

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCOMPÓSITO MAGNÉTICO À BASE DE CARVÃO ATIVADO PARA APLICAÇÃO COMO ADSORVENTE

Lucas Eduardo S. da Silva¹; Maria Eduarda M. de Almeida¹; Matheus F. da Costa¹; Queli A. R. de Almeida¹; Luiz Diego S. Rocha²; Luciana R. Marcelo¹

¹*Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia, Duque de Caxias, Rio de Janeiro, Brasil, 25050-100.*

²*Universidade Federal do Rio de Janeiro, Laboratório de Geologia Sedimentar - Lagesed, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, Brasil, 21941-916*

familiaedu2606@gmail.com

Palavras-Chave: Nanomateriais, Adsorção, Separação magnética.

Introdução

A água é um recurso essencial à sobrevivência de todos os seres vivos e o seu fornecimento em quantidade e qualidade é fundamental para a manutenção da vida humana. O crescimento industrial e a urbanização têm acarretado a liberação de poluentes no ambiente, comprometendo a qualidade dos recursos hídricos e tornando a água imprópria para o consumo (Khan; Malik, 2019; Mehta; Mazumdar; Singh, 2015). Por isso, é de suma importância o desenvolvimento de métodos para a remoção desses contaminantes em água.

Nos últimos anos, pesquisas mostraram que os nanomateriais atuam como promissores adsorventes na remediação de água contaminada por poluentes inorgânicos e orgânicos (Lu; Astruc, 2018; Roy *et al.*, 2022; Singh *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2016). As nanopartículas magnéticas à base ferro, principalmente a magnetita (Fe_3O_4), têm atraído atenção significativa devido às suas características únicas, como alta reatividade, modificabilidade superficial e excelentes propriedades magnéticas. Por outro lado, as nanopartículas de magnetita podem ser instáveis em meio aquoso, além de terem a tendência em se agregarem por apresentarem tamanho nano, comprometendo o seu desempenho como adsorvente (Marcelo *et al.*, 2021). Uma forma de contornar esse problema é combinar as nanopartículas de Fe_3O_4 com outros materiais. Para esse fim, o carvão ativado (CA) pode ser uma boa escolha, visto que o CA é um dos adsorventes mais utilizados para a remoção de poluentes orgânicos em solução aquosa por conta da sua alta área superficial específica (Tabi *et al.*; 2022).

A combinação das nanopartículas de Fe_3O_4 com os materiais de carbono proporciona a obtenção de um material aprimorado, denominado nanocompósito. Esses novos nanomateriais beneficiam-se das propriedades individuais de cada componente da estrutura, permitindo a obtenção de materiais com funcionalidades melhoradas e potenciais aplicações tecnológicas em várias áreas (Tancredi *et al.*, 2018). No caso do nanocompósito CA- Fe_3O_4 , o carvão ativado irá proporcionar um aumento na capacidade adsorptiva, além de atuar como material suporte para as nanopartículas de Fe_3O_4 , inibindo sua lixiviação, enquanto as nanopartículas de Fe_3O_4 irão conferir propriedades magnéticas ao adsorvente (Mandeep; Gulati; Kakkar, 2020).

Embora os nanocompósito magnéticos à base de carbono sejam apresentados como um material adsorvente promissor para a remediação ambiental, estudos mais detalhados direcionados aos métodos de síntese são necessários. As condições de síntese podem interferir nas propriedades físico-químicas do adsorvente. Além disso, a proporção entre as nanopartículas magnéticas e o carvão ativado deve ser adequada para que o material tenha propriedade magnética suficiente para a separação da solução aquosa sem comprometer a capacidade adsorptiva proporcionada pelo material de carbono.

Neste contexto, este trabalho teve como objetivo a síntese do nanocompósito CA- Fe_3O_4 pelo método de coprecipitação *in situ* modificado, empregando a síntese reversa, na qual utiliza-se somente $Fe(II)$ como precursor e atmosfera não controlada.

