

## **NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA: SÍNTESE SUSTENTÁVEL E APLICAÇÃO NA REMOÇÃO DO CORANTE ÍNDIGO CARMIM**

**<sup>1</sup>Bruno Lima Rocha da Costa, <sup>2</sup>Matheus França da Costa, <sup>3</sup>Lucas Eduardo dos Santos da Silva, <sup>4</sup>Maria Eduarda Milheiro de Almeida, <sup>5</sup>Queli Aparecida Rodrigues de Almeida, <sup>6</sup>Luciana Resende Marcelo**

*<sup>1</sup>IFRJ campus Duque de Caxias (IFRJ-CDuC), e-mail: [brunodacostacarolino@gmail.com](mailto:brunodacostacarolino@gmail.com);*

*<sup>2</sup>Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), e-mail:*

*[matheuscosta201447@gmail.com](mailto:matheuscosta201447@gmail.com); <sup>3</sup>IFRJ-CDuC, e-mail: [familiaedu2606@gmail.com](mailto:familiaedu2606@gmail.com); <sup>4</sup>IFRJ-*

*CDuC, e-mail: [dudamilheiro@gmail.com](mailto:dudamilheiro@gmail.com); <sup>5</sup>IFRJ-CDuC, e-mail: [queli.passos@ifrj.edu.br](mailto:queli.passos@ifrj.edu.br);*

*<sup>6</sup>IFRJ-CDuC, e-mail: [luciana.marcelo@ifrj.edu.br](mailto:luciana.marcelo@ifrj.edu.br)*

*Gestão Ambiental e Políticas Ambientais  
Inovação tecnológica para sustentabilidade*

### **Resumo**

A contaminação da água por corantes representa um grave problema ambiental, tornando necessária a busca por materiais eficientes para seu tratamento. Este trabalho teve como objetivo propor uma rota de síntese mais sustentável para a obtenção de nanopartículas de magnetita (NP-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) e avaliar a sua eficiência na remoção do corante índigo carmim por adsorção. NP-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> foram sintetizadas pelo método de precipitação e oxidação parcial de Fe(II) seguida de tratamento térmico via micro-ondas, sem a necessidade de atmosfera inerte. O material foi caracterizado por diferentes técnicas, que confirmaram a formação da magnetita com alta pureza, tamanho nanométrico e propriedades magnéticas. A adsorção foi estudada empregando solução de índigo carmim 50 mg L<sup>-1</sup>, sendo avaliados os parâmetros tempo de contato, massa de adsorvente e pH. Os resultados mostraram que a remoção do corante aumentou com o tempo, atingindo aproximadamente 62% em 120 minutos. Observou-se que a massa de 150 mg apresentou o melhor desempenho. Quanto ao pH, a % remoção máxima foi em pH 7, contudo, não houve uma diferença significativa para o pH da solução do corante sem ajuste (pH 5). Dessa forma, os resultados demonstram que a magnetita sintetizada possui potencial para aplicação no tratamento de águas contaminadas por corantes.

**Palavras-chave:** Adsorção; Corantes; Adsorventes magnéticos; Tratamento de efluentes.

### **Introdução**

O crescimento das atividades industriais e o aumento do consumo têm contribuído para a geração de resíduos e efluentes, causando impactos negativos ao meio ambiente. A presença de poluentes em rios e lagos compromete a qualidade da água, prejudica os organismos aquáticos e pode trazer riscos à saúde humana (Tabi *et al.*, 2022). Nesse contexto, torna-se fundamental buscar alternativas sustentáveis para o tratamento desses contaminantes. A

adsorção destaca-se como uma técnica eficiente, sendo a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) um material promissor devido às suas propriedades magnéticas e à elevada capacidade adsorvente (Marcelo *et al.*, 2021).

As nanopartículas magnéticas à base de óxidos de ferro têm sido amplamente estudadas devido ao superparamagnetismo, à facilidade de separação por campos magnéticos e à sua baixa toxicidade, permitindo diversas aplicações ambientais (Tessarolli *et al.*, 2019). Entre os principais óxidos de ferro, destacam-se a hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) e a maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (Campos *et al.*, 2015). A magnetita apresenta maior magnetismo, além de elevada biocompatibilidade e baixa toxicidade, sendo amplamente utilizada em processos de adsorção (Ali *et al.*, 2021).

