

ESTRATÉGIAS DE SÍNTESE SUSTENTÁVEL DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA VISANDO À REMEDIÇÃO AMBIENTAL

¹Luciana Resende Marcelo, ²Matheus França da Costa, ³Lucas Eduardo dos Santos da Silva, ⁴Maria Eduarda Milheiro de Almeida, ⁵Luiz Diego Silva Rocha, ⁶Queli

Aparecida Rodrigues de Almeida

¹IFRJ campus Duque de Caxias (IFRJ-CDuC), e-mail: luciana.marcelo@ifrj.edu.br;

²Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), e-mail:

matheuscosta201447@gmail.com; ³IFRJ-CDuC, e-mail: familiaedu2606@gmail.com;

⁴IFRJ-CDuC, e-mail: dudamilheiro@gmail.com; ⁵Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), email: diego_rocha29@hotmail.com; ⁶IFRJ-CDuC, e-mail: queli.passos@ifrj.edu.br

*Gestão Ambiental e Políticas Ambientais
Inovação tecnológica para sustentabilidade*

Resumo

A poluição hídrica por poluentes persistentes, como fármacos, agrotóxicos e corantes, representa um dos maiores desafios ambientais contemporâneos, demandando métodos eficientes de remediação. Nesse contexto, este estudo teve como objetivo sintetizar nanopartículas de magnetita (NP-Fe₃O₄) por duas rotas alternativas: a coprecipitação reversa e a precipitação e oxidação parcial de Fe(II) seguida de tratamento térmico via micro-ondas. A sustentabilidade dos processos foi avaliada pela métrica da Estrela Verde, enquanto a aplicação prática das nanopartículas foi investigada na adsorção do corante índigo carmim, poluente amplamente utilizado na indústria têxtil e classificado como tóxico e não biodegradável. As nanopartículas obtidas apresentaram comportamento magnético e foram analisadas por DRX, FTIR, MEV e EDS, que confirmaram a formação da magnetita em tamanho nanométrico. As rotas propostas forneceram rendimentos que variaram de 80-90%, com grau de verdura de 50-55%. No ensaio de adsorção, as nanopartículas obtidas via tratamento térmico em micro-ondas removeram o corante da solução aquosa, atingindo 62% de eficiência. Os resultados demonstram a viabilidade desta rota como alternativa mais verde e eficiente para a síntese de NP-Fe₃O₄ aplicáveis no tratamento de efluentes contaminados por corantes.

Palavras-chave: Nanopartículas magnéticas; Poluição hídrica; Química Verde.

Introdução

A poluição dos recursos hídricos é um dos principais desafios atuais para a preservação e sustentabilidade do meio ambiente. Muitos poluentes, devido à persistência ambiental, podem comprometer o ecossistema e potencializar a escassez de água (Tabi *et al.*; 2022). Por isso, o desenvolvimento de métodos para a remoção desses contaminantes em água é necessário. Entre as técnicas investigadas, a adsorção é um dos métodos avançados mais

simples, eficaz e econômico (Wang *et al.*, 2018). Nos últimos anos, novos materiais, como os nanomateriais magnéticos, têm sido desenvolvidos com enfoque no processo de adsorção pela facilidade da separação do adsorvente da solução aquosa por uma separação magnética (Roy *et al.*, 2022). Para esta finalidade, as nanopartículas de magnetita (NP-Fe₃O₄), têm atraído atenção pelas suas excelentes propriedades magnéticas, baixo custo e baixa toxicidade ao ambiente (Reddy; Yun, 2016).

Diversos métodos podem ser utilizados para sintetizar as NP-Fe₃O₄, incluindo a coprecipitação, sol-gel e os métodos hidrotérmicos e solvotérmicos (Marcelo *et al.*, 2021). Dentre eles, a coprecipitação tem sido o método mais relatado devido à sua simplicidade e ao seu baixo custo. De uma forma geral, na coprecipitação convencional são usados sais de Fe(II) e Fe(III) como precursores e NaOH ou NH₄OH como álcali sob atmosfera inerte (geralmente, N₂). Contudo, estudos visando rotas mais acessíveis e sustentáveis são essenciais, especialmente para aplicação na remediação ambiental.

A sustentabilidade do processo pode ser avaliada pela métrica holística Estrela Verde (EV), uma ferramenta gráfica que estima o grau de verdura química de uma síntese (Ribeiro; Costa; Machado, 2010). A EV atribui pontuações de 1 a 3 aos princípios da Química Verde avaliados, em que 1 é a ausência de verdura química (cor vermelha); 2 uma verdura química parcial e 3, plenamente verde (Machado, 2014).

