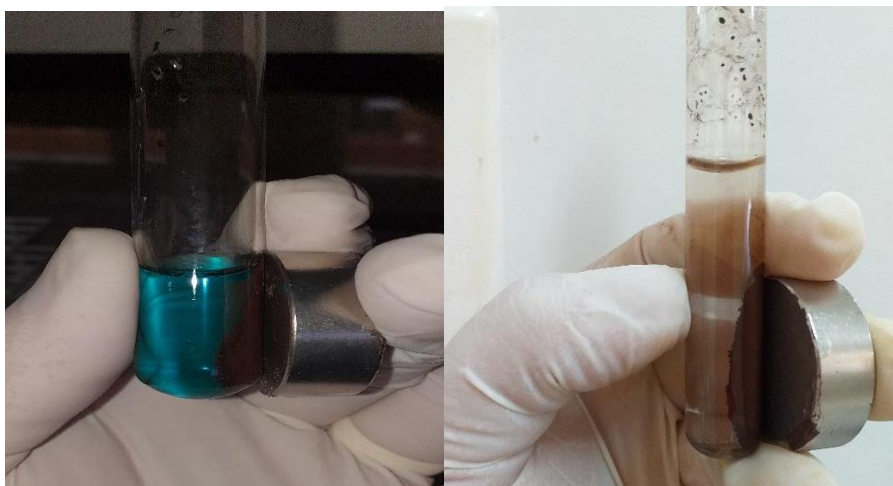
O acompanhamento da descoloração das soluções de corante azul brilhante após o processo de adsorção foi realizado por espectroscopia UV-Vis, utilizando um espectrofotômetro digital (modelo SP220, marca Biospectro), utilizando cubetas de quartzo de 5 cm³ (caminho óptico de 1 cm), com o monitoramento das bandas 631 nm para o corante azul brilhante. Este valor

corresponde ao comprimento de onda no qual se observou maior valor de absorvância do corante.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

As amostras de compósito magnético $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{CA}$ (NPM-CA), bem como as nanopartículas isentas de CA (NPM-SCA) sintetizadas nesse trabalho apresentaram eficiente atração pelo campo magnético de um ímã, podendo então ser utilizadas em experimentos envolvendo isolamento do sólido por imantação (ver Figura 10).

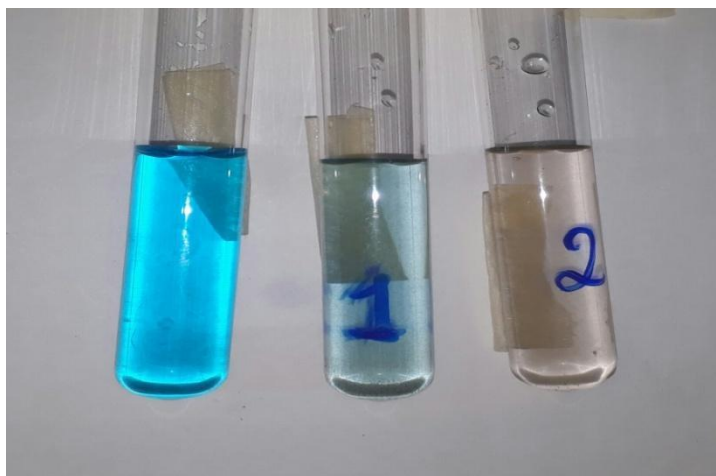
Figura 10: Fotografia das NPM-CA antes (foto da esquerda) e após (foto da direita) o teste de adsorção na presença de um ímã.



Fonte: Autoria própria

Após os experimentos de adsorção 1 e 2 (teste 1), cuja a diferença foi apenas a quantidade de NPM-CA utilizada, os sólidos foram isolados por magnetização e os sobrenadantes foram analisados, tendo como referência a solução do corante azul brilhante a 10 mg/L. Foi possível observar visualmente, que em ambos os sobrenadantes houve redução da coloração azul intensa do corante azul brilhante, sendo mais efetivo no sobrenadante do experimento 2, como mostrado na figura 11.

Figura 11. Fotografia da solução do corante azul brilhante a 10 mg/L, e dos sobrenadantes isolados após os experimentos 1 e 2 do teste de adsorção 1, na sequência da esquerda para direita.



Fonte: Autoria própria

Esse resultado confirma que o compósito magnético NPM-CA tem capacidade de adsorver o corante e que a capacidade de adsorção aumenta com o aumento da massa de compósito utilizada, já que no experimento 2 foi utilizado uma maior massa de compósito.

