SINTESE E CARACTERIZAÇÃO DE BIOADSORVENTES MAGNETICOS PELO MÉTODO PECHINI

**Fabiana da S. Castro1\*, Artur José S. Mascarenhas1**

*[1\*](mailto:1*fabianasilvacastro027@gmail.com)*[*fabianasilvacastro027@gmail.com*](mailto:1*fabianasilvacastro027@gmail.com) *– Universidade Federal da Bahia, R. Barão de Jeremoabo, 147 - Ondina, Salvador - BA, 40170-115.*

Resumo/Abstract

RESUMO - A adsorção de poluentes em ambientes aquáticos provou ser um método eficaz para o tratamento de águas residuais industriais, produtos farmacêuticos e pesticidas de várias composições. Neste trabalho, novos tipos de materiais adsorventes foram sintetizados pelo método Pechini. Os materiais híbridos obtidos são constituídos por resíduos secos de biomassa (cascas de cacau) e nanopartículas de óxido de ferro, magnetita. A fase cúbica de magnetita nos materiais foi identificada por difração de raios X, e as bandas vibracionais de FeO características de óxidos de ferro foram observadas por FTIR. TG/DTG e FRX mostram o teor de carbono residual e a porcentagem de ferro na amostra. O PCZ indicou a faixa de pH em que a adsorção de cátions e aníons é favorecida. Os bioadsorventes magnéticos tornam-se assim materiais atraentes devido à facilidade técnica da sua remoção de soluções aquosas e são materiais potenciais para o tratamento de efluentes.

*Palavras-chave: Materiais magnéticos, bioadsorventes, adsorção, materiais híbridos, biomassa.*

ABSTRACT - Adsorption of pollutants in aquatic environments has proven to be an effective method for treating industrial wastewater, pharmaceuticals and pesticides of various compositions. In this work, new types of adsorbent materials were synthesized by the Pechini method. The hybrid materials obtained are constituted by dry residues of biomass (cocoa husks) and nanoparticles of iron oxide, magnetite. The magnetite cubic phase in the materials was identified by X-ray diffraction, and the FeO vibrational bands characteristic of iron oxides were observed by FTIR. TG/DTG and FRX show residual carbon content and percentage of iron in the sample. The PCZ indicated the pH range in which the adsorption of cations and anions is favored. Magnetic biosorbents thus become attractive materials due to the technical ease of their removal from aqueous solutions and are potential materials for the treatment of effluents.

*Keywords: Magnetic materials, bioadsorbents, adsorption, hybrid materials, biomass.*

## Introdução

Os impactos sociais e ambientais causados pela falta de tratamento adequado de efluentes tem sido atual pauta de discussão no meio acadêmico e político, uma vez que no Brasil, questões referentes ao saneamento básico e tratamento de efluentes ainda são um grande problema. Uma alternativa bastante promissora no tratamento destes efluentes é o desenvolvimento de bioadsorventes magnéticos, que são materiais resultantes da combinação de ou nanopartículas metálicas ou óxidas dispersas em materiais sintéticos ou naturais (1). Estes materiais possuem propriedades interessantes como sítios manipuláveis, áreas superficiais relativamente altas, permitem controle da distribuição de tamanho de poros e podem ser facilmente separados do meio líquido, garantindo um elevado desempenho na remoção de contaminantes. Além disso, os bioadsorventes modificados por nanopartículas magnéticas são promissores em comparação a outros adsorventes, incluindo aqueles a base de carvão ativado, resíduos industriais de baixo custo, resíduos de plantas quimicamente e termicamente modificados dentre outros, em termos de sua eficiência de remoção, separação magnética rápida e fácil, o que garante um maior tempo de vida dado o processo facilitado de regeneração e reuso (2). A utilização de biomassas provenientes de resíduos agroindustriais surge como excelente oportunidade para o desenvolvimento de bioadsorventes magnéticos e agregação de valor do resíduo, gerando menor impacto ambiental, pois segundo a Organização das Nações Unidas Para a Alimentação e a Agricultura – FAO somente a produção de resíduos agroindustriais tem o alcance 1,3 bilhão de toneladas por ano (3). Dentro desta perspectiva, o presente trabalho investigou a produção de novos materiais magnéticos a partir de resíduos de biomassa impregnados com precursores metálicos para serem aplicados como adsorventes e catalisadores.

## Experimental

A metodologia consiste em uma suspensão contendo 10 g de resíduo de biomassa (casca de cacau) seca em uma solução preparada misturando-se diferentes valores de FeCl3.6H2O 12,9 g (FCT01), 6,4 g (FCT02), 3,2 g (FCT03), respectivamente, dissolvido em 5 mL de água e dispersa em uma mistura de 41,5 g de ácido cítrico e 48,2 mL de etilenoglicol numa proporção molar de 4:1, que foi agitada e aquecida a 80ºC por 20min, até obter uma suspensão coloidal clara. A suspensão foi aquecida a 120ºC até observar a formação de um gel citrato de cor escura. Em seguida, o gel foi aquecido a 400°C. O material sem biomassa foi identificado FCT00.