Neste contexto, os objetivos desse trabalho foram sintetizar nanopartículas de magnetita (NP-Fe₃O₄) por duas rotas (i) coprecipitação reversa e (ii) precipitação e oxidação parcial de Fe(II) seguida de tratamento térmico via micro-ondas, analisar a verdura dos processos empregando a métrica Estrela Verde e avaliar a capacidade de adsorção das NP-Fe₃O₄ na remoção do poluente modelo (corante índigo carmim).

Metodologia

Na síntese das nanopartículas de magnetita por coprecipitação reversa (rota 1), foram sugeridas modificações no método de coprecipitação convencional (Balasubramanyan *et al.*, 2018). As principais modificações foram a utilização de somente o sal FeSO₄.7H₂O como precursor e o não uso de gás N₂, além da precipitação reversa, em que o precursor é adicionado à solução da base. Nesse protocolo, 50,0 mL da solução de Fe²⁺ 0,2 mol L⁻¹ foi gotejado em um balão contendo 40,0 mL de água deionizada e 10,0 mL de NH₄OH P.A (28% m/m), sob agitação. O material foi separado com o auxílio de um ímã de neodímio, lavado com água deionizada até pH 7 e levado para estufa a 50 °C por 3 horas para secagem.

Já na síntese das nanopartículas de magnetita por precipitação e oxidação parcial de Fe(II) seguida de tratamento térmico via micro-ondas (rota 2), as mesmas modificações citadas acima foram realizadas, contudo, não foi aplicada a precipitação reversa. Além disso, utilizou-se o tratamento térmico para promover a formação da magnetita. Inicialmente, 1,81 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ foram dissolvidos em 150,0 mL de água deionizada, com posterior adição da solução de NaOH 2,5 mol L^{-1} até pH 11. A suspensão resultante foi irradiada em forno de micro-ondas (700 W, 2,45 GHz) por 3 min. O material foi separado magneticamente, lavado com água deionizada até pH 7, seco a 50 °C por 3 horas.

Os materiais obtidos foram caracterizados por análises 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), visando avaliar sua estrutura cristalina, grupos funcionais, morfologia e composição elementar.

A verificação das rotas de síntese foi avaliada meio da Estrela Verde, utilizando o aplicativo *Métricas de Química Verde*. O desempenho dos materiais foi investigado empregando o corante índigo carmim como molécula modelo. Neste ensaio, 150 mg do adsorvente foi colocado em contato com 50,0 mL da solução do corante (50 mg L^{-1}), sob agitação (220 rpm) por 2 horas. O sobrenadante foi separado magneticamente e a concentração remanescente de corante determinada por espectrofotometria UV-Vis (609 nm).

Resultados e Discussão

As nanopartículas obtidas pelas rotas 1 e 2 apresentaram coloração preta e comportamento superparamagnético (Figura 1), sugerindo a formação de magnetita. Os rendimentos médios foram cerca de 90% para a rota 1 (0,70 g) e 80% para a rota 2 (0,40 g).