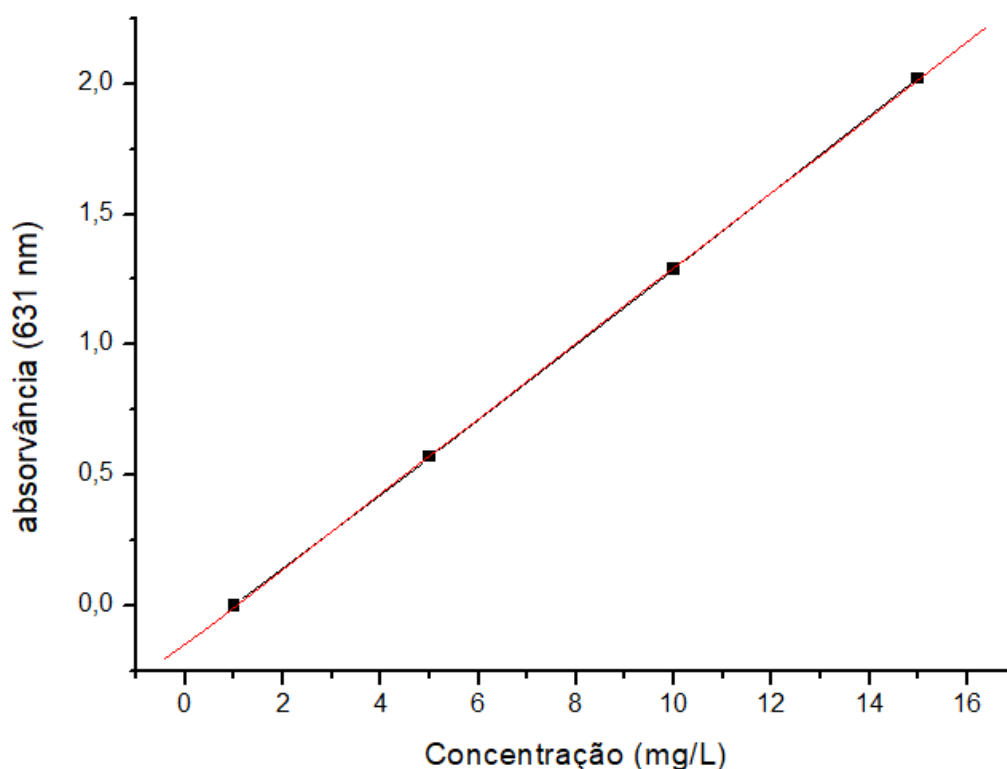
Outra constatação de grande importância é a ausência de resíduos sólidos de CA nos sobrenadantes, o que confirma que as nanopartículas magnéticas estão associadas ao carvão ativado na forma de compósito, ou seja, todo o material pode ser isolado por magnetização.

Com o intuito de calcular a quantidade de corante adsorvido e determinar a eficiência de adsorção do compósito sintetizado, foram realizadas medidas de espectroscopia na região do UV-Vis, sendo determinadas as absorvâncias da solução de corante inicial, bem como dos sobrenadantes obtidos após o teste de adsorção.

Preliminarmente às análises espectrofotométricas descritas acima, foram feitas leituras das absorvâncias de soluções padrão de azul brilhante de concentrações 15, 10, 5 e 1 mg/L, com o intuito de obter uma curva de calibração

analítica. A partir dos valores de absorvância medidos e das concentrações conhecidas das soluções padrão, foi possível construir a curva de calibração, utilizando-se o software Origin 6, como mostrado no gráfico da figura 12.

Figura 12: Gráfico da curva de calibração analítica do corante azul brilhante.



Autoria: Própria

Pode se observar na curva de calibração que na faixa de concentração escolhida a concentração das soluções de azul brilhante varia linearmente com a absorvância, não desviando então da lei de Lambert-Beer. A partir do ajuste linear dos dados (linha em vermelho do gráfico), obteve-se uma reta, cuja a equação é apresentada a seguir (equação 3), com índice de linearidade confiável ($R^2 = 0,9998$).

$$A^{631} = 0,14253.c - 0,05204$$

(Equação 3)

onde:

