





SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA REVESTIDA COM QUARTZO E RECOBERTAS COM TiO_2 PELO PROCESSO DE CORE SHELL



Geovana de Moura Coccaro
Jordan Correa dos Santos
Orientador: Marcos Carvalho



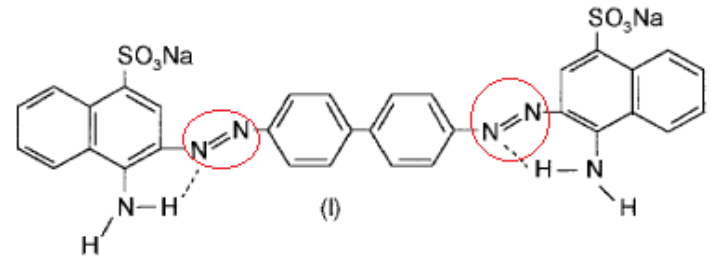
Corante e o Meio Ambiente



<https://vivagreen.com.br/e-bom-saber/tingimento-textil-mais-sustentavel-do-mundo/>

- Um dos maiores problemas ambientais causados pela indústria têxtil é a água residual resultante do tingimento de tecidos de corantes sintéticos do tipo azo
- Os corantes sintéticos podem apresentar riscos toxicológicos, tanto para os seres humanos, quanto para os seres marinhos
- Um dos problemas está relacionado ao impedimento da penetração da luz nos corpos d'água, afetando os seres vivos que dependem dela direta e indiretamente.

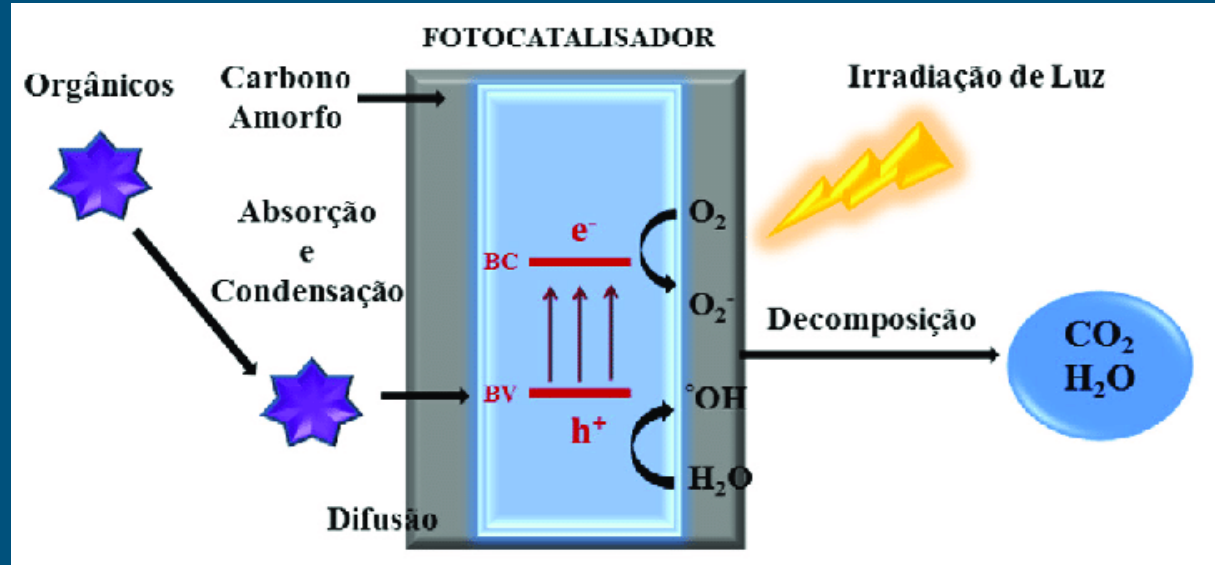
- Esses corantes que possuem a função azo, identificada pela presença de dois átomos de nitrogênio conectados por uma dupla ligação - N=N- e solúveis em água por conta das ligações de hidrogênio
- Exemplo, ao lado, de corante solúvel Vermelho Congo



<https://www.ecycle.com.br/component/content/article/63-meio-ambiente/2004-corantes-roupas-azo-corantes-tingimento-camisetas-o-que-sao-ligacao-azoico.html>

Fotocatálise

- Processo de Oxidação Avançada
 - Degradação de compostos feita com radicais oxidantes e redutores extremamente reativos

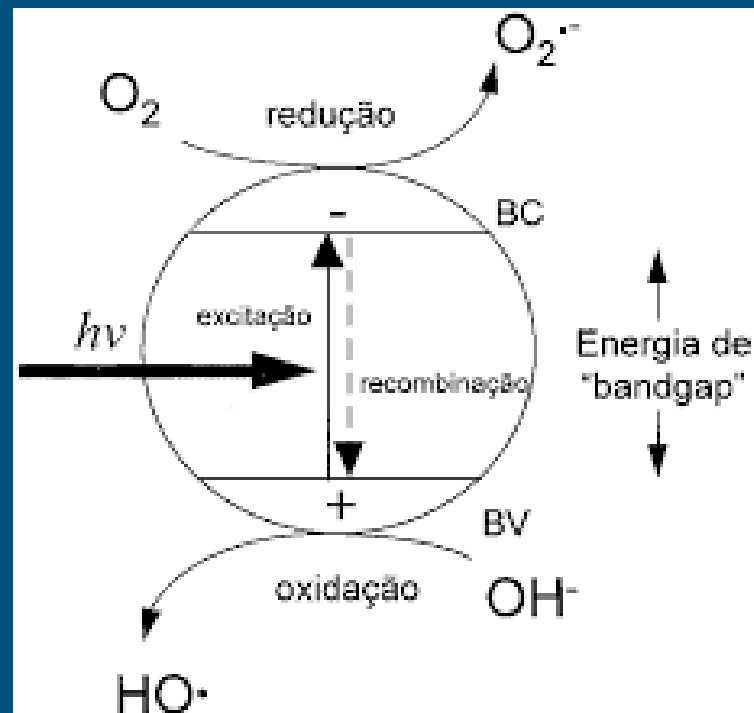


https://www.researchgate.net/figure/Figura-8-Mecanismo-proposto-para-fotocatálise-de-nanoestruturas-CZnO-Adaptado-da-ref_fig4_319365440

- Catálise = Luz
- Dois tipos: Homogênea e Heterogênea
 - Homogênea: Sistema monofásico
 - Heterogênea: Sistema bifásico e utilização de semicondutores
- Aplicação na purificação de águas residuais, por decomposição dos compostos orgânicos