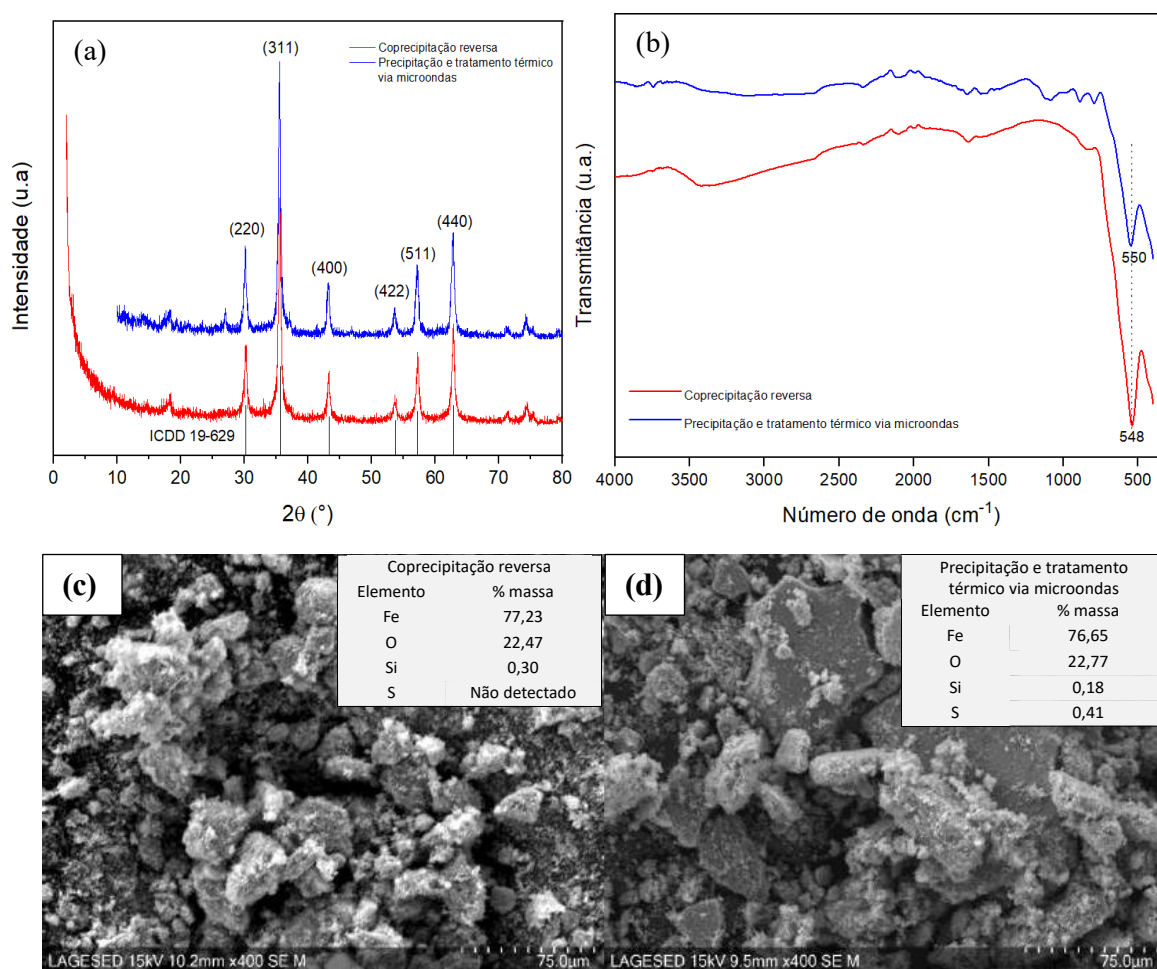
Figura 1: Nanopartículas de Fe_3O_4 sintetizadas pelas rota 1 (à esquerda) e rota 2 (à direita) sob efeito do campo magnético externo (ímã)



Fonte: Autores, 2026.

Os resultados das análises de caracterização são apresentados na Figura 2. Para ambas as rotas, é possível verificar difratogramas (Fig.2a) com picos bem definidos concordantes com o padrão da magnetita (ICDD 19-629). O tamanho médio das partículas, estimado pela equação de Scherrer, foi de 18,3 nm e 20,7 nm para a magnetita preparada pela rota 1 e rota 2, respectivamente, comprovando a formação de nanomateriais. Pelos espectros de FTIR (Fig.2b), observa-se uma banda em 548 cm^{-1} (rota 1) e em 550 cm^{-1} (rota 2), que é característica da ligação Fe-O da estrutura da magnetita (Marcelo *et al.*, 2021). As imagens obtidas por MEV (Fig.2c e 2d) mostraram que os materiais preparados apresentaram perfis semelhantes, com morfologia irregular e partículas agregadas, característica para magnetita sintetizada por coprecipitação (Balasubramanyan *et al.*, 2018). A análise elementar fornecida pelo EDS indicou que os dois materiais possuem os elementos Fe e O em quantidades majoritárias e alguns elementos residuais provenientes do precursor.