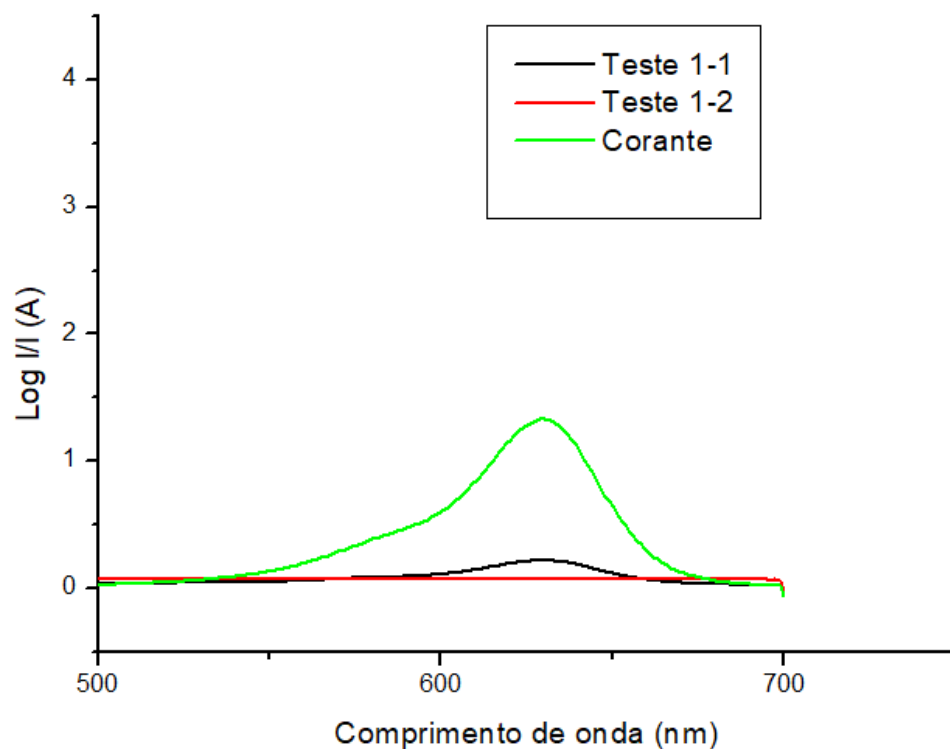
A^{631} = Absorvância

c = Concentração da amostra

A partir do ajuste da curva analítica também foi possível obter o coeficiente de absorvidade (ϵ) do corante, sendo igual ao coeficiente angular da reta, ou seja, $0,14253 \text{ L}\cdot\text{mg}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Essa grandeza foi utilizada posteriormente para auxiliar nos cálculos da quantidade de corante adsorvido e da eficiência de adsorção do nanocompósito.

Em seguida, foram realizadas medidas de espectroscopia UV-Vis, da solução de corante inicial, bem como dos sobrenadantes obtidos após o teste de adsorção dos experimentos 1 e 2 (teste 1), denominados, respectivamente, sobrenadante 1 e sobrenadante 2, podendo-se observar os espectros obtidos no gráfico da figura 13.

Figura 13: Espectros Uv-Vis da solução de corante inicial (em vermelho), bem como dos sobrenadantes resultantes dos experimentos 1 (em preto) e 2 (em vermelho) do teste de adsorção 1.



Fonte: Autoria própria

A partir dos valores das absorvâncias dos sobrenadantes a 631 nm, do coeficiente de absortividade obtido na equação 2 e utilizando a equação da Lei de Lambert-Beer foi possível calcular os valores das concentrações de AB nos mesmos, os quais estão apresentados no quadro 2.

Quadro 2: Dados experimentais de absorvância a 631 nm da solução inicial de AB e dos sobrenadantes 1 e 2; valores da concentração de AB calculada para essas amostras; e massa do compósito utilizada nos testes.

Amostras	Absorvância	Concentração de AB (mg/L)	Massa de compósito (g)
Solução inicial do corante	1,3271	10	-----
Sobrenadante 1	0,2171	0,1636	0,3765
Sobrenadante 2	0,0736	0,054	0,5099

Fonte: Autoria própria

Utilizando os dados do quadro 2 e da lei de Lambert-Beer foi possível calcular a porcentagem em massa de corante adsorvido em relação à concentração do corante inicial (denominada eficiência de adsorção percentual em massa, $Ef_{\%}$), bem como a quantidade de corante adsorvido em mol de AB por grama de compósito utilizado nos testes (denominada eficiência de adsorção de corante em mol por grama de compósito, Ef_g). O quadro 3 apresenta os valores obtidos de $Ef_{\%}$ e Ef_g .

Quadro 3: Valores da eficiência de adsorção percentual em massa ($Ef_{\%}$) e da eficiência de adsorção de corante em mol por grama de compósito (Ef_g) referentes aos experimentos 1 e 2 do teste de adsorção 1.

Teste 1	$Ef_{\%}$ (%)	Ef_g (mol de AB/g NPM-CA)
Experimento1	83,62	0,1
Experimento 2	94,45	0,1

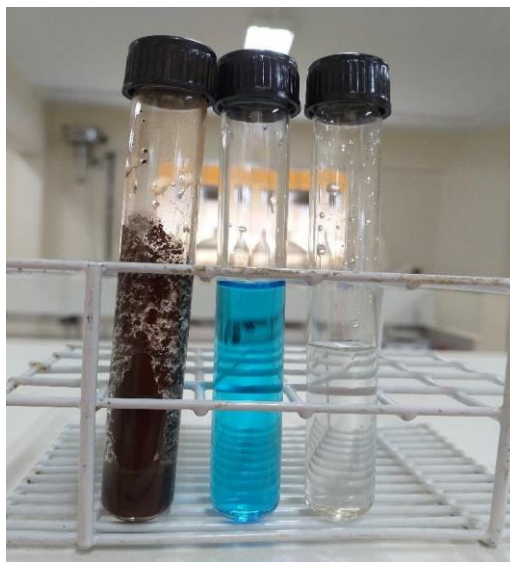
Fonte: Autoria própria

Os dados de eficiência de adsorção mostram que a adsorção aumenta com o aumento da massa de compósito utilizada nos experimentos e que a quantidade de corante adsorvido por grama de compósito é constante ($\sim 0,1$ μmol de corante/g CM).