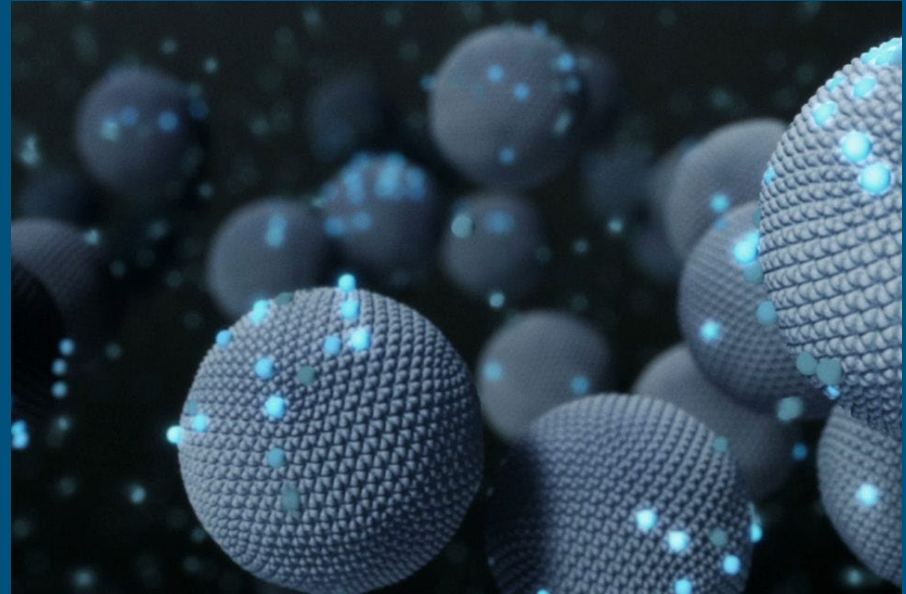
Fotocatálise Heterogênea

- Na fotocatalise heterogênea o catalisador encontra-se no estado sólido
- A ativação do catalisador consiste na irradiação do semiconductor com energia igual ou superior ao valor da sua energia de gap
- Tipos de fotocatalise heterogênea:
 - Leito fixo:
 - Menor área superficial
 - Menor atividade fotocatalítica
 - Suspensão:
 - Maior área superficial
 - Maior atividade fotocatalítica
 - Dificuldade na filtração
 - Magnetismo:
 - Recuperação fácil dos semicondutores
 - Possibilidade do sistema em suspensão



Nanopartículas Ferromagnéticas

- Compostas por óxido de ferro III (Fe_2O_3)
- Numerosas aplicações em fluidos magnéticos, medicina e tratamento de água residual
- Necessário revestir sua superfície com uma camada para evitar degradação, normalmente utiliza-se óxido de silício
- Possibilidade de remoção via campo magnético
- O revestimento pode ser utilizado para adicionar novas utilidades ao núcleo magnético (Abramson *et al.*, 2009)



<https://elperiodicodelaenergia.com/la-nanotecnologia-el-gran-aliado-de-la-industria-del-petroleo-y-el-gas/>

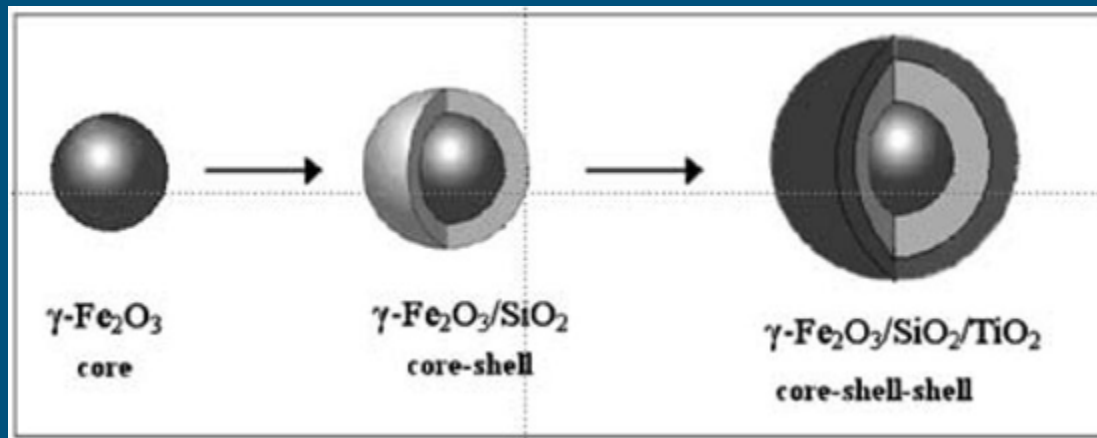
Dióxido de titânio - TiO_2

- Quatro diferentes formas: anatase, rutilo, brookita e amorfo
- Propriedade de transferência de elétrons por foto-indução associada à fase de anatase estável
- Degussa P25 é constituída por 80% de anatase e 20% rutilo
- Forma esférica
- Diâmetro médio entre 65 e 85 nm e área superficial igual a $49 \pm 2 \text{ m}^2/\text{g}$
- Alta área superficial
- Melhor atividade fotocatalítica
- Comprimento de onda ideal: radiação ultravioleta com comprimento de onda igual a 420nm.
- Limitadas para fotocatalise, só apresentam atividade na presença de uma fonte ultravioleta



<https://www.indiamart.com/proddetail/titanium-dioxide-tio2-nanoparticles-14124750012.html>

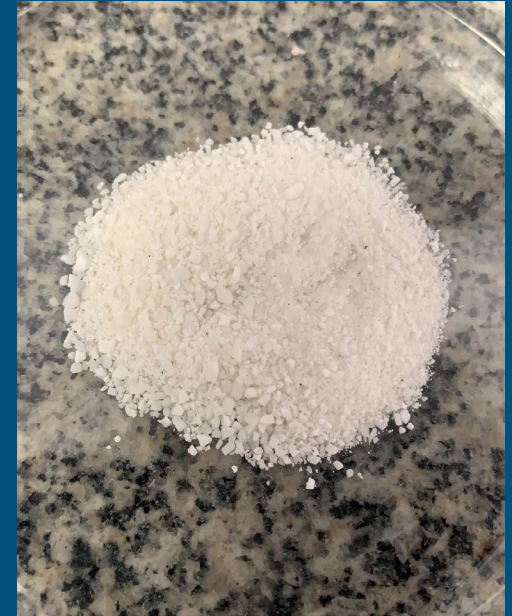
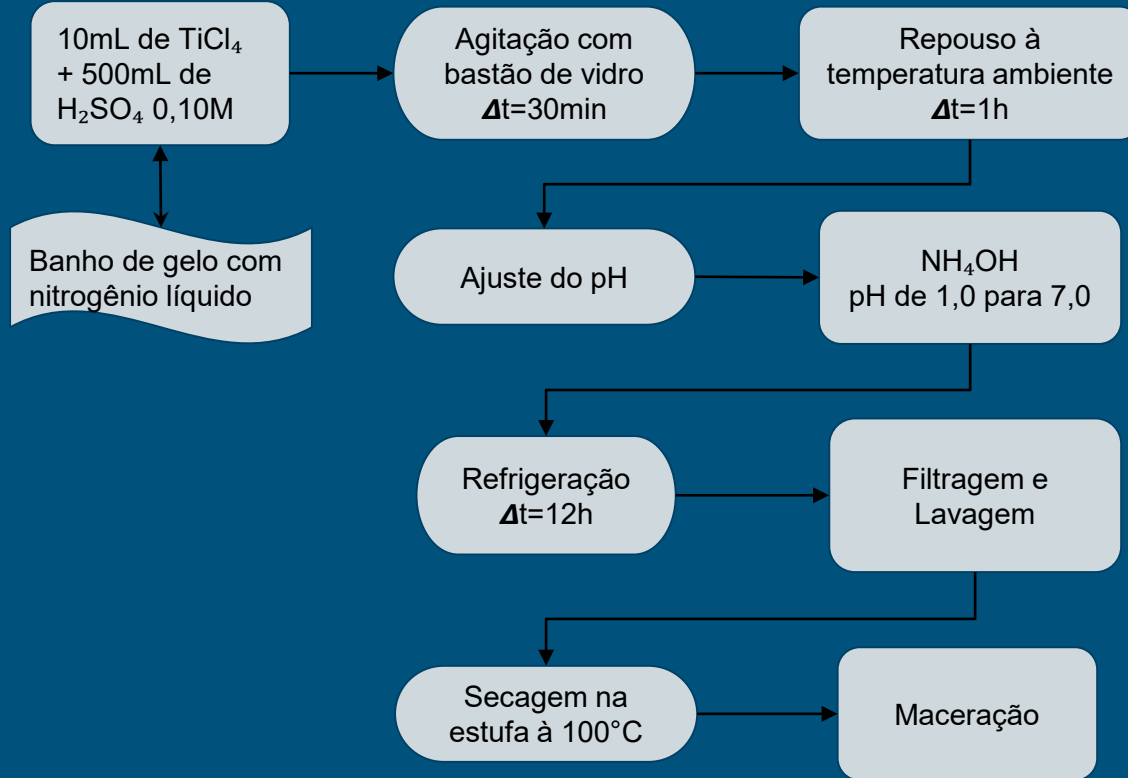
Proposta: Recobrimento