O método mais empregado para a síntese das nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  é a coprecipitação. De forma geral, na coprecipitação convencional são usados sais de  $\text{Fe(II)}$  e  $\text{Fe(III)}$  como precursores e  $\text{NaOH}$  ou  $\text{NH}_4\text{OH}$  como álcali. Contudo, neste método há necessidade de controlar a proporção entre os íons  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ , para evitar a oxidação do  $\text{Fe}^{2+}$  e a formação de outros óxidos de ferro. Para ter esse controle, é necessário realizar a síntese em atmosfera inerte; geralmente utiliza-se gás nitrogênio ( $\text{N}_2$ ) (Marcelo *et al.*, 2021).

Buscando tornar o processo de obtenção das nanopartículas de magnetita mais acessível e sustentável, este estudo propôs uma rota de síntese mais simples e rápida. E, para avaliar o desempenho do material, empregou-se o corante índigo carmim como poluente alvo. O índigo carmim é um composto solúvel em água pertencente aos corantes sulfonados. Ele é utilizado em diversos tipos de indústrias, como têxtil, farmacêutica e de alimentos, e também em análises químicas como indicador redox (Bhowmik; Chakraborty; Das, 2021). Apesar do uso extensivo, o índigo carmim é classificado como corante tóxico devido aos seus efeitos nocivos à saúde humana (El-Kammah *et al.*, 2022).

Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi sintetizar nanopartículas de magnetita ( $\text{NP-Fe}_3\text{O}_4$ ) pelo método de precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe(II)}$  seguida de tratamento térmico via micro-ondas e avaliar a capacidade de adsorção das  $\text{NP-Fe}_3\text{O}_4$  para o corante índigo carmim.

## Metodologia

As nanopartículas de magnetita foram sintetizadas pelo método de precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe(II)}$  seguida de tratamento térmico por micro-ondas. A síntese consistiu na adição lenta de 5,0 mL de solução de  $\text{NaOH}$  2,5 mol  $\text{L}^{-1}$  à solução de  $\text{Fe}^{2+}$  (1,81 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  em 150,0 mL de água deionizada), sob agitação constante. Em seguida, a suspensão foi submetida ao micro-ondas (700 W) por 3 minutos, separada magneticamente com

ímã de neodímio, lavada com água deionizada até pH 7 e seca em estufa a 50 °C por 3 horas.

O material foi caracterizado por meio das técnicas de Difração de raios X (DRX), Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS). O espectro FTIR foi obtido por ATR (Reflectância Total Atenuada), sem preparo prévio da amostra. Na análise de DRX empregou-se radiação Cu K $\alpha$ , em 2 $\theta$  na faixa de 2° a 80°, enquanto as análises de MEV e EDS foram realizadas com as amostras fixadas em fita de carbono, sem metalização.