A partir desses resultados e Lei de Beer-Lambert, calculou-se a massa de compósito necessária para adsorver todo o corante contido em 5 mL da amostra de corante a 10 mg/L, sendo esse valor em torno de 0,58 g. A partir desse dado obtido, foi feito um novo experimento de adsorção (experimento 3) utilizado-se 0,5733 g de nanocompósito magnético. Esse terceiro experimento foi realizado com o intuito de promover a total remoção de corante contido em 5 mL de solução AB 10 mg/L e checar a confiabilidade da relação proposta entre massa de compósito necessária para adsorção total de AB em uma amostra qualquer de água contaminada.

A figura 14 mostra a fotografia da amostra de NPM-CA após a separação magnética (esquerda), da solução de corante azul brilhante inicial (centro) e do sobrenadante do experimento 3 após ser isolado por magnetização (direita).

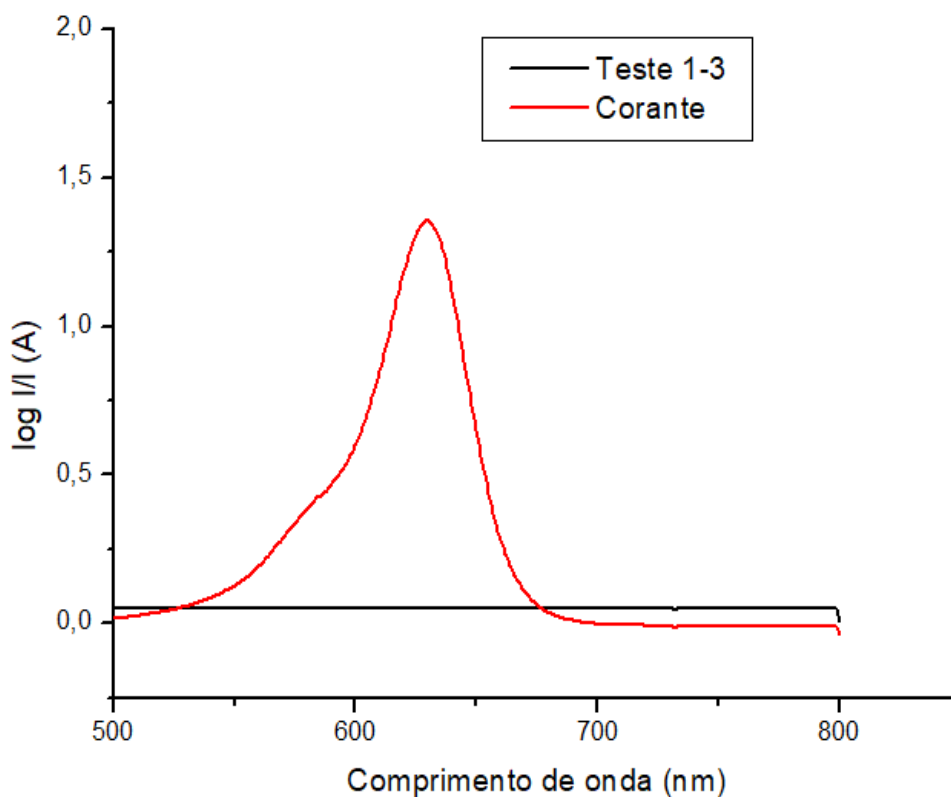
Figura 14: Fotografia da amostra de NPM-CA após a separação magnética (esquerda), da solução de corante azul brilhante inicial (centro) e do sobrenadante isolado após o experimento 3 (direita).



Fonte: Autoria própria

Pode-se observar visualmente na figura 14, que o sobrenadante isolado após o experimento 3 (sobrenadante 3) apresentou-se incolor, sugerindo adsorção total do corante, como previsto. Essa confirmação foi obtida após a análise do espectro de absorção Uv-Vis do sobrenadante 3, o qual é apresentado no gráfico da figura 15.

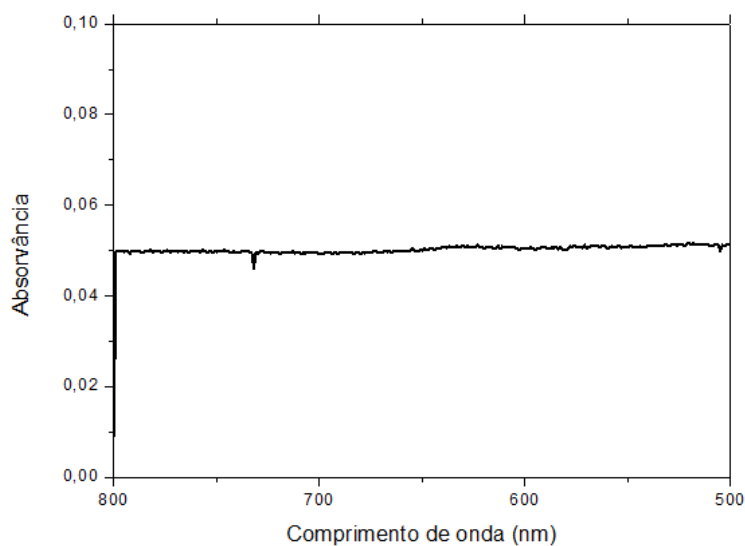
Figura 15: Espectros de absorção da solução de corante AB inicial e do sobrenadante 3 na região do UV-Vis.