Material e Métodos

Para a síntese do nanocompósito magnético à base de carvão ativado, foi empregada a coprecipitação *in situ*, que consiste em realizar a coprecipitação dos íons de ferro na presença do CA (Baig *et al.*, 2019). Além disso, foi empregado o método de síntese reversa, em que o precursor é adicionado à solução da base.

A síntese foi realizada em duas proporções em massa de CA:Fe₃O₄ (2:1 e 1:2). Para isso, foi adotado o seguinte procedimento: com o auxílio de uma bureta, 50,00 mL de solução de FeSO₄.7H₂O 0,2 mol L⁻¹ foi adicionado gota a gota em um balão contendo 50,0 mL de solução de NH₄OH (1:4 v/v) e o carvão ativado. Para a proporção 2:1 foi adicionado ao balão 1,54 g de carvão ativado comercial, enquanto para a proporção 1:2 foi adicionado 0,38 g de carvão ativado comercial. A cada 10,00 mL da solução de Fe(II), o sistema ficou agitando por 10 min. Após a quinta adição, o sistema foi mantido em agitação por 1 h. Por fim, o nanomaterial foi separado com ímã, lavado com água deionizada até pH 7 e seco a 50 °C por cerca de 3 h.

Após a síntese, o nanocompósito foi caracterizado por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS).

O espectro de FTIR foi obtido usando o método de amostragem de Reflectância Total Atenuada (ATR), cuja análise não requer qualquer preparação ou diluição das amostras. A análise foi realizada no intervalo de 4000 a 400 cm⁻¹, com resolução de 1 cm⁻¹. Na análise de difração de raios X foi empregada radiação K α do Cu ($\lambda = 1,5405$ Å), em 2 θ na faixa de 2° a 80° e intervalos de 0,02°. As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura foram adquiridas sob uma tensão de aceleração de 20 kV, sem cobertura metálica. Para isso, o material, em pó, foi fixado em fita de carbono dupla face sob o porta-amostra do equipamento (*stub*). As imagens foram utilizadas para a aquisição dos dados EDS.

Além da síntese, foi realizado um ensaio de adsorção preliminar para avaliar o potencial do material para a remoção de poluentes em solução aquosa. Empregou-se 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 em concentração inicial de 50 mg L⁻¹, sob agitação em um agitador orbital (220 rpm), durante 1 hora. O sobrenadante foi separado do adsorvente por um ímã e a quantidade remanescente de corante determinada por espectrofotometria UV-vis no comprimento de onda de 609 nm.

Resultados e Discussão

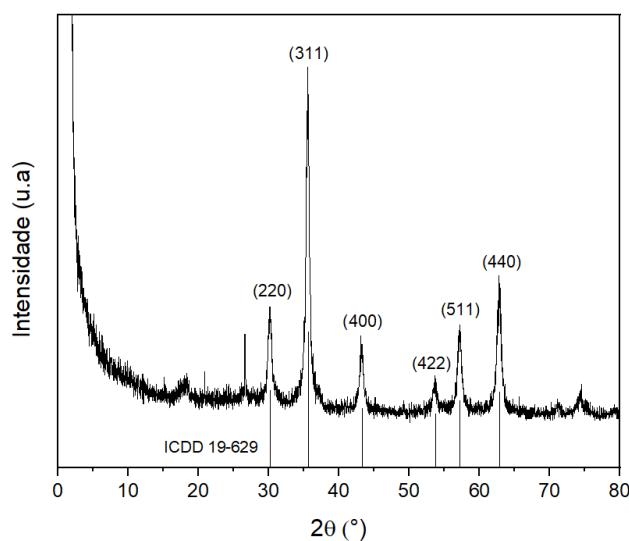
O material obtido pela síntese em que se usou a proporção em massa 2:1 de CA:Fe₃O₄ não exibiu propriedades magnéticas suficientes para uma boa separação do adsorvente da solução aquosa. Porém, quando realizada a síntese com proporção 1:2 de CA:Fe₃O₄, o material apresentou propriedade magnética adequada para a separação. O caráter superparamagnético é uma vantagem particular, pois possibilita a fácil separação de solução aquosa (Samanth *et al.*, 2024). Sendo assim, os resultados expostos abaixo dizem respeito ao material obtido utilizando proporção 1:2.