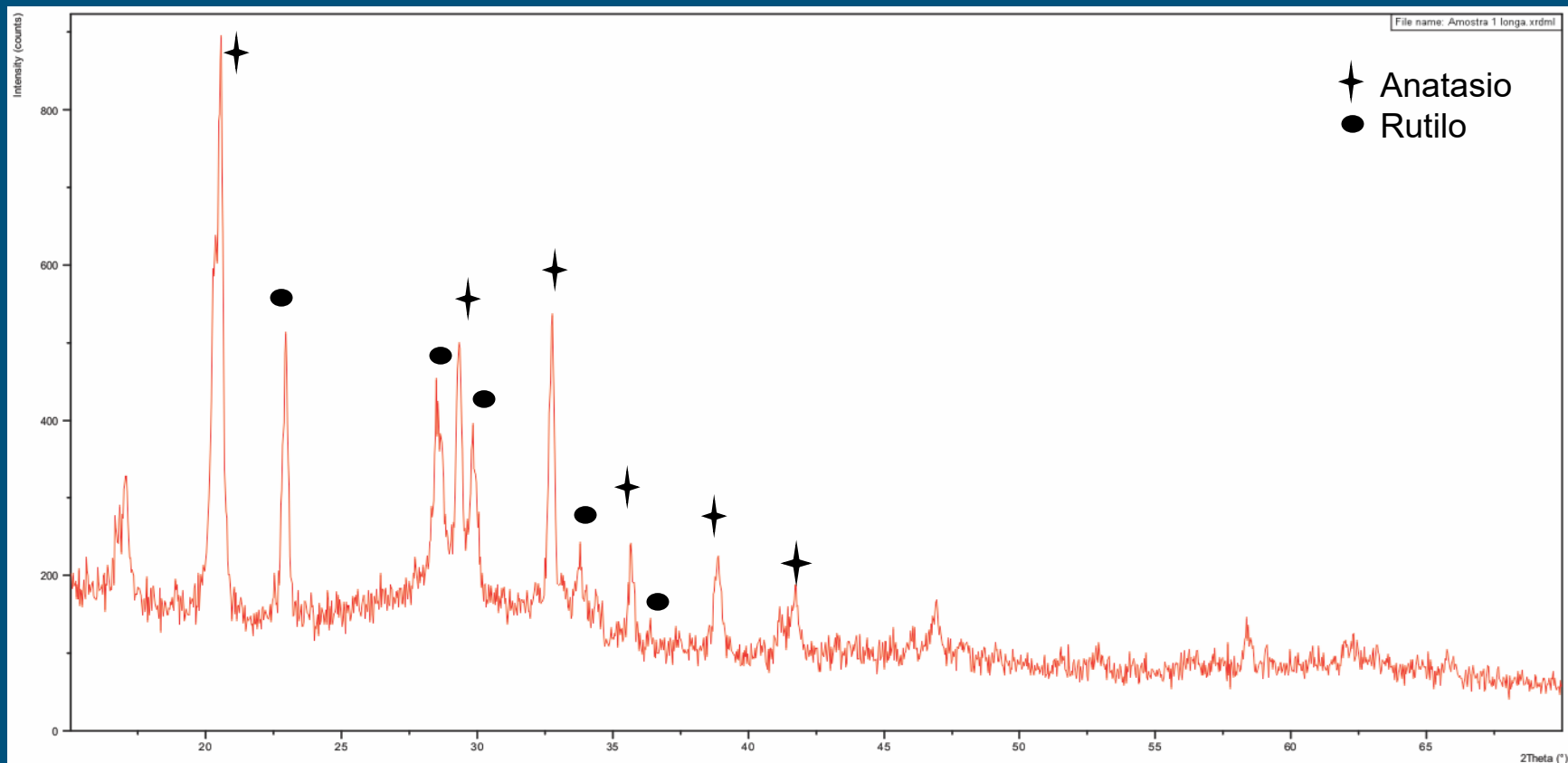
- Elaboração de uma espécie de fotocatalisador magneticamente separado, composto por três camadas
- Centro óxido de ferro III (Fe_2O_3)
- Revestido por uma camada Sílica (SiO_2)
- Camada exterior é constituída por Dióxido de titânio (TiO_2)