Autoria: Própria

Nota-se no gráfico que a linha em preto, a qual representa o espectro do sobrenadante 3, embora não esteja com a linha base coincidente com a do espectro da solução de corante inicial (linha em vermelho), não apresenta variação de absorção na faixa entre 500 a 800 nm. Esse fato pode ser melhor observado no gráfico da figura 16, que apresenta o mesmo espectro de forma expandida na região onde ocorre absorção do AB. Esse resultado confirma a ausência de corante na amostra e eficiência de 100 % na adsorção.

Figura 16: Espectro de absorção expandido do sobrenadante 3 na região do UV-Vis.

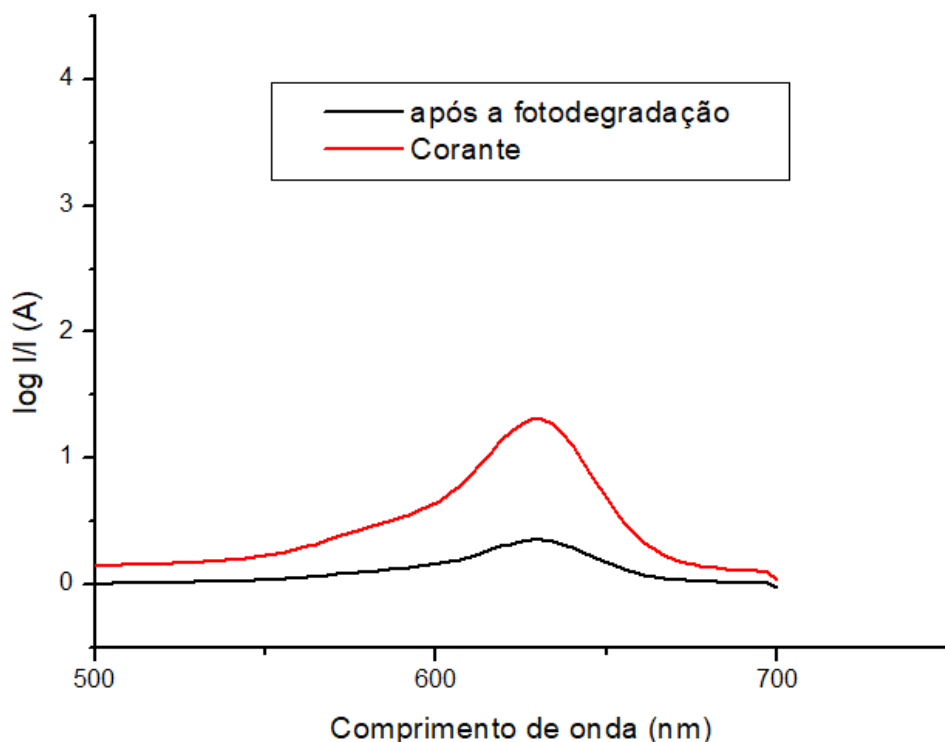


Autoria: Própria

O sólido isolado no experimento 3 foi então submetido à fotodegradação por irradiação com luz ultravioleta, com intuito de remover o corante dos poros do nanocompósito e averiguar a possibilidade de o material ser reutilizado em novos experimentos de adsorção.

O nanocompósito recuperado foi, então, submetido a um novo teste de adsorção (Teste 2). A figura 17 mostra o espectro de absorção obtido do sobrenadante isolado após o teste 2 e da solução inicial de AB, para comparação.

Figura 17. Espectros de absorção UV-Vis de uma solução do corante AB 10 mg/L e do sobrenadante isolado após o Teste 2.



Autoria: Própria

Pode-se observar que no espectro do sobrenadante do Teste 2 (linha em preto), há absorção de luz em 631 nm, indicando a presença de corante AB. Esse resultado indica que o NPM-CA, após fotodegradação, não adsorveu todo o corante contido na amostra inicial. Vale ressaltar que a quantidade de nanocompósito utilizada nesse teste estava de acordo com a relação adequada determinada nos experimentos anteriores para total adsorção de corante (0,58 g de NPM-CA para 5 mL de solução AB a 10 mg/L).