Os materiais foram caracterizados por difratometria de raios X (DRX), termogravimetria (TG/DTG), análise elementar por fluorescência de raios X (FRX), espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) e determinação do pH em ponto de carga zero (PCZ).

## Resultados e Discussão

O teor de carbono residual foi estimado por TG/DTG. A composição elementar dos materiais híbridos foi realizada por FRX (Tabela 1).

**Tabela 1.** Análise elementar dos matérias magnéticos por TG e FRX.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Amostras** | **C (%) a** | **Fe3O4** | **Cinzas (%) a** |
| FCT00 | 52,01 | 9,96 | - |
| FCT01 | 90,82 | 7,04 | 1,52 |
| FCT02 | 93,28 | 4,51 | 1,59 |
| FCT03 | 95,30 | 2,70 | 1,38 |
| *a Teor de carbono fixo e cinzas (%, em base seca).*  *b Teor de Fe3O4 por FRX (%).* | | | | |

Pode ser visto a partir da Tabela 1, que os materiais híbridos apresentam um alto teor de carbono e baixo teor de cinza, sendo este, um aspecto fundamental para um bom adsorvente. O alto teor de carbono nos materiais é devido a incorporação da biomassa.

Por análise por FRX foi possível observar o sinal de ferro e quantificar os diferentes teores. A evidencia da presença do oxido de ferro nos bioasorventes é a significativa atração por um campo magnético externo. A análise de DRX corrobora com esses dados, por identificar a fase do óxido de ferro nos materiais.

Na Figura 1 estão apresentados os difratogramas de raios X obtidos, para os materiais magnéticos sem biomassa e para os materiais híbridos.



**Figura 1.** Difração de raios X dos materiais magnéticos com diferentes teores de oxido de ferro, e tratamento térmico a 400°C.

Para os matérias híbridos pode-se observar o padrão de difração característico da magnetita Fe3O4, carta COD nº 01-086 - 1362. Fase cúbica, grupo espacial F d-3m e tamanho médio de cristalito (Tc) estimado utilizando a equação de Scherrer, em torno de 28,8 nm, 33,3 nm, 33,0 nm e 29,2 nm, para os materiais FCT00, FCT01, FCT02 e FCT03, respectivamente.

Para os materiais híbridos, bandas de água características são observadas no material em torno de 3400 cm-1, alongamento O-H. A banda em torno de 650 cm-1 foi indexada como estiramento das nanopartículas de óxido de ferro no modo vibracional Fe-O.

Os resultados obtidos na determinação de PCZ de materiais híbridos correspondem ao ponto em que o valor do pH permanece constante após o equilíbrio do sistema. Os valores médios de PCZ dos materiais FCT00, FCT01, FCT02 e FCT03 ficaram em torno de pH 7,4, 7,5, 7,5, 7,4, respectivamente. Pode-se observar que para materiais híbridos, o meio aquoso com pH >7 deixará a superfície carregada negativamente, apresentando capacidade de troca catiônica. Em meio aquoso com pH < 7, a superfície dos materiais híbridos é carregada positivamente e tem capacidade de troca aniônica. Estes tipos de materiais podem ser utilizados tanto para adsorbatos neutros, catiônicos e aniônicos a depender do pH.

## Conclusões

Os materiais híbridos exibiram as propriedades magnéticas da magnetita, que não foram alteradas quando a biomassa foi adicionada à formulação do material. Pode-se observar que as nanopartículas de Fe3O4 estão dispersas na matriz de carbono e à base de PCZ, a adsorção de ânions é favorecida quando o valor de pH é menor que PCZ, enquanto a adsorção de cátions é favorecida quando o valor de pH da solução é maior que PCZ. Portanto, pode-se concluir que materiais com propriedades magnéticas os tornam mais atrativos por serem tecnicamente fáceis de remover de soluções aquosas e são potenciais materiais para o tratamento de efluentes industriais, fármacos e pesticidas de diversas composições.

## Agradecimentos

Agradecimento a FAPESB pela bolsa de doutorado de F. da S. Castro.

## Referências

1. R.F.D.; Nascimento; V.D.O.S.; Neto, D.D.Q, Melo. *Uso de bioadsorventes lignocelulósicos na remoção de poluentes de efluentes aquosos*. Ed 1.; Imprensa Universitária, Fortaleza: **2014**; Vol. 1, 20 - 89.
2. T.V.J. Charpentier; A. Neville; J.L., Lanigan; R. Barker; M.J. Smith; T. Richardson. *ACS Omega*. **2016**, 1, 77–83.
3. E. V Melo, R. Dolabella, M, Peixoto, A. Pinheiro. *Perdas e desperdício de alimentos: estratégias para redução*. Ed. 1; Câmara, Brasília, **2018**, Vol. 3, 33 – 37.