Síntese do TiO₂

Procedimento 1



Resultados - DRX



Resultados - Fotocatálise na luz ultravioleta

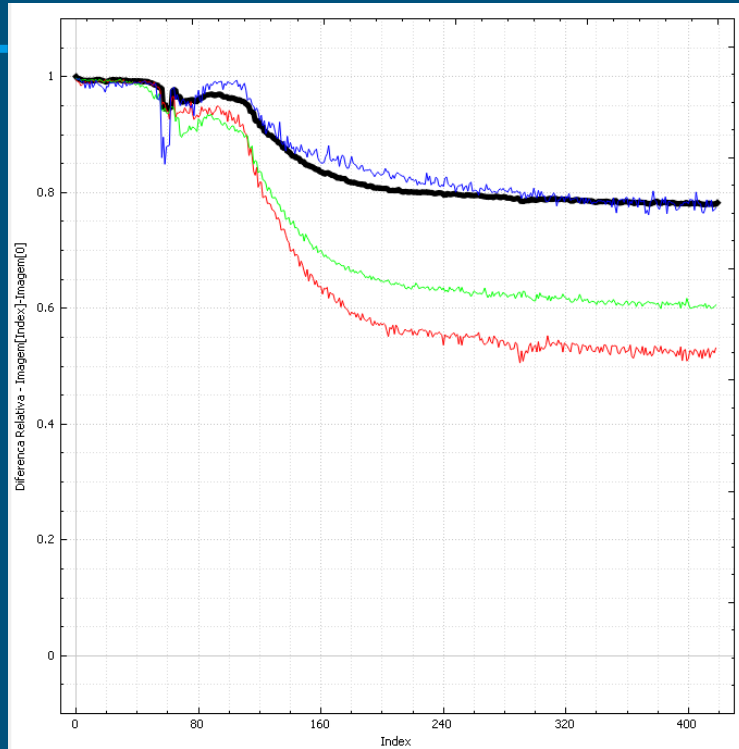
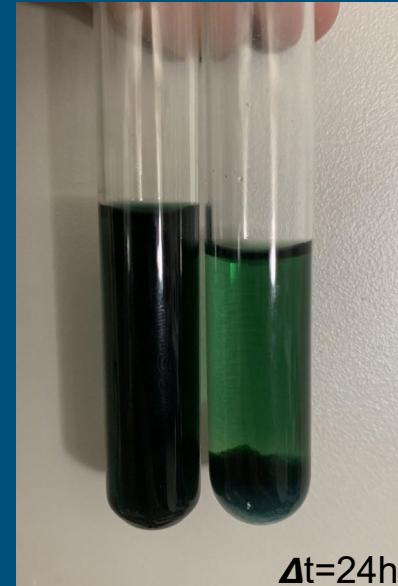
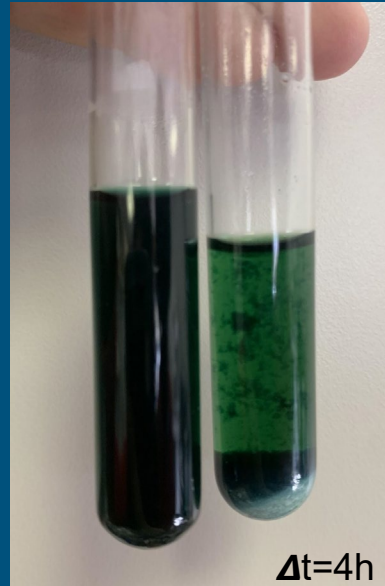
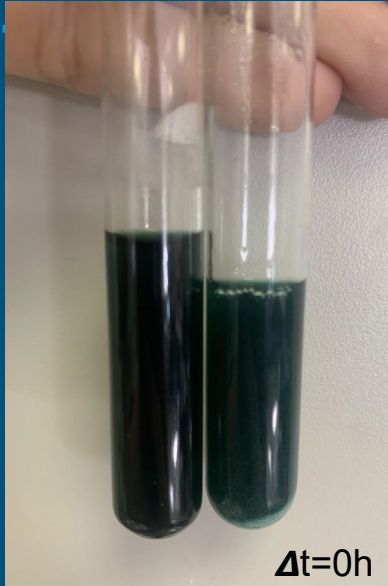
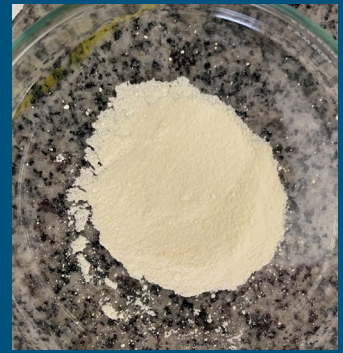
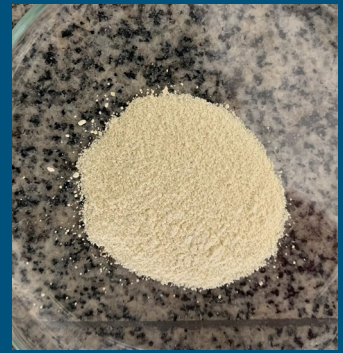
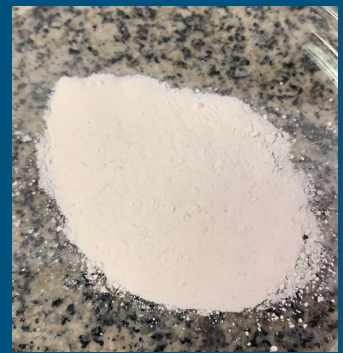
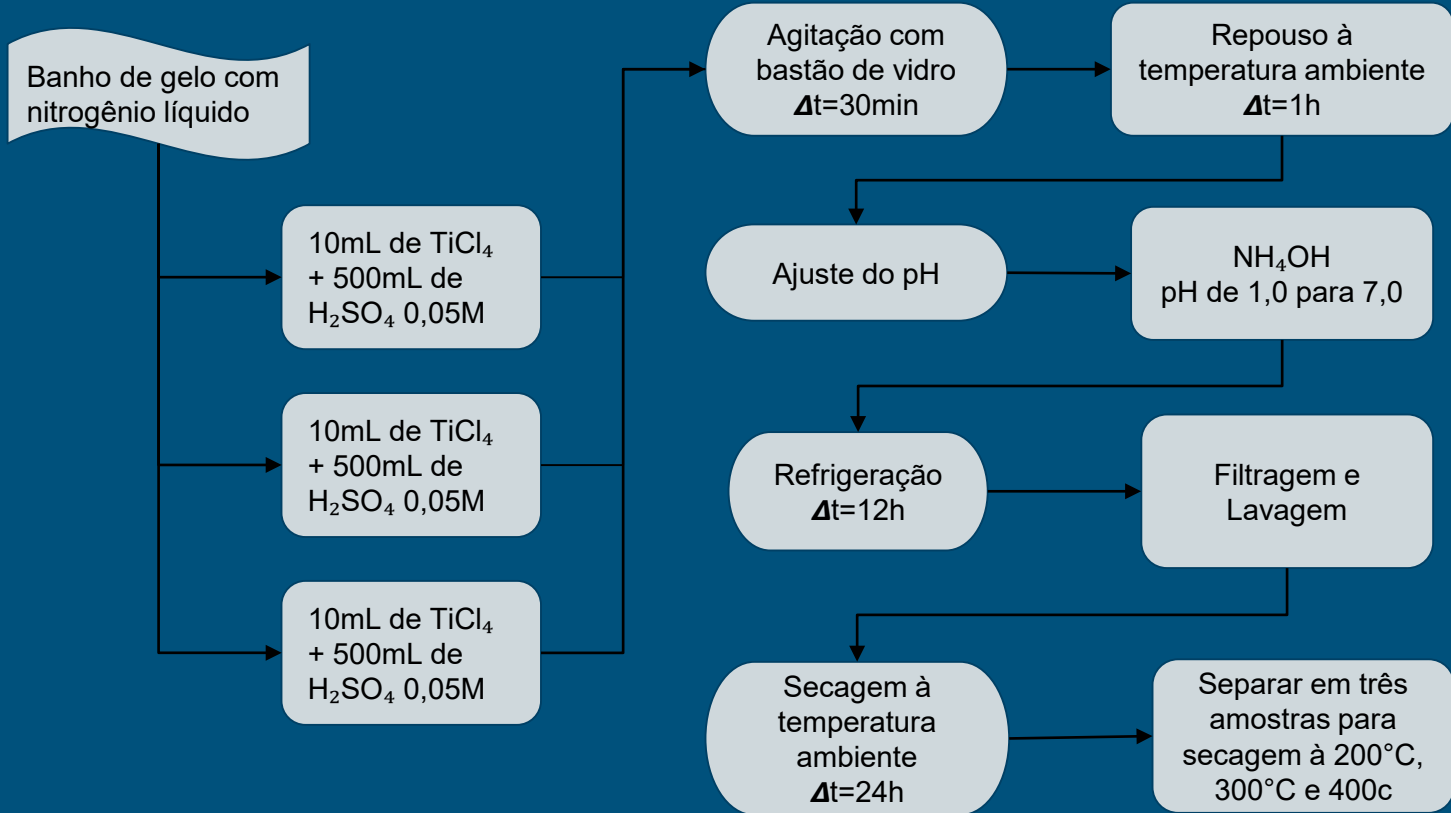