Os valores de $E_f\%$ e E_{f_0} calculados foram iguais a 73,3% e 0,074 μmol de corante/g CM. A diminuição da eficiência de adsorção de corante pelo nanocompósito no teste de reuso pode estar associada à presença de corante remanescente nos poros da matriz de carvão ativado, que não foi totalmente fotodegradado. Segundo Lima (2017), o qual fez um estudo sobre a fotodegradação de corantes em efluente sintético utilizando radiação ultravioleta,

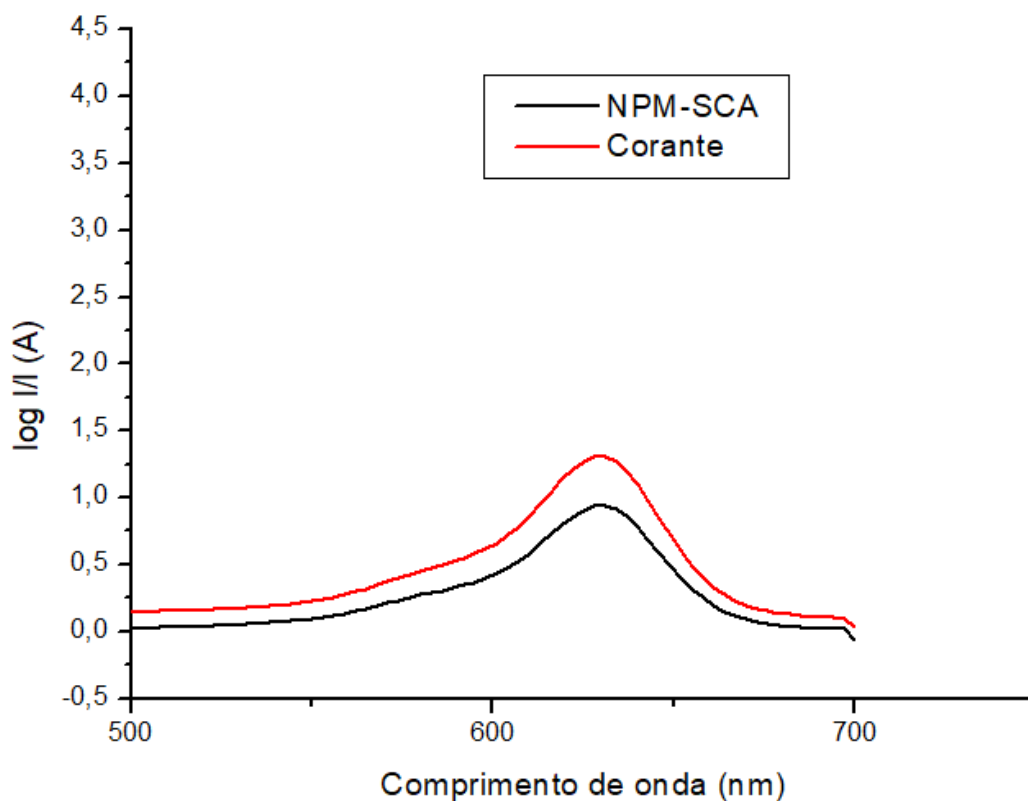
o corante AB leva um tempo superior a 90 minutos para ser fotodegradado com eficiência. De acordo com Lima (2017), o tempo de irradiação do nanocompósito no presente trabalho pode ter sido insuficiente para fotodegradar todo o corante adsorvido, já que foi utilizado apenas 40 minutos.

A diminuição da eficiência de adsorção de corante pelo nanocompósito também pode estar associada à presença de moléculas de água adsorvidas nos poros da matriz que não foram removidas por secagem durante o processo de irradiação com luz UV.

Outro teste de adsorção realizado (teste 3) foi com uma amostra de maghemita pura (NPM-SCA), com o intuito de investigar se o óxido de ferro por si só contribui no processo de adsorção do corante.

A Figura 18 mostra os espectros de absorção do sobrenadante isolado após o teste 3 e de uma amostra de corante inicial.

Figura 18: Espectros de absorção UV-Vis de uma solução do corante AB 10 mg/L e do sobrenadante do teste 2.



Autoria: Própria

Pode-se observar nos espectros que as NPM-SCA adsorvem parte do corante, embora a eficiência seja menor quando comparada ao NPM-CA. Os valores de $Ef_{\%}$ e Ef_g calculados foram iguais a 28,1 % e 0,03 μmol de corante/g NPM.

Vale ressaltar que é descrito na literatura que a maghemita apresenta baixa capacidade de adsorção de corantes (COSTA, 2017).

6 CONCLUSÕES

Nesse trabalho, foi possível sintetizar nanocompósito magnético, constituído por nanopartículas de maghemita impregnadas na superfície de uma matriz de carvão ativado (γ -Fe₂O₃/CA), a partir da coprecipitação dos cátions metálicos Fe³⁺ e Fe²⁺ em meio básico e na presença do carvão.

As amostras de γ -Fe₂O₃/CA, bem como as nanopartículas isentas de CA, mostraram eficiente atração pelo campo magnético de um ímã, sendo possível a utilização em experimentos de isolamento por imantação. Vale ressaltar que após o isolamento do compósito com um ímã, não se observou sólido disperso no sobrenadante, indicando que todo o CA presente no material foi impregnado por nanopartículas magnéticas.

O nanocompósito magnético preparado apresentou eficiente capacidade de adsorção do corante azul brilhante, sendo o aumento da eficiência relacionada com o aumento da massa de compósito utilizada nos experimentos de adsorção.

Com os experimentos realizados observou-se que a maghemita contribui parcialmente no processo de adsorção de corante, sendo a matriz de CA, o principal material responsável por essa função.