Pela Figura 1 é possível observar que o material apresentou uma coloração preta e comportamento magnético, que pode ser um indicativo da presença da magnetita no nanomaterial sintetizado.

Figura 1 – Imagem do nanocompósito CA-Fe₃O₄ obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado

Fonte: Autores, 2025.

Na Figura 2 é apresentado o difratograma do material sintetizado. A análise de DRX revelou um pico em 2θ próximo a 20° , relacionado ao carbono (Samanth *et al.*, 2023). Observa-se que esse pico não é muito intenso, provavelmente devido à proporção tomada de CA:Fe₃O₄ (1:2). Além disso, foram observados picos característicos da magnetita em $2\theta = 30^\circ$, $35,6^\circ$, $43,3^\circ$, $57,3^\circ$ e $62,9^\circ$, correspondendo aos planos (220), (311), (400), (440) e (511), respectivamente (Joshi *et al.*, 2019). Esses resultados são consistentes e estão de acordo com os encontrados em trabalhos similares relatados na literatura (Priyan *et al.*, 2022; Samanth *et al.*, 2024; Qin *et al.*, 2024).

Figura 2 – Difratograma do nanocompósito CA-Fe₃O₄ obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado

Fonte: Autores, 2025.

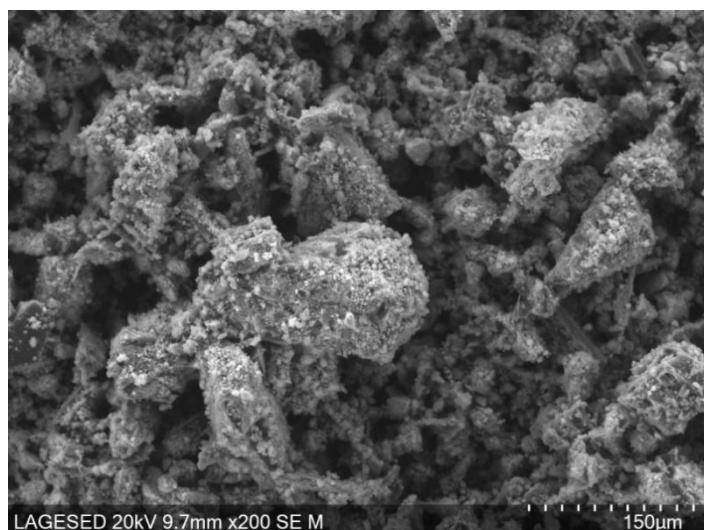
Outra informação fornecida pelo DRX é o tamanho do cristalito, que pode ser calculado pela equação de Scherrer - Equação (1) (Patterson, 1939). Para o cálculo do tamanho do cristalito das partículas de CA-Fe₃O₄, o pico de difração em $2\theta = 35,6^\circ$ (311) foi usado e o valor estimado foi de 15,0 nm, confirmando a formação de um nanomaterial.

$$D = \frac{K\lambda}{B\cos\theta} \quad (1)$$

onde, D : tamanho médio do cristalito (nm), K : fator de forma, que é de aproximadamente 0,9 para magnetita, λ : comprimento de onda d radiação (0,154 nm), B : largura na metade da altura do pico de difração em $2\theta = 35,6^\circ$.

A imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (Figura 3) mostrou que o material apresenta superfície porosa e irregular com uma distribuição também irregular de nanopartículas de Fe_3O_4 impregnadas. A presença de nanopartículas de Fe_3O_4 agregadas indicou uma interação bem-sucedida entre a superfície do CA e essas nanopartículas durante o processo de preparação (Saygılı; Saygılı, 2022). O resultado encontrado é semelhante à imagem obtida no trabalho de Qin e colaboradores (2024), porém com uma maior presença de nanopartículas de Fe_3O_4 , devido ao uso de uma maior proporção.