Gráfico Variação relativa x Tempo

Resultados - Fotocatálise na luz visível

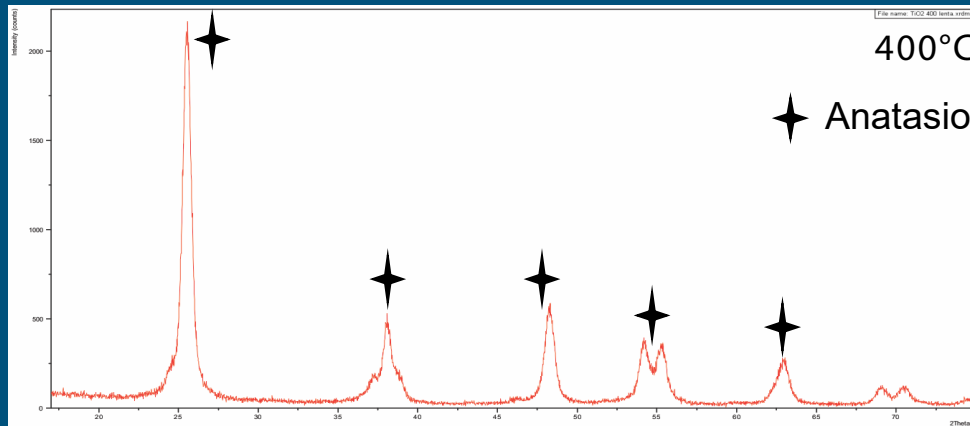
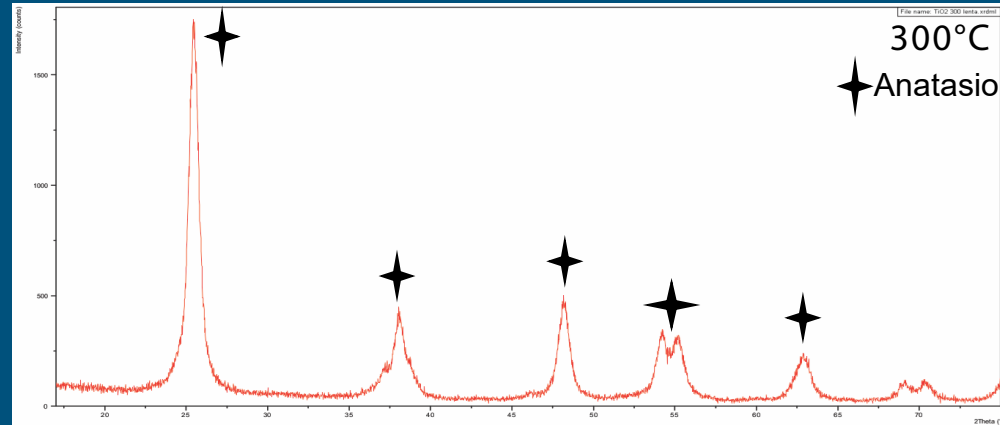
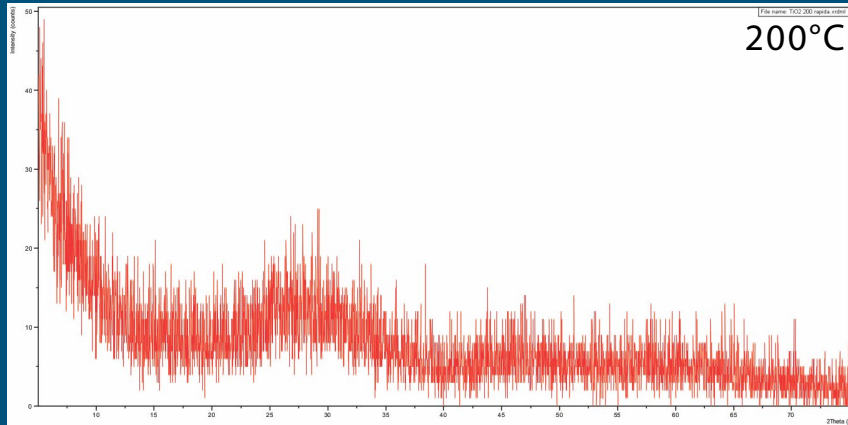


Procedimento 2 - Alterando as concentrações



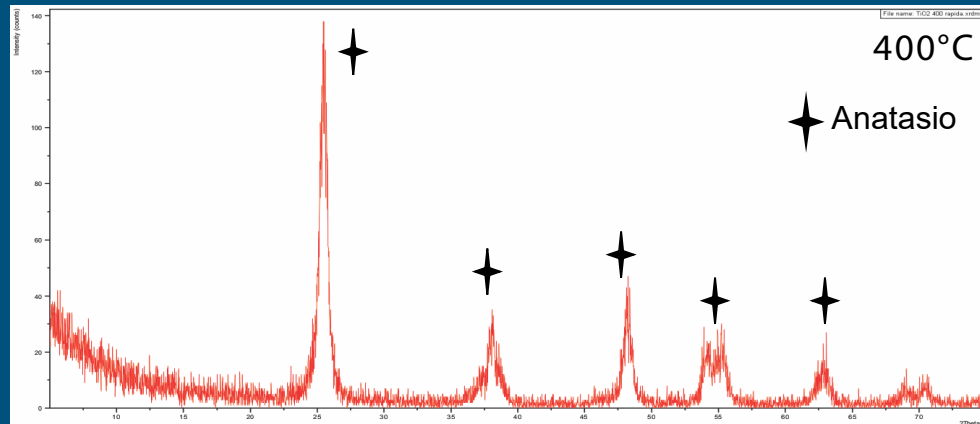
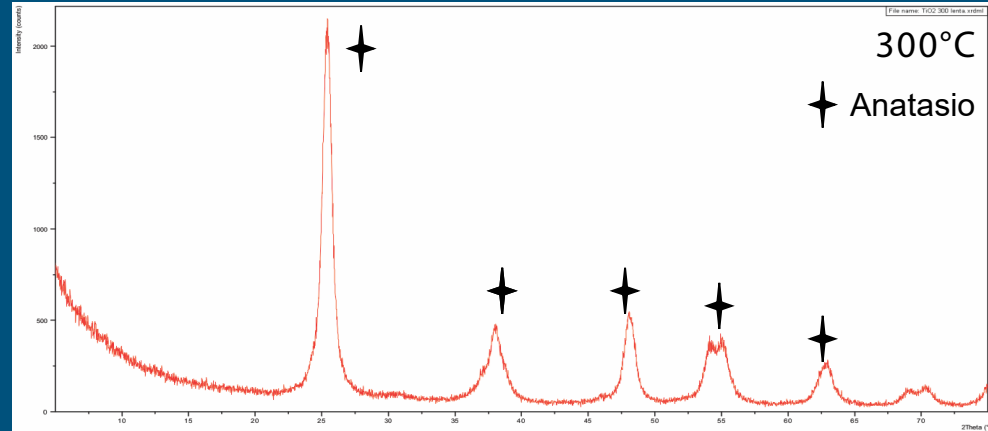
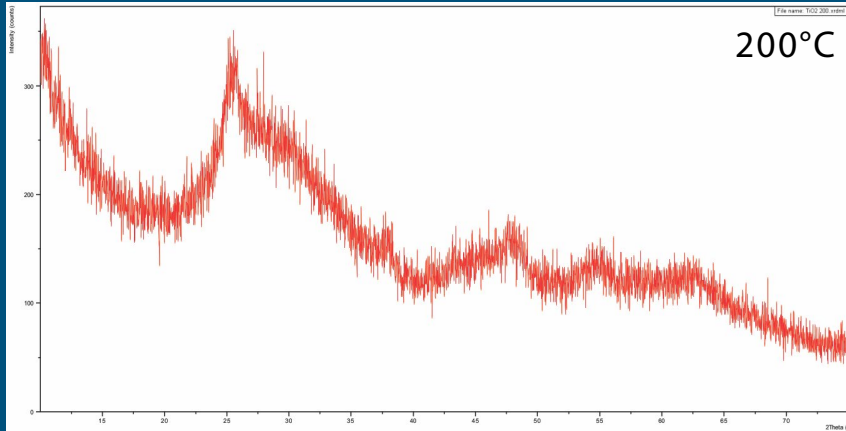
Resultados - DRX