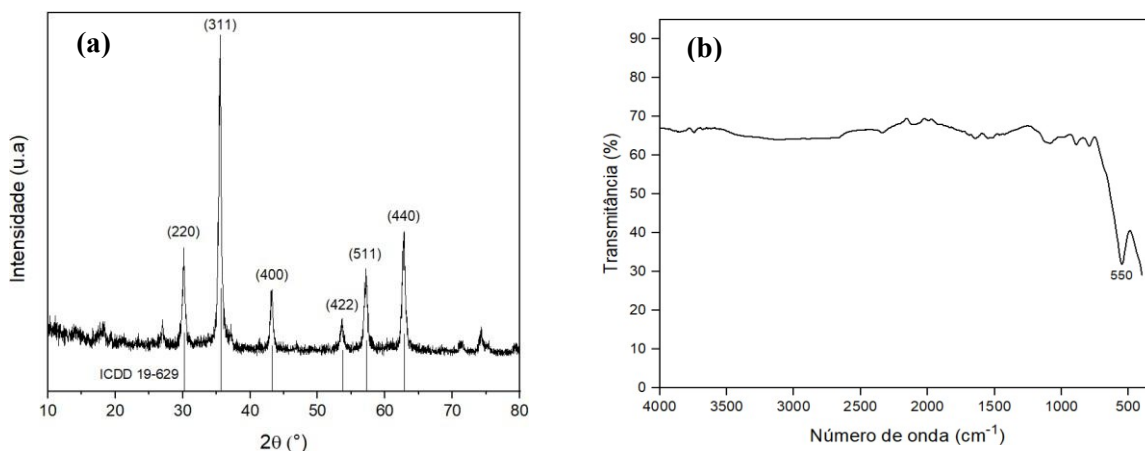
A remoção do corante pelas NP-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> foi acompanhada por Espectrofotometria no ultravioleta-visível e avaliou a influência das seguintes variáveis: tempo de contato, massa de adsorvente e pH, sendo os ensaios dos dois últimos realizados em triplicata. Em cada ensaio, a nanopartícula foi adicionada a 50,0 mL de solução do corante (50 mg L<sup>-1</sup>) e submetida à agitação a 220 rpm. No ensaio para avaliar o tempo de contato, foi utilizada uma massa de adsorvente de 150 mg, enquanto para o estudo do pH a massa de NP-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> foi de 10 mg. Após cada ensaio, o sobrenadante foi recolhido por meio de uma separação magnética e a concentração residual do corante foi determinada em um comprimento de onda de 609 nm.

## Resultados e Discussão

A análise do difratograma (Figura 1a) mostrou a presença de picos típicos da magnetita, compatíveis com o padrão de difração da ficha ICDD 19-629. Os picos correspondentes aos planos cristalográficos (220), (311), (400), (422), (511) e (440) são compatíveis com a estrutura cristalina Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, indicando a formação da fase espinélio cúbica característica desse material (Zanotto, 2021). O tamanho médio dos cristais foi calculado a partir do pico (311) e o resultado obtido foi de 20,7 nm, indicando a formação de um nanomaterial. O espectro de infravermelho (Figura 1b) exibiu uma banda característica da magnetita em 550 cm<sup>-1</sup>, referente ao grupo funcional Fe–O. Também foi observada a ausência da banda dupla característica da maghemita, que costuma se apresentar em 600-500 cm<sup>-1</sup>, corroborando com os resultados do DRX.

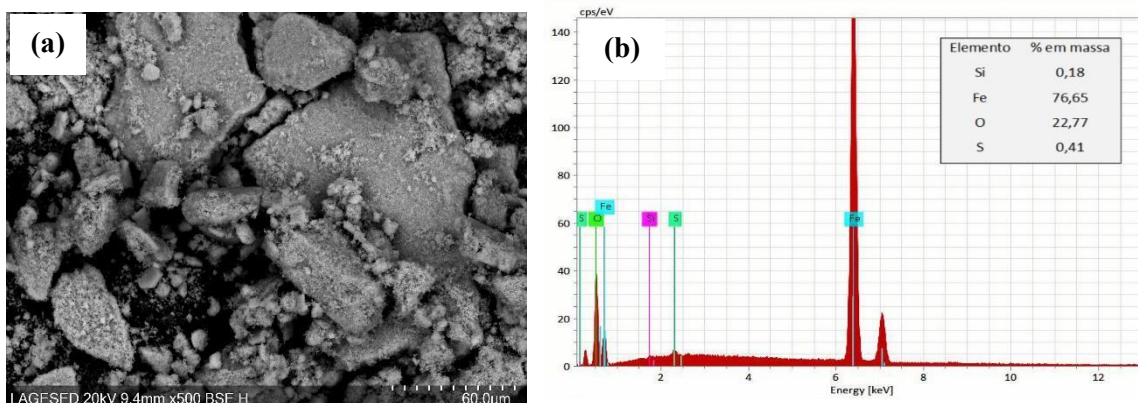
Na imagem obtida pelo MEV (Figura 2a), verifica-se que a magnetita é formada por partículas de formatos variados e com tendência à aglomeração. Na análise EDS (Figura 2b), foi observada a presença predominante de ferro (76,65%) e de oxigênio (22,77%), em proporções compatíveis com a composição teórica da magnetita. Foram apresentadas pequenas quantidades de silício (0,18%) como impureza, e de enxofre (0,41%), associado ao sal precursor utilizado na síntese (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O).