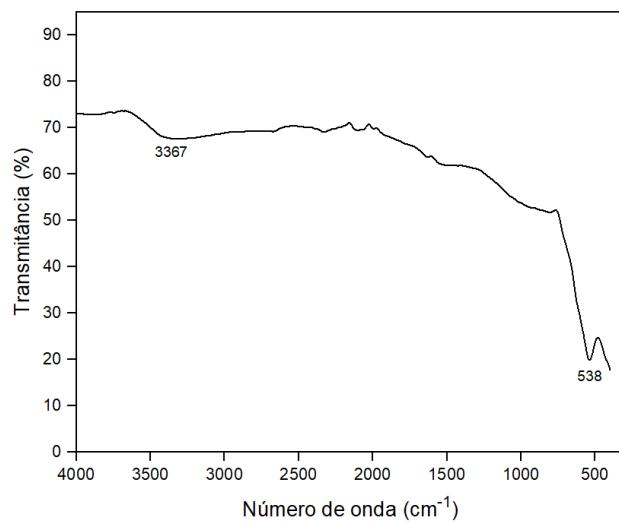
Figura 3 – Imagem fornecida por MEV do nanocompósito CA- Fe_3O_4 obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado



Fonte: Autores, 2025.

O resultado da análise de FTIR do material produzido está apresentado na Figura 4, em que é possível verificar uma banda em 538 cm^{-1} , que é característica da ligação Fe-O da estrutura da magnetita, o que permite confirmar que o óxido de ferro formado é o Fe_3O_4 (D'Cruz *et al.*, 2020). Já a banda em 3367 cm^{-1} é comumente ligada à banda de O-H (Yang *et al.*, 2016). Não foram observadas no espectro outras bandas de grupos funcionais presentes no carvão ativado, possivelmente devido à proporção tomada para a síntese.

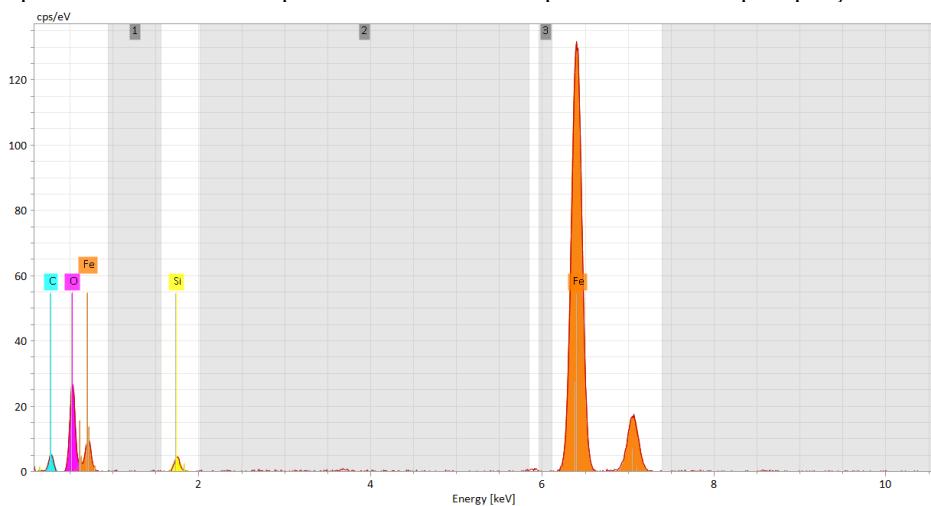
Figura 4 – Espectro de FTIR do nanocompósito CA- Fe_3O_4 obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado



Fonte: Autores, 2025.

A análise elementar dos materiais foi investigada por espectroscopia dispersiva de energia de raios X, cujo espectro EDS é apresentado na Figura 5. O espectro exibiu sinais referentes aos elementos Fe, C e O, indicando que a síntese do nanocompósito CA- Fe_3O_4 foi bem sucedida. A presença do Fe e do O é correspondente às nanopartículas magnéticas de Fe_3O_4 (Rajendran *et al.*, 2024). Enquanto a presença do C, por sua vez, diz respeito à parcela de carvão ativado do material.