TiO₂: concentração 0,05M



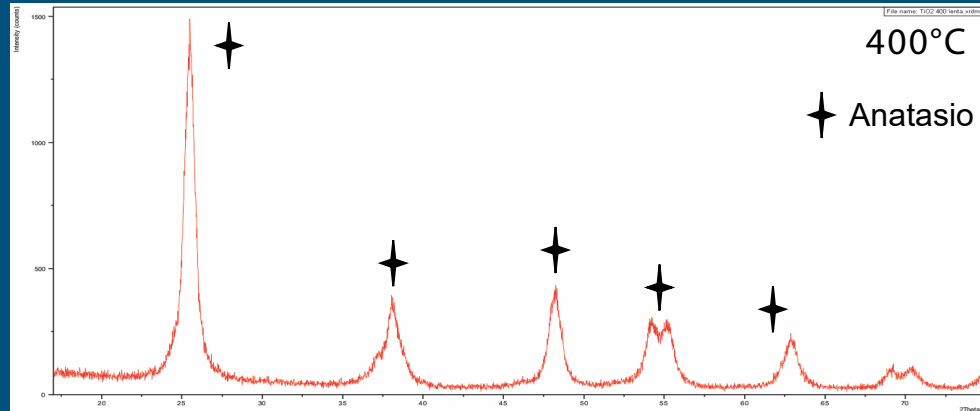
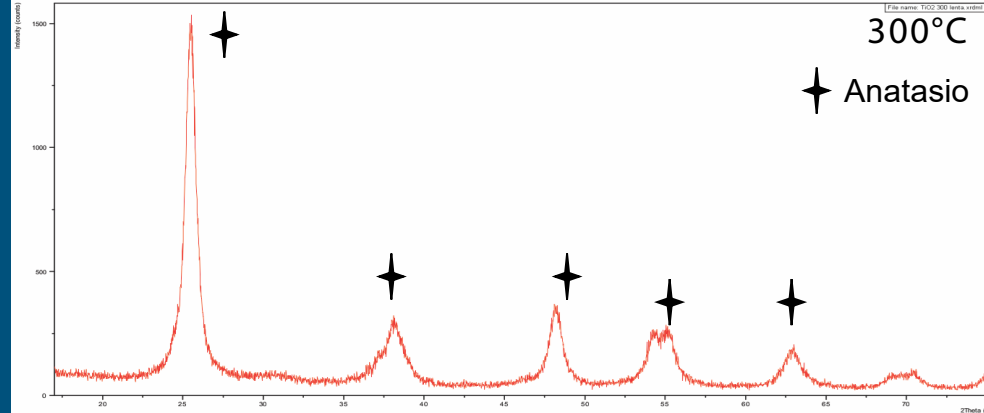
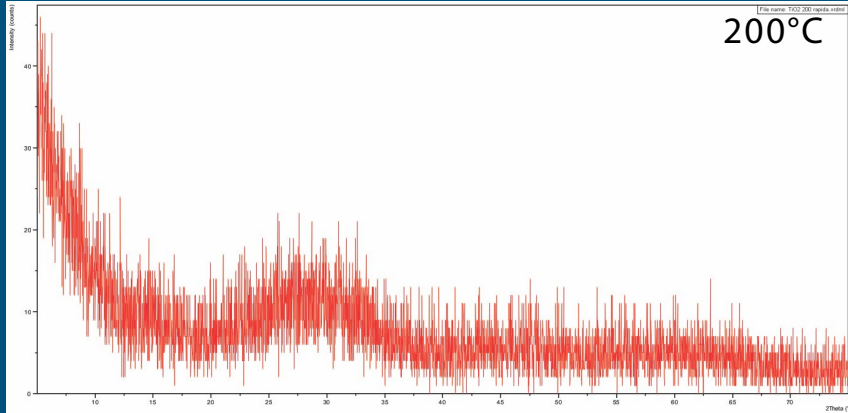
Resultados - DRX

TiO₂: concentração 0,10M



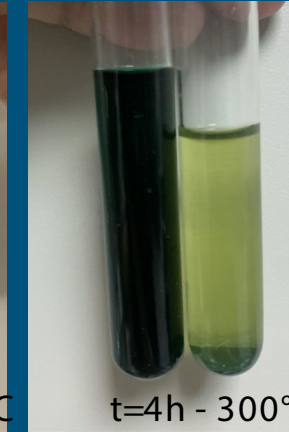
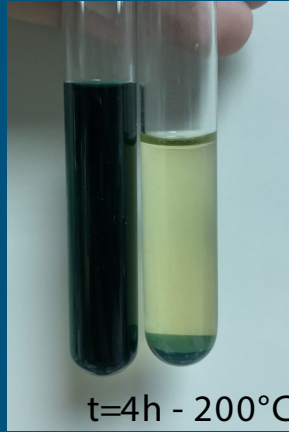
Resultados - DRX

TiO₂: concentração 0,15M



Resultados - Luz Visível

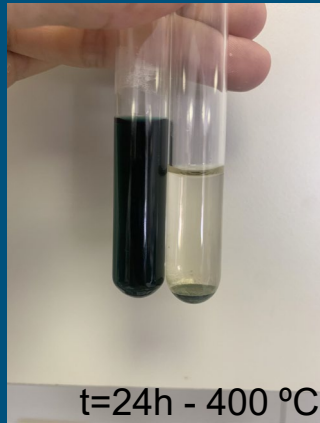
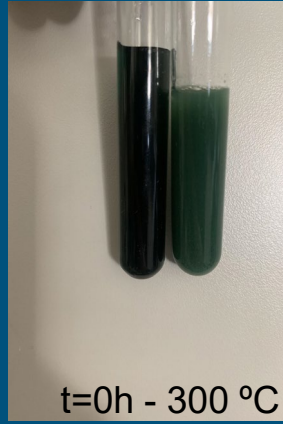
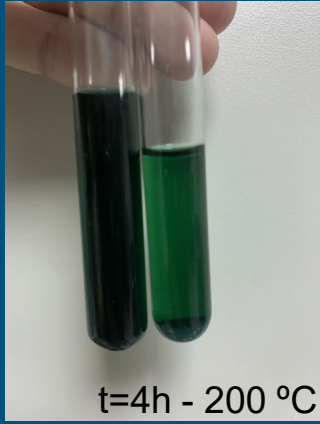
TiO₂: concentração 0,05M



