

SÍNTESE E APLICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE FERRO NO ABATIMENTO DE POLUENTES POR ADSORÇÃO E DEGRADAÇÃO¹

Beatriz da Silva Souza², Fábio Welligton Andrade de Jesus³

RESUMO

O setor industrial têxtil utiliza um grande volume de água nos processos de fixação de cor às fibras, gerando, por consequência, um volume elevado de efluentes de composição complexa. Assim, justifica-se o estudo de processos e materiais mais efetivos e acessíveis ao tratamento desses efluentes. Dentre as diversas formas de tratamento, há os Processos Oxidativos Avançados (POA's), que são baseados na formação de radicais livres, especialmente, radicais hidroxila ($\cdot\text{OH}$). Dentre os POA's, o processo Fenton heterogêneo – que utiliza um catalisador à base de Fe para geração de $\cdot\text{OH}$ tem ganhado destaque por, além da efetividade do processo, apresentar baixo custo na síntese dos materiais férricos. Ainda, os reagentes do processo Fenton são mais fáceis de operar do que os processos de tratamento com ozônio e luz UV, que requerem um gerador de O_3 e uma fonte de UV, respectivamente. No presente trabalho foram sintetizadas nanopartículas magnéticas de ferro (NPM-Fe) por co-precipitação de íons Fe^{2+} e Fe^{3+} em meio alcalino para posterior deposição sobre carvões sintetizados a partir do resíduo agroindustrial biomassa do cajá (*Spondias mombin L.*); os materiais obtidos foram empregados em um sistema modelo de contaminante via adsorção e, também, degradação por Fenton heterogêneo. Ainda, as NPM-Fe foram caracterizadas por difração de raios-X e os carvões foram avaliados quanto ao seu pH e teor de umidade e cinzas.

PALAVRAS-CHAVE: Fenton; Processos oxidativos avançados; Radicais livres.

SYNTHESIS AND APPLICATION OF MAGNETIC IRON NANOPARTICLES IN THE REMOVAL OF POLLUTANTS BY ADSORPTION AND DEGRADATION¹

ABSTRACT

The textile industrial sector uses a large volume of water in the processes of fixing color to fibers, consequently generating a high volume of effluents with a complex composition. Therefore, the study of more effective and accessible processes and materials for treating these effluents is justified. Among the various forms of treatment, there are Advanced Oxidative Processes (AOPs), which are based on the formation of free radicals, especially hydroxyl radicals ($\cdot\text{OH}$). Among the POA's, the heterogeneous Fenton process - which uses an Fe-based catalyst to generate $\cdot\text{OH}$ - has gained prominence because, in addition to the effectiveness of the process, it presents a low cost in the synthesis of ferric materials. Furthermore, the Fenton process reagents are easier to operate than the ozone and UV light treatment processes, which require an O_3 generator and a UV source, respectively. In the present work, magnetic iron nanoparticles (NPM-Fe) were synthesized by co-precipitation of Fe^{2+} and Fe^{3+} ions in an alkaline medium for subsequent deposition on charcoal synthesized from the agro-industrial biomass residue of cajá (*Spondias mombin L.*); The materials obtained were used in a contaminant model system via adsorption and also degradation by heterogeneous Fenton. Furthermore, the NPM-Fe were characterized by X-ray diffraction and the coals were evaluated for their pH and moisture and ash content.

KEYWORDS: Advanced oxidative processes; Fenton; Free radicals.

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB;

²Graduanda em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, Campus de Itapetinga, bolsista de iniciação científica, Laboratório de Catálise e Química de Materiais, 201810164@uesb.edu.br;

³Professor Assistente DCEN/UESB, orientador. fwandrade@uesb.edu.br

INTRODUÇÃO

Ao longo da sua existência, a indústria têxtil tem mostrado potencial para crescimento e aperfeiçoamento das suas tecnologias visando ao atendimento da demanda com manutenção dos requisitos de qualidade (CORREIA et al., 2013). No processamento de fixação de cor às diversas estruturas, o setor têxtil faz uso de um elevado volume de água, gerando um grande volume de efluentes de composição complexa ao tratamento.

Nesse contexto, os chamados Processos Oxidativos Avançados (POA's) têm recebido grande atenção por serem capazes de converter poluentes refratários em espécies químicas inócuas (ALATON et al., 2002). Os POA's se baseiam na geração de radicais livres, em especial o radical hidroxila ($\cdot\text{OH}$), uma vez que este possui alto poder oxidante, capaz de promover a degradação de vários compostos poluentes orgânicos, levando-os à mineralização completa (conversão em CO_2 e H_2O) (HIRVONEN et al., 1996; NOGUEIRA & JARDIM, 1998; VINODGOPAL et al., 1998; SILVA, 2007). Dentre os POA's, a reação de Fenton heterogêneo se destaca por sua eficiência, facilidade de condução das reações e viabilidade econômica. Esta reação consiste na utilização de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em conjunto com um catalisador sólido contendo ferro (Fe).