A partir dos resultados obtidos também foi possível calcular uma massa aproximada de nanocompósito necessária para remover todo o teor de corante da solução simuladora de água contaminada.

O experimento de fotodegradação de corante realizado com uma amostra de γ -Fe₂O₃/CA, logo após o mesmo ter sido utilizado num teste de adsorção, por si só não se mostrou adequado para que o mesmo compósito pudesse ser reutilizado novamente. O compósito recuperado apresentou menor eficiência de adsorção (73,3%), quando utilizado em um novo teste (reuso).

Certamente, deveriam ter sido realizados outros estudos para identificar as possíveis causas desta baixa eficiência e investigar outros métodos que fossem adequados para reativar os poros adsorventes do compósito para aplicação em reuso.

Tal investigação, bem como as caracterizações dos materiais preparados nesse trabalho não foram possíveis de serem realizadas devido ao tempo estendido de Trabalho de Conclusão de Curso e por falta de apoio financeiro.

7 PERSPECTIVAS FUTURAS

- Realizar novos estudos e métodos adequados para que o compósito possa ter aplicações em reuso; e
- Fazer caracterizações dos materiais preparados, tais como: difratometria de raios X; medida do teor de ferro, microscopia eletrônica de varredura, magnetização de saturação e medidas de área superficial.

8 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. *Decreto nº 55.871/65 de 26 de março de 1965*. 1965. Disponível em: <<http://portal.anvisa.gov.br/>>. Acesso em: 18.03.2021.

ALVES, André Gonçalo Fernandes. **Nanopartículas de óxidos magnéticos do tipo magnetite para aplicação em hipertermia**. 2014. 120 f. Dissertação (Mestrado em Química Tecnológica) - Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, 2014.

CASTRO, Cínthia. S.; GUERREIRO, Mário. C.; OLIVEIRA Luíz. C. A.; GONÇALVES, Maraísa. **Remoção de compostos orgânicos em água empregando carvão ativado impregnado com óxido de ferro: ação combinada de adsorção e oxidação em presença de H₂O₂**. *Quim. Nova*, v. 32 (6), p. 1561-1565, 2009.

CLAUDINO, Andréia. **Preparação de carvão ativado a partir de turfa e sua utilização na remoção de poluentes**. 2003. 101 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2003.

COSTA, Amanda Eugênia. **Desenvolvimento de adsorventes magnéticos para remoção de manganês de efluente da fabricação de ferro-ligas de manganês**. 2017. 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Departamento de Engenharia de Minas) – Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2017.

COSTA, Hingrid Lorrane Vieira da. **Design e síntese de nanopartículas magnéticas funcionalizadas com peptóides para a remoção de cromo de resíduos aquosos**. 2015. 55 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Materiais) – Universidade de Brasília. Brasília, 2015.

DALLAGO, Rogério Marcos; SMANIOTTO, Alessandra; OLIVEIRA, LCA de. **Resíduos sólidos de curtumes como adsorventes para a remoção de corantes em meio aquoso**. *Química Nova*, v. 28, n. 3, p. 433-437, 2005.

DAMASCENO, Bárbara Souza. **Produção de nanopartículas magnéticas aplicada ao processo de tratamento de efluentes oriundos das indústrias têxteis**. 2018.

DINIZ, Paulo Afonso Freitas. **Síntese verde de óxidos de ferro e teste catalítico na degradação do herbicida diuron**. 2017. 70 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Química Industrial) - Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal do Maranhão. São Luís, 2017.

DOTTO, Guilherme Luiz *et al.* **Remoção dos corantes azul brilhante, amarelo crepúsculo e amarelo tartrazina de soluções aquosas utilizando carvão ativado, terra ativada, terra diatomácea, quitina e quitosana: estudos de equilíbrio e termodinâmica**. *Quim. Nova*, Vol. 34, No. 7, 1193-1199, 2011.

FABIAN, FERNANDA ANTUNES. **Síntese e caracterização de nanopartículas de maguemita suspensas em NaOH à 10% e HCl**. 2009. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Departamento de Física) – Universidade Federal de Rondônia. Ji-Paraná, 2009.

FRANCISQUINE, Elton.; SCHOENMAKER, Jeroen; SOUZA, José Antonio. **Nanopartículas magnéticas e suas aplicações**. *Química Supramolecular e Nanotecnologia*, p. 269, 2014.

GONÇALVES, G. dos R. **Síntese de óxidos de ferro nanoestruturados dispersos em materiais carbonosos e porosos, estudo do seu comportamento térmico e aplicações em processos de adsorção**. 2015. 110 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo. Vitória, 2015.

IUPAC. Analytical aspects of chemically modified electrodes: Classification, critical evaluation and recommendations. *Pure & Appl. Chem.*, v.69,1997.

JESUS, Chelry Fernanda Alves. **Síntese e caracterização de nanopartículas de maghemita associada à dextrana funcionalizada com rodamina B**. 2014. 117 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás. Goiânia, 2014.

LIMA, Francisco António Paquete. **Síntese e caracterização de nanoestruturas magnéticas como agente de contraste em imagens biomédicas**. 2012. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2012.

