



Preparo e caracterização de óxido de ferro suportado em quartzita para aplicações catalíticas

RESUMO

Vitor Hiroyuki Nomura
hironomura@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

Márcio Barreto Rodrigues
marcioutfpr@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, Paraná, Brasil

OBJETIVO: O presente trabalho teve por objetivo a obtenção de óxido de ferro suportado em matriz de quartzita para posteriores estudos em processos fotocatalíticos aplicados a degradação de poluentes prioritários via processos oxidativos avançados. **MÉTODOS:** Foram utilizadas um total de 13 cilindros de mídia comercial de quartzita 15x15mm, as quais foram saturadas de Fe(II) através de sucessivas absorções de solução de Sulfato ferroso 27,20 g.L⁻¹ em pH ≈3 até a incorporação de aproximadamente 100 mg de Fe/mídia com posterior secagem em estufa com circulação forçada de ar a 105°C *overnight*. Para obtenção de óxidos, as mídias secas sofreram nova absorção de solução de NaOH 2mol.L⁻¹ com posterior secagem a 35°C por 24 horas. **RESULTADOS:** Uma caracterização através de difratometria de Raios X revelou um sólido cristalino cujos picos aparentes em 2θ correspondentes a 29,9, 26,6, 36,6, 39,5 e 60,0 confirmaram a estrutura ortorrômbica da fase de goethita suportada (α-FeOOH) com constantes de rede de a = 4,772, b = 9,60 e c = 3,0087Å. **CONCLUSÕES:** Embora tal resultado pareça promissor em função da reconhecida atividade fotocatalítica da goethita, há necessidade de maiores estudos, principalmente voltados a otimização do processo hidrotérmico e caracterização complementar da estrutura e reatividade do óxido suportado.

PALAVRAS-CHAVE: Difração de raios X. Goethita. Quartzita.

1 INTRODUÇÃO

A degradação de poluentes prioritários de reconhecida recalcitrância e toxicidade como pesticidas, compostos fenólicos, corantes azoicos, entre outros, ainda representa um desafio, principalmente porque