Assim, o objetivo deste trabalho foi sintetizar nanopartículas magnéticas de Fe (NPM-Fe), caracteriza-las e depositá-las sobre carvões obtidos a partir do resíduo agroindustrial biomassa do cajá (*Spondias mombin* L.) e, posteriormente, analisar a eficiência do material mássico e dos compósitos na adsorção e também na degradação do corante azul de metileno (AM), que foi utilizado como modelo de contaminante.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para síntese do carvão, aferiu-se uma massa da biomassa do cajá triturado e, após, a mesma foi levada à mufla em temperatura de $500\text{ }^\circ\text{C}$ / 2 horas. Em seguida, o material foi macerado e acomodado devidamente em recipiente adequado.

Para a obtenção das nanopartículas magnéticas de Ferro (NPM-Fe) dissolveu-se massas de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 30 mL de água deionizada contendo 4 mL HCl concentrado – Solução I. Em seguida, esta solução foi gotejada sob 500 mL de uma solução de NaOH ($1,5\text{ mol. L}^{-1}$) em agitação mecânica vigorosa por 5 minutos. A mistura permaneceu sob agitação por mais 15 minutos após o contato da Solução I com a solução de NaOH. O sistema formado foi reservado à maturação por 24 horas. O precipitado magnético obtido foi separado do sobrenadante com auxílio de um ímã de neodímio; em seguida, foi lavado duas vezes com água deionizada e mais uma outra lavagem com acetona. Em seguida, o material foi seco a $105\text{ }^\circ\text{C}$ / 72 horas. Após, o material foi macerado e reservado adequadamente.

Repetiu-se o procedimento anterior à síntese das NPM-Fe duas vezes e, à obtenção dos materiais/amostras NPM-Fe/C1, NPM-Fe/C2 e NPM-Fe/3, adicionou-se o carvão previamente sintetizado em etapas distintas para o preparo de cada uma das amostras. Para a síntese de NPM-Fe/C1, o carvão sintetizado foi adicionado antes de ser posta em maturação; para NPM-Fe/C2, o carvão foi adicionado após o período de maturação; e para NPM-Fe/3, o carvão foi adicionado após a última lavagem.

Os materiais obtidos foram submetidos a testes de caracterização e ensaios cinéticos de degradação e de adsorção do AM. Os experimentos de degradação foram conduzidos a partir da oxidação da solução do azocorante em presença de H_2O_2 com 10 mg dos respectivos catalisadores em cada aplicação, monitorada por medidas em espectrofotômetro UV/Vis em 665 nm. As medidas foram obtidas em triplicata, em intervalos de tempo pré-determinados, sob agitação constante, a temperatura e pressão ambiente. Os ensaios de adsorção foram conduzidos similarmente, inclusive em termos de intervalos de tempo à análise, com exceção do uso de H_2O_2 .

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB;

²Graduanda em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, Campus de Itapetinga, bolsista de iniciação científica, Laboratório de Catálise e Química de Materiais, 201810164@uesb.edu.br;

³Professor Assistente DCEN/UESB, orientador. fwandrade@uesb.edu.br

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização das NPM por difração de raios-X indica que houve formação de material cristalino, com picos intensos. De acordo com o banco de dados ICSD, os picos observados ($2\theta = 30,1^\circ, 35,5^\circ, 43,2^\circ, 53,6^\circ, 57,1^\circ$ e $62,7^\circ$) ratificam a formação majoritária de partículas de óxido de ferro com estrutura cúbica da magnetita (Fe_3O_4), (ICSD 084611), confirmando a eficiência da tecnologia empregada à síntese das NPM-Fe.

As caracterizações realizadas do carvão ativado (CA) apontaram para um pH levemente alcalino (8,4) e baixos teores de umidade e cinzas, 0,14% e 1,21%, respectivamente, indicando que a rota de síntese empregada foi eficiente ao perfil de material de interesse.

Os gráficos 1 e 2 mostram os resultados obtidos para os ensaios de degradação e adsorção do azocorante azul de metileno.