- O secado à 200°C obteve a degradação mais eficiente

Resultados - Luz Visível

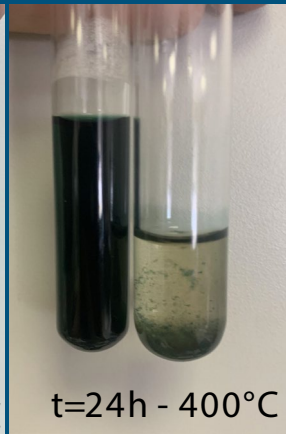
TiO₂: concentração 0,1 M



- O secado à 300 °C obteve a degradação mais eficiente

Resultados - Luz Visível

TiO₂: concentração 0,15M



- O secado a 300 °C obteve a degradação mais eficiente

Resultados - Fotocatálise

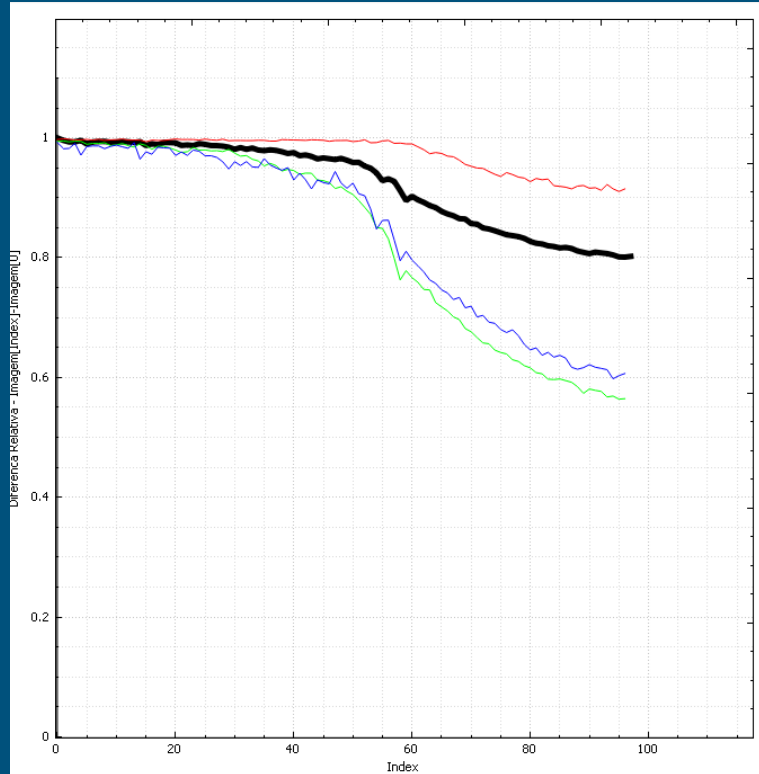
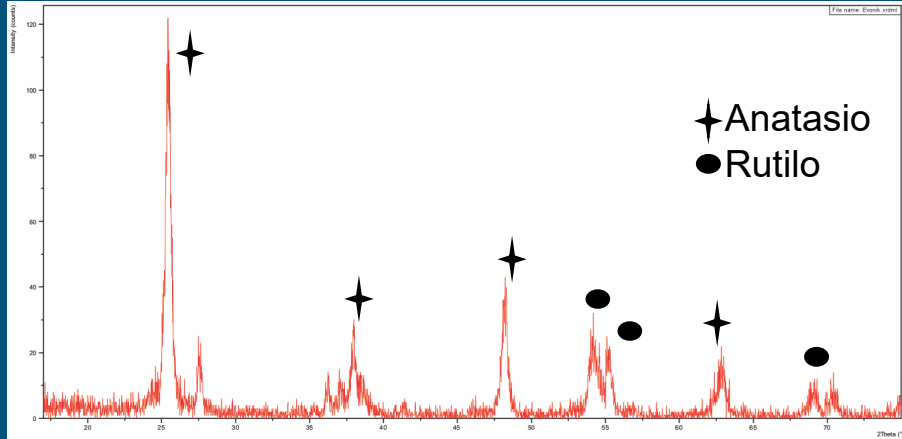
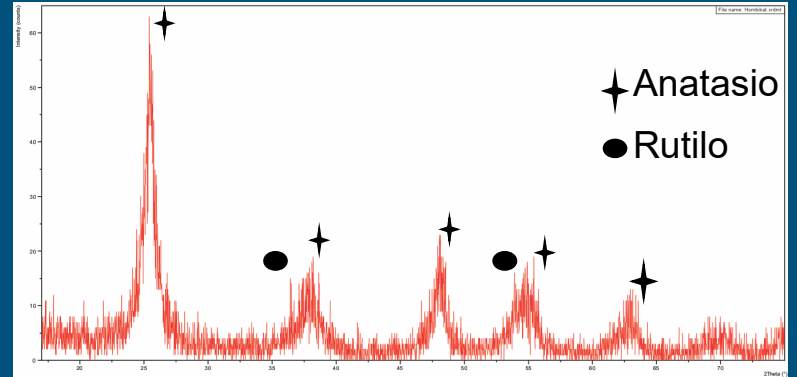


Gráfico Variação Relativa x Tempo

Sintetizado x Comercial

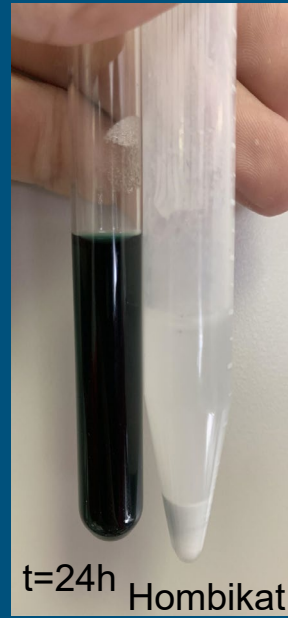


TiO₂ Evonik



TiO₂ Hombikat

Sintetizado x Comercial



Síntese de
Nanopartículas
Ferromagnéticas
por
Co-precipitação

Procedimento

- Preparo da solução principal
 - 250mL de solução 0,225M $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
 - 250mL de solução 0,45 M $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
 - Proporção: $\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 1:2$
- Ajuste de pH
 - 210mL de solução 4M NH_4OH
 - Adição = 10mL por minuto
 - Agitador mecânico 1500 rpm
 - $\text{pH}_{\text{inicial}} = 1,6$
 - $\text{pH}_{\text{final}} = 9,8$
- Lavagem
 - Alternância entre lavagens com água mili-q e álcool etílico
 - Decantação magnética entre as lavagens
 - $\text{pH}_{\text{final}} = 7$
- Secagem
 - Estufa
 - Temperatura = 60°C ;
- Maceração
 - Gral de ágata
 - $\Delta t = 30$ minutos
 - Acondicionamento: porta-amostra com sílica-gel

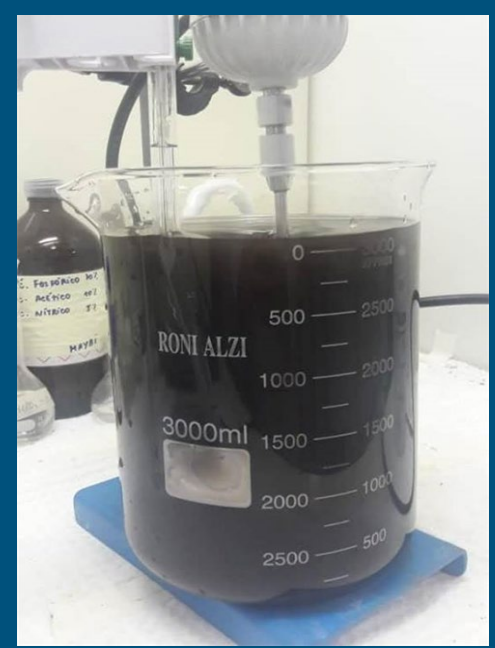


Revestimento das
nanopartículas
com TiO_2
pela técnica core-
shell-shell

Revestimento com Sílica

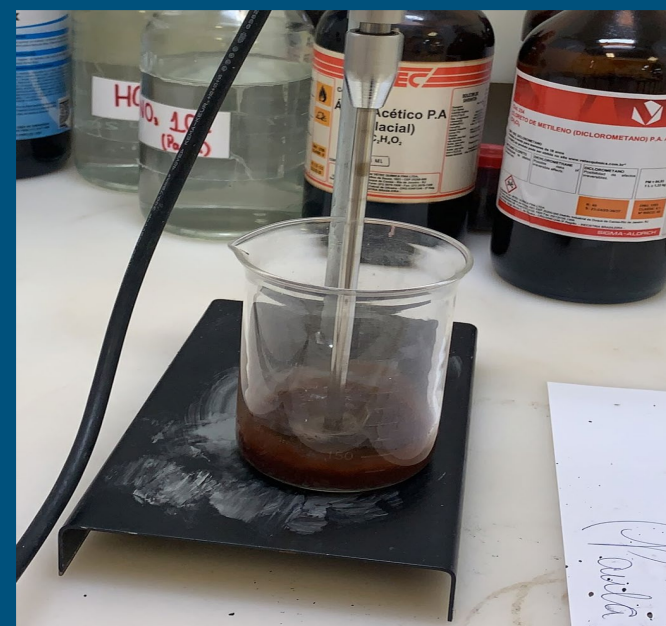
Proporcionar maior estabilidade entre as nanopartículas de ferro e o dióxido de titânio