**Figura 1: Difrátograma (a) e espectro FTIR (b) das nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  obtidas por precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe}^{2+}$  seguida de tratamento térmico via micro-ondas**



Fonte: Autores, 2026.

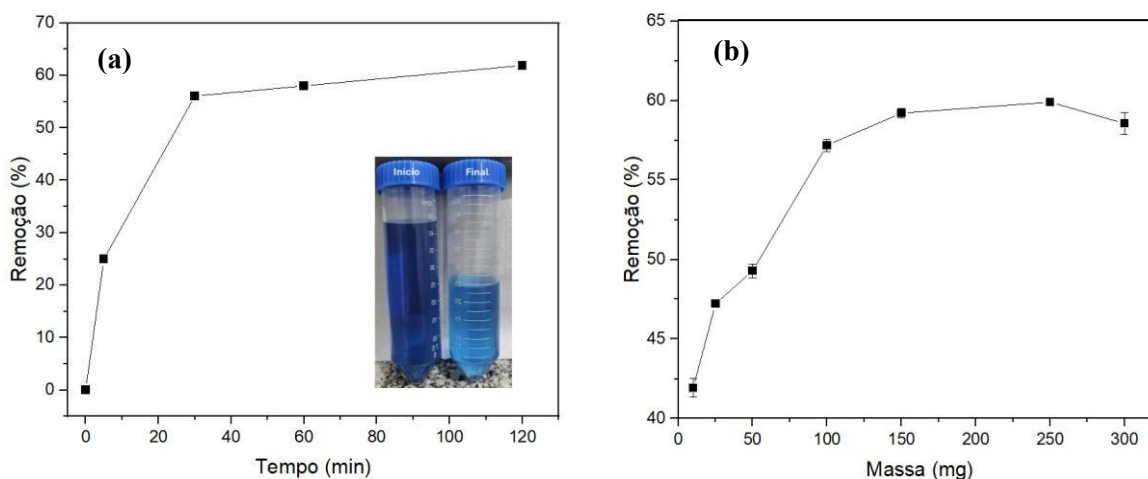
**Figura 2: Imagem obtida por MEV (a) e espectro EDS (b) das nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  obtidas por precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe}^{2+}$  seguida de tratamento térmico via micro-ondas**



Fonte: Autores, 2026.

A investigação da eficiência das nanopartículas na adsorção do índigo carmim revelou que a remoção do corante aumentou em decorrência do tempo em que as NP- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ficaram em contato com a solução, atingindo cerca de 25% de remoção em menos de 10 minutos e seu ápice de remoção em aproximadamente 62% em 120 minutos, conforme a Figura 3a. Foi observado, para os tempos superiores a 120 minutos, que a solução remanescente apresentava uma leve coloração amarronzada, o que pode ser indicativo de uma possível degradação do material. Este fenômeno é relatado na literatura e atribuído à oxidação superficial da magnetita em meio aquoso, formando outros óxidos de ferro (Marcelo *et al.*, 2021). Comportamento semelhante foi verificado com o aumento da massa de NP- $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (Figura 3b). Foi demonstrado que 150 mg foi o melhor resultado na remoção do corante, tendo uma mínima variação de remoção usando 250 mg, enquanto 300 mg revelou um pequeno declínio.

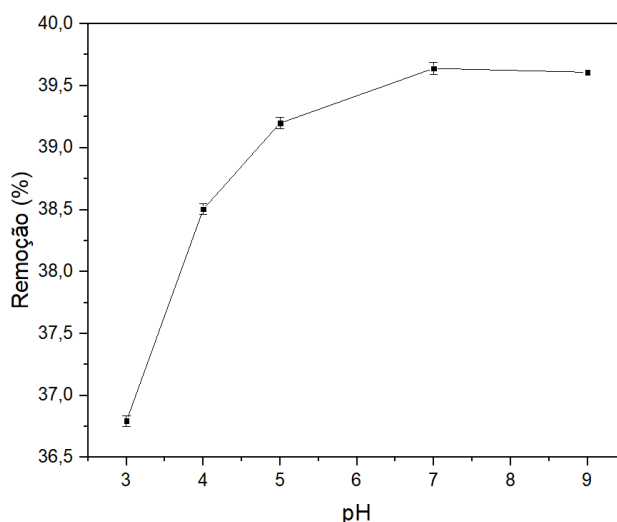
**Figura 3: Efeito do tempo de contato (a) e da massa de adsorvente (b) na remoção do corante índigo carmim pelas nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  obtidas por precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe}^{2+}$  seguida de tratamento térmico via micro-ondas**



Fonte: Autores, 2026.