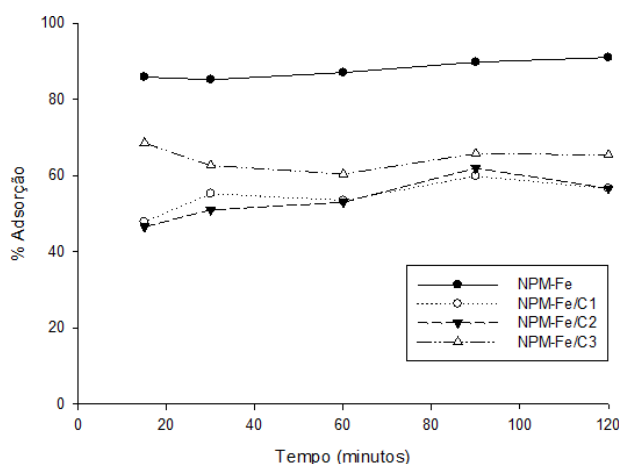


Gráfico 1. Resultados dos ensaios de degradação das amostras NPM-Fe, NPM-Fe/C1, NPM-Fe/C2 e NPM-Fe/C3.

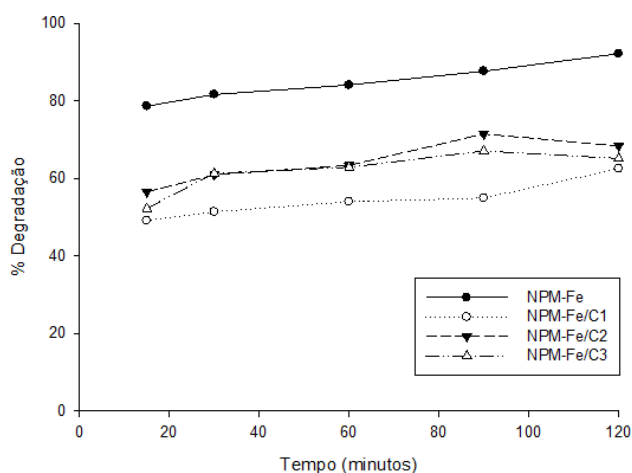


Gráfico 2. Resultados dos ensaios de adsorção das amostras NPM-Fe, NPM-Fe/C1, NPM-Fe/C2 e NPM-Fe/C3

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB;

²Graduanda em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, Campus de Itapetinga, bolsista de iniciação científica, Laboratório de Catálise e Química de Materiais, 201810164@uesb.edu.br;

³Professor Assistente DCEN/UESB, orientador. fwandrade@uesb.edu.br

CONCLUSÕES

Foi possível sintetizar o carvão a partir da biomassa do cajá para servirem de suporte catalítico às NPM-Fe. Os resultados de adsorção e de degradação do AM evidenciam a eficiência dos materiais, indicando que estes podem vir a se constituir em fontes promissoras e eficientes em processos de remoção de contaminantes com estrutura similar ao AM, presentes em efluentes industriais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALATON, I. A., BALCIOGLU, I. A., & BAHNEMANN, D. W. Advanced oxidation of a reactive dyebath effluent: comparison of O₃, H₂O₂/UV-C and TiO₂/UV-processes. *Water Research*, 36(5), 1143-1154, 2002.

CORREIA, T. R., ANTUNES, B. P., CASTILHO, P. H., NUNES, J. C., PESSOA DE AMORIM, M. T., ESCOBAR, I. C., QUEIROZ, J. A., CORREIA, I. J., & MORÃO, A. M. A bi-layer electrospun nanofiber membrane for plasmid DNA recovery from fermentation broths. *Separation and Purification Technology*, 112, 20-25, seppur, 2013.

HIRVONEN, A.; TUHKANEN, T.; KALLIOKOSKI, P. Treatment of TCE- and PCE contaminated groundwater using UV/H₂O₂ and O₃/H₂O₂ oxidation processes. *Wat. Sci. Tech.*, v.33, p.67-73, 1996. *Environmental. Química Nova*, v.21, n.1, p.69-72, 1998.

SILVA, L. P. Modificação e imobilização de TiO₂ visando a degradação de compostos orgânicos poluentes via o processo de fotocatalise heterogênea. 2007. 115f. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, USP, 2007.

VINODGOPAL, K.; PELLER, J.; MAKOGON, O.; KAMAT, P.V., Ultrasonic mineralization of reactive textile azo dye, Remazol Black B. *Water Research*, v.32, p.3646-3650, 1998.

AGRADECIMENTOS



UESB
Universidade Estadual
do Sudoeste da Bahia

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB;

²Graduanda em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, Campus de Itapetinga, bolsista de iniciação científica, Laboratório de Catálise e Química de Materiais, 201810164@uesb.edu.br;

³Professor Assistente DCEN/UESB, orientador. fwandrade@uesb.edu.br