LIMA, Leila Paula de. **Estudo de Fotodegradação de Efluente Sintético Composto pelos Corantes Alimentícios, Vermelho de Eritrosina e Azul Brilhante: Utilizando Radiação Ultravioleta em um Sistema Dinâmico**. 2017. 33 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás. Inhumas, 2017.

LIMA, Luís Spencer. **Lei de Lambert–Beer**. *Revista de Ciência Elementar*, v. 1, n. 1, 2013.

MASSART, R. **Preparation of Aqueous Magnetic Liquids in Alkaline and Acidic Media**. *IEEE Translations*, v. 17, n. 2, p. 1247-1248, 1981.

MELO, Noemi. Hernández de. **Utilização de carvão ativado e nanopartículas de magnetita na adsorção do corante reativo azul BF-5G**. 2016. 103 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Goiás. Goiânia, 2016.

MUNIZ, Roberta Miranda Garcia. **Estudo de fotodegradação de efluente sintético composto pelos corantes alimentícios, vermelho 40 e azul brilhante, utilizando radiação ultravioleta**. 2018. 33 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás. Inhumas, 2018.

OLIVEIRA, Luiz CA; FABRIS, José D.; PEREIRA, Márcio C. **Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: uma revisão**. *Química Nova*, v. 36, n. 1, p. 123-130, 2013.

PALMA, DENISE; ROST, Nathanne C.V. **Síntese, caracterização e aplicação de partículas magnéticas como adsorventes de metal pesado**. 2016. 37 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Química) – Universidade do Vale do Paraíba. São José dos Campos, 2016.

PEIXOTO, F. P.G.; MARINHO, Gloria; RODRIGUES, Kelly. **Corantes têxteis: uma revisão**. *Holos*, v. 5, p. 98-106, 2013.

PEREIRA, Elaine et al. **Preparação de carvão ativado em baixas temperaturas de carbonização a partir de rejeitos de café: utilização de FeCl_3 como agente ativante**. *Química Nova*, v. 31, n. 6, p. 1296-1300, 2008.

RAMOS, Paulize H. et al. **Produção e caracterização de carvão ativado produzido a partir do defeito preto, verde, ardido (PVA) do café**. *Química nova*, v. 32, n. 5, p. 1139-1143, 2009.

SÁ, Fernando Pereira de. **Adsorção e fotodegradação de corantes, amarelo crepúsculo e azul brilhante, para tratamento de efluentes de indústrias alimentícias**. 2013. 109 f. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Federal de Goiás. Goiânia, 2013.

SCHÄFER, Thaynara Majô Zanette et al. **Síntese, caracterização e aplicação de nanopartículas de óxido de ferro (Fe_3O_4)**. 2017. 84 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Ambientais) – Universidade Estadual do Oeste do Paraná. Toledo, 2017.

SOUTO, Cristiane Félix da Silva. **Educação ambiental em escola pública: reflexões a partir da abordagem de trabalhos por projetos no ensino de ciências, Caruaru–PE**. 2018. 129 f. Dissertação (Mestrado em Educação em Ciências e Matemática) - Universidade Federal de Pernambuco. Caruaru, 2018.

SOUZA, Nicolau Silva de. **Síntese e caracterização de nanopartículas de óxido de ferro e de grafite magnética fluida (GMF)**. 2008. 100 f. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2008.

9 ANEXO

- Lei de Lambert-Beer:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

- Cálculo da concentração

$$C = A / \varepsilon \cdot l$$

- Cálculo de eficiência de adsorção percentual em massa do experimento 1 ($E_{f\%}$) antes do teste de adsorção:

$$A = 1,3226$$

$$C = 1,3226 / 0,142530544$$

$$C = 9,28 \text{ mg/L}$$

- Usando a curva de calibração:
- Concentração calculada usando a Lei de Lambert-Beer do sobrenadante do experimento 1 após a separação magnética:

$$C = 1,52 \text{ mg/L} \quad A = 0,2168$$

$$\varepsilon = 1,52 / 0,2168 \text{ L}^{-1} \cdot \text{cm}$$

$$\varepsilon = 0,142530544 \text{ L} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$$

- Experimento 1 do Teste 1

$$1000 \text{ mL} \text{-----} 1,52 \text{ mg}$$

$$4. \text{ mL} \text{-----} X$$

$$X = 7,6 \cdot 10^{-3} \text{ mg AB}$$

- Cálculo da eficiência do Corante

$$1000 \text{ mL} \text{-----} 9,28 \text{ mg}$$

$$5 \text{ mL} \text{-----} X$$

$$X = 0,0464 \text{ mg AB}$$

$E_{f\%}$

0,0464 mg ----- 100 %

$7,6 \cdot 10^{-3}$ ----- X

X = 16,38 % de corante AB ainda remanescente no sobrenadante 1.

Logo, a quantidade de AB adsorvida no experimento foi 100 % - 16,38 % = 83,62 %.

Ou seja:

$$E_{f\%} = 83,62 \%$$