- 3L de água destilada
- 6g das nanopartículas de ferro produzidas
- Agitador mecânico 1500 rpm; $\Delta t = 12$ horas
 - pHfinal = 7,23
- 100mL de solução 3% de Na_2SiO_3
- Adição: 10mL/min
 - pHfinal = 12,04
- Ajuste de pH:
 - 2mL de HCl 37%
 - pHfinal = 10,18
- Decantação magnética
 - Retirada do excesso de água
- Secagem:
 - Forno: 450°C ; $\Delta t = 30$ min
- Maceração
 - Gral e pistilo
 - Quantidade do material obtido = 5,60g

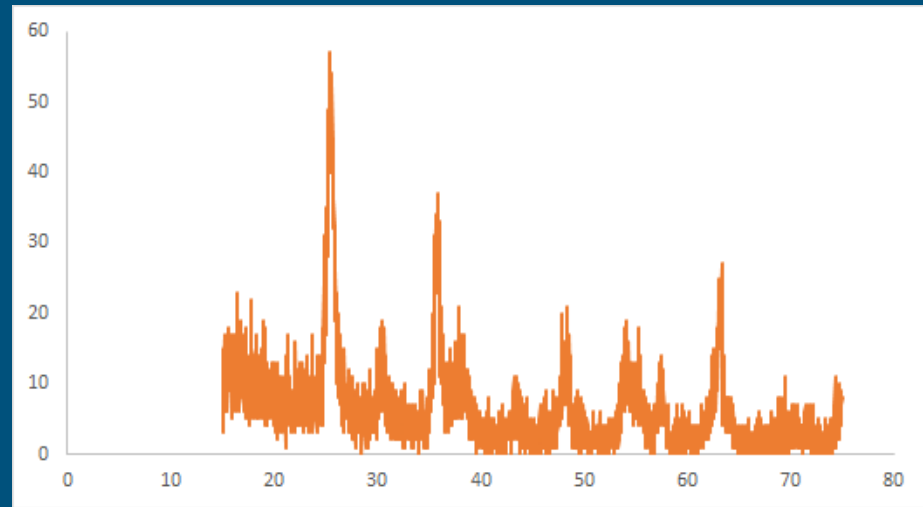
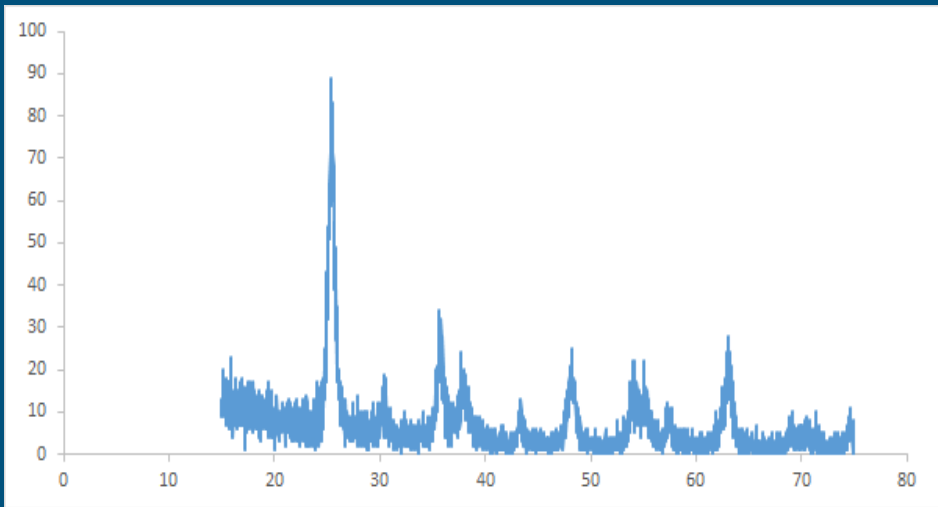


Recobrimento com TiO_2

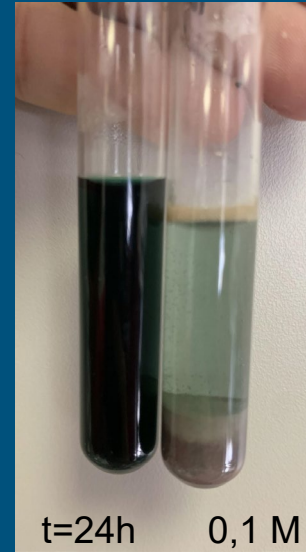
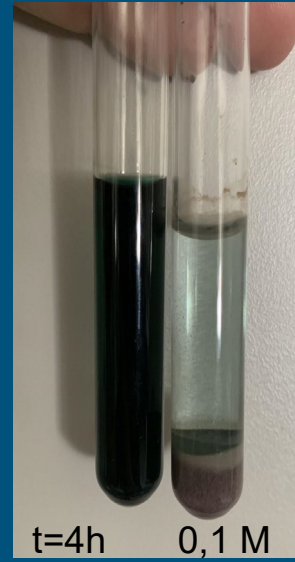
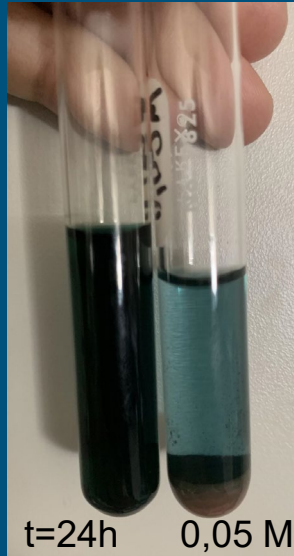
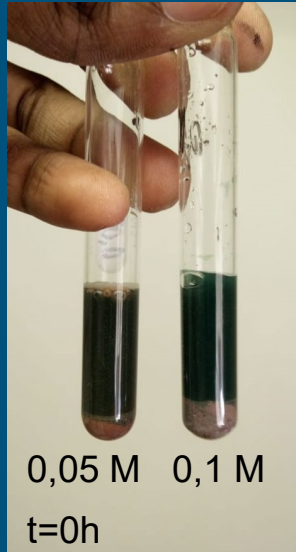
- Dividido em duas partes: a primeira utilizando o TiO_2 com concentração de 0,05M e a segunda com concentração 0,10M
- 1,57g do material revestido
- 19,63mL de água destilada
- Agitador mecânico: 500 rpm; $\Delta t = 30$ minutos
- 1,50g de TiO_2 com concentração 0,05M
- Agitador mecânico: 500 rpm; $\Delta t =$ até obter uma solução homogênea
- Secagem em cadinho de alumina
 - Forno: 450°C ; $\Delta t = 6$ horas
- Maceração



Resultados - DRX



Resultados - Luz Visível



Resultados - Atração Magnética



Referências

<https://www.ecycle.com.br/component/content/article/63-meio-ambiente/2004-corantes-roupas-azo-corantes-tingimento-camisetas-o-que-sao-ligacao-azoico.html>

<https://vivagreen.com.br/e-bom-saber/tingimento-textil-mais-sustentavel-do-mundo/>

https://pt.wikipedia.org/wiki/Fotocat%C3%A1lise#Fotocat%C3%A1lise_heterog%C3%Aanea

<http://professor.ufabc.edu.br/~joseantonio.souza/wp-content/uploads/2015/05/Cap%C3%ADtulo-14-Nanopart%C3%ADculas-Magn%C3%A9ticas-e-suas-Aplica%C3%A7%C3%B5es.pdf>