Figura 5 – Espectro EDS do nanocompósito CA- Fe_3O_4 obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado



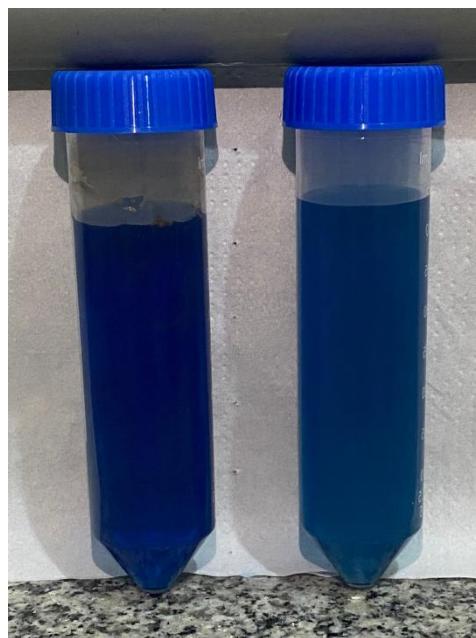
Fonte: Autores, 2025.

Em relação ao ensaio de adsorção preliminar, nas condições realizadas (150 mg de adsorvente, 50,0 mL de solução do corante, concentração inicial de 50 mg L⁻¹, tempo de agitação de 1 h), foi obtida uma porcentagem de remoção de 47%, calculada pela Equação 2. Tal resultado pode ser visualmente observado na Figura 6, por meio da comparação da coloração da solução antes e depois do ensaio de adsorção. Conforme a figura, verifica-se que houve uma diminuição na intensidade da cor. Sendo assim, esse ensaio preliminar evidencia o potencial do nanocompósito sintetizado para a remoção de poluentes orgânicos.

$$\% Adsorção = \frac{(C_0 - C_f)}{C_0} \times 100 \quad (2)$$

onde, C_0 : concentração inicial de corante (mg L^{-1}) e C_f :concentração remanescente de corante (mg L^{-1}).

Figura 6 – Resultado do ensaio de adsorção preliminar do corante índigo carmim pelo nanocompósito CA- Fe_3O_4 obtido pelo método de coprecipitação *in situ* modificado



Fonte: Autores, 2025.

Conclusões

O método de síntese proposto apresentou capacidade de síntese do nanocompósito magnético à base de carvão ativado, cujo material preparado demonstrou características magnéticas e potencial capacidade adsorptiva.

Os dados das análises de caracterização confirmaram a formação do nanocompósito CA- Fe_3O_4 . A análise de DRX apresentou picos característicos da magnetita e estimou o tamanho do cristalito em 15,0 nm. A imagem adquirida por MEV revelou que o material apresenta superfície porosa e irregular com nanopartículas de ferro agregadas distribuídas irregularmente. O espectro obtido pela análise de FTIR exibiu uma banda característica da ligação Fe-O da estrutura da magnetita, confirmando a formação do Fe_3O_4 . Os resultados obtidos pelos diferentes métodos de caracterização corroboram um com o outro e, tanto na análise de DRX quanto na de FTIR, não foi possível observar claramente a fração carbônica, possivelmente devido à proporção tomada. Contudo, o resultado da análise de EDS mostrou que os componentes principais dos materiais são os elementos carbono, ferro e oxigênio, apontando o sucesso da síntese.

O ensaio de adsorção preliminar realizado demonstrou que o material foi capaz de remover o corante índigo carmim em solução aquosa, sugerindo um possível potencial do nanocompósito CA- Fe_3O_4 para remediação ambiental. As próximas etapas do trabalho serão voltadas para a otimização das condições de adsorção e avaliação da capacidade máxima de adsorção do adsorvente e da sua reutilização.

Agradecimentos

Ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro (IFRJ) - campus Duque de Caxias, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), aos laboratórios de Geologia Sedimentar (Lagesed) e de Tecnologia Industrial Farmacêutica (LabTIF) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

Referências

BAIG, N. *et al.* Graphene-based adsorbents for the removal of toxic organic pollutants: A review. **Journal of Environmental Management**, 244, 370–382, 2019.