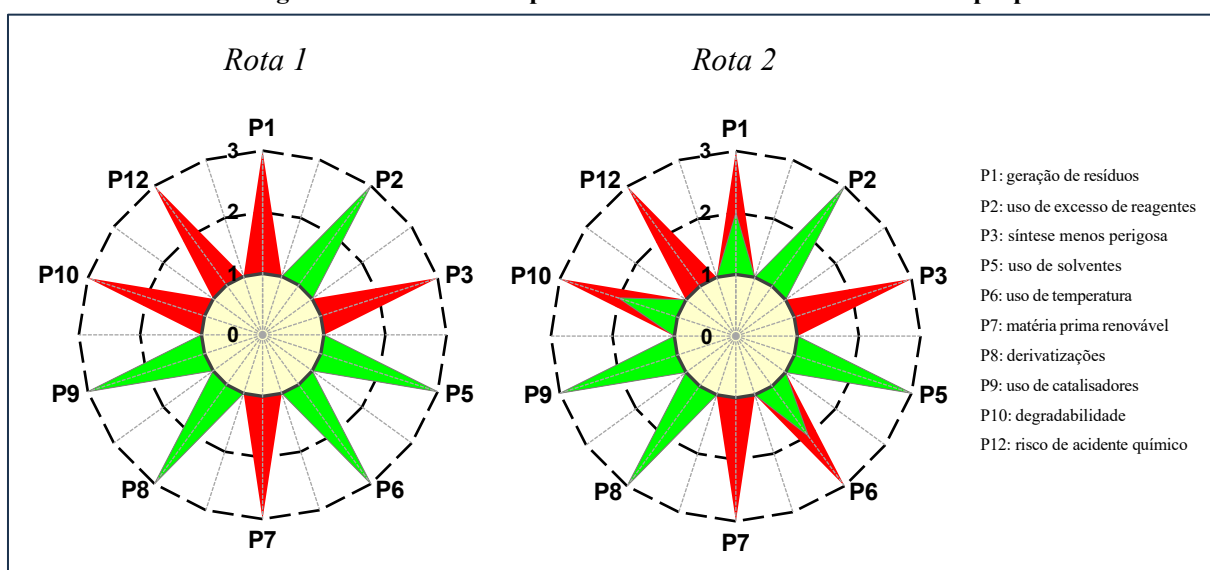
Figura 2: Difratogramas (a), espectros FTIR (b) e imagens MEV-EDS (c e d) das NP-Fe₃O₄



Fonte: Autores, 2026.

As Estrelas Verdes (Figura 3) indicaram grau de verdura de 50% para a rota 1 e de 55% para a rota 2. O melhor desempenho da rota 2 deve-se principalmente ao uso de uma base degradável e à ausência de excesso de reagente. Ambas as rotas apresentaram maior verdura que o método convencional (40%), que utiliza reagentes de maior periculosidade e atmosfera inerte. Sendo assim, há um ganho de verdura ao utilizar os métodos de síntese propostos neste trabalho. Contudo, a magnetita obtida por coprecipitação reversa não adsorveu o índigo carmim, enquanto a sintetizada por precipitação e oxidação parcial de Fe(II) com tratamento por micro-ondas removeu 62% do corante (Figura 4).

Figura 3: Estrela Verde para as rotas de sínteses das NP-Fe₃O₄ propostas



Fonte: Autores, 2026.

Figura 4: Comparação visual da solução no início e após o processo de adsorção do corante índigo carmim pelas NP-Fe₃O₄ sintetizadas pela rota 2



Fonte: Autores, 2026.

Conclusão

As duas rotas de síntese propostas permitiram a obtenção de nanopartículas de magnetita com propriedades magnéticas adequadas para a separação em meio aquoso. Os resultados das análises de caracterização confirmaram a formação da magnetita, com tamanho médio de partículas na escala nano, apontando o sucesso das sínteses.

A Estrela Verde indicou índices de verdura de 50% e 55% para as rotas 1 e 2, respectivamente, superiores ao método convencional (40%). Além disso, as nanopartículas obtidas pela rota 2 removeram 62% do índigo carmin. Os resultados demonstram a viabilidade de rotas de síntese mais sustentáveis para a produção de nanopartículas de magnetita com potencial aplicação em remediação ambiental.

Referências

BALASUBRAMANYAN, S. *et al.* Selective liquid phase oxidation of cyclohexene over magnetic Fe₃O₄/graphene oxide nanocomposite. **Mater. Chem. Phys.**, v. 211, p. 23–33, 2018.

MACHADO, A. **Introdução às Métricas da Química Verde: uma visão sistêmica.** Florianópolis: Edufsc, 2014, 135p.

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.

MÉTRICAS DE QUÍMICA VERDE. VerdeLab. 2024. Disponível em: https://play.google.com/store/apps/details?id=com.metrics.quimica_verde. Acesso em 04 jul. 2026.

RIBEIRO, M. G. T. C.; COSTA, D. A.; MACHADO, A. A. S. C. Uma métrica gráfica para avaliação holística da verdura de reacções laboratoriais – “Estrela Verde”. **Quim. Nova**, v. 33, n. 3, p. 759–764, 2010.

REDDY, D. H. K.; YUN, Y. S. Spinel ferrite magnetic adsorbents: Alternative future materials for water purification? **Coord. Chem. Rev.**, v. 315, p. 90–111, 2016.

ROY *et al.* Antibacterial and Dye Degradation Activity of Green Synthesized Iron Nanoparticles. **J. Nanomater.**, v. 1, p.1-6, 2022.

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.

WANG, T. *et al.* Adsorption of agricultural wastewater contaminated with antibiotics, pesticides and toxic metals by functionalized magnetic nanoparticles. **J. Environ. Chem. Eng.**, v. 6, n. 5, p. 6468–6478, 2018.