No que diz respeito à avaliação da influência do pH na adsorção, foi observado um aumento no percentual de remoção à medida que o pH aumentava, conforme a Figura 4. A maior % de remoção foi obtida em pH 7 (39,6%) e, a partir desse valor, a eficiência permaneceu praticamente a mesma. Como a solução do corante apresentava pH 5, e a diferença na remoção em relação ao pH 7 foi muito pequena (cerca de 0,4 %), concluiu-se que não é necessário ajustar o pH da solução, evitando o uso adicional de reagentes e reduzindo os custos do processo.

**Figura 4: Efeito do pH na remoção do corante índigo carmim pelas nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  obtidas por precipitação e oxidação parcial de  $\text{Fe}^{2+}$  seguida de tratamento térmico via micro-ondas**



Fontes: Autores, 2026.

## Conclusão

Este estudo mostrou que foi possível produzir nanopartículas de magnetita por um método mais simples em comparação ao método de coprecipitação convencional, sem a necessidade do uso de  $N_2$ . As análises de caracterização confirmaram que a magnetita foi formada com sucesso e que o material possui tamanho nanométrico. Também foi observada a presença de aglomerados, uma característica comum desse tipo de material, além da presença predominante de ferro e oxigênio.

Nos testes de adsorção, as NP- $Fe_3O_4$  conseguiram remover cerca de 62% do corante índigo carmim em 120 minutos. Além disso, as melhores condições para a adsorção foram 150 mg de NP- $Fe_3O_4$  e pH natural da solução do corante. Tais resultados indicam que a magnetita sintetizada pode atuar como adsorvente para a remoção de corante em solução aquosa. Desta forma, novos estudos sobre a aplicação do material utilizando efluente industrial devem ser realizados a fim de avaliar o potencial do material para o tratamento de resíduos líquidos.

## Referências

- ALI, A. *et al.* A. Synthesis, characterization, applications, and challenges of iron oxide nanoparticles. **Nanotechnol. sci. Appl.**, v. 14, p. 1-17, 2021.
- BHOWMIK, S; CHAKRABORTY, V.; DAS, P. Batch adsorption of indigo carmine on activated carbon prepared from sawdust: A comparative study and optimization of operating conditions using Response Surface Methodology. **Results Surf. Interf.**, v. 3, 100011, 2021.
- CAMPOS, E. A. *et al.* Synthesis, characterization and applications of iron oxide nanoparticles: a short review. **J. Aerosp. Technol. Manag.**, v. 7, n. 3, p. 267-276, 2015.
- EL-KAMMAH, M. *et al.* Cost-effective ecofriendly nanoparticles for rapid and efficient indigo carmine dye removal from wastewater: Adsorption equilibrium, kinetics and mechanism. **Environ. Technol. Innov.**, v. 28, 102595, 2022.
- MARCELO, L. R. *et al.* Synthesis of iron-based magnetic nanocomposites and applications in adsorption processes for water treatment: a review. **Environ. Chem. Lett.**, v. 19, p. 1229–1274, 2021.
- TABI, G. A. *et al.* Non-linear modelling of the adsorption of Indigo Carmine dye from wastewater onto characterized activated carbon/volcanic ash composite. **Arab. J. Chem.**, v. 15, p. 103515, 2022.
- TESSAROLLI, B. O. *et al.* Síntese e caracterização de nanopartículas de  $Fe_3O_4@SiO_2$ . **Matéria**, v. 24, n. 4, p. e-12506, 2019.
- ZANOTTO, C. **Compósitos funcionais de polímeros condutores com magnetita: síntese, caracterização e aplicação.** 2021. 82 f. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Estadual do Centro-Oeste, Guarapuava, 2021.