D'CRUZ, B. *et al.* Efficient and recoverable magnetic AC–Fe₃O₄ nanocomposite for rapid removal of promazine from wastewater. **Materials Chemistry and Physics**, 240, 122109, 2020.

JOSHI, S. *et al.* Applications of Fe₃O₄@AC nanoparticles for dye removal from simulated wastewater. **Chemosphere**, 236, 124280, 2019.

KHAN, S. T.; MALIK, A. Engineered nanomaterials for water decontamination and purification: From lab to products. **Journal of Hazardous Materials**, 363, 295–308, 2019.

LU, F.; ASTRUC, D. Nanomaterials for removal of toxic elements from water. **Coordination Chemistry Reviews**, 356, 147–164, 2018.

MANDEEP; GULATI, A.; KAKKAR, R. Graphene-based adsorbents for water remediation by removal of organic pollutants: Theoretical and experimental insights. **Chemical Engineering Research and Design**, 153, 21–36, 2020.

MARCELO, L. R. *et al.* Synthesis of iron-based magnetic nanocomposites and applications in adsorption processes for water treatment: a review. **Environ Chem Lett**, 19, 1229–1274, 2021.

MEHTA, D.; MAZUMDAR, S.; SINGH, S. K. Magnetic adsorbents for the treatment of water/wastewater-A review. **Journal of Water Process Engineering**, 7, 244–265, 2015.

PATTERSON, A. L. The scherrer formula for X-ray particle size determination. **Physical Review**, 56(10), 978–982, 1939.

QIN, N. *et al.* Economical magnetic activated carbon for methylene blue removal from water. **Next Sustainability**, 4, 100057, 2024.

RAJENDRAN, J. *et al.*, Methylene blue and methyl orange removal from wastewater by magnetic adsorbent based on activated carbon synthesised from watermelon shell. **Desalination and Water Treatment**, 317, 100040, 2024.

ROY, A. *et al.* Antibacterial and Dye Degradation Activity of Green Synthesized Iron Nanoparticles. **Journal of Nanomaterials**, 1, 1–6, 2022.

SAMANTH, A. *et al.* Efficient adsorptive removal of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) using biomass-derived magnetic activated carbon nanocomposite in synthetic and simulated agricultural runoff water. **Chemosphere**, 361, 142513, 2024.

SAMANTH, A. *et al.* Enhanced adsorption of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid using low-temperature carbonized *Peltophorum pterocarpum* pods and its statistical physics modeling. **Chemosphere**, 336, 139143, 2023.

SAYĞILI, G. A.; SAYĞILI, H. Fabrication of a magnetic hydrochar composite via an in situ one-pot hydrocarbonization strategy for efficient herbicide removal. **Diamond and Related Materials**, v. 128, 109302, 2022.

SINGH, J. *et al.* Green' synthesis of metals and their oxide nanoparticles: applications for environmental remediation. **Journal of Nanobiotechnology**, 16(84), 1–24, 2018.

TABI, G. A. *et al.* Non-linear modelling of the adsorption of Indigo Carmine dye from wastewater onto characterized activated carbon/volcanic ash composite. **Arabian Journal of Chemistry**, 15, 103515, 2022.

TANCREDI, P. *et al.* Step-by-step synthesis of iron-oxide nanoparticles attached to graphene oxide: A study on the composite properties and architecture. **Materials Research Bulletin**, 107, 255–263, 2018.

PRIYAN, V. V. *et al.* Toxicological assessment and adsorptive removal of lead and Congo Red dye using iron oxide/activated carbon nanocomposite. **Chemosphere**, 286, 131635, 2022.

YANG, S. *et al.*, Role of surface chemistry in modified ACF (activated carbon fiber)-catalyzed peroxymonosulfate oxidation. **Applied Surface Science**, 383, 142–150, 2016.



64º Congresso Brasileiro de Química
04 a 07 de novembro de 2025
Belo Horizonte - MG

ZHANG, Y. *et al.* Nanomaterials-enabled water and wastewater treatment. **NanoImpact**, 3, 22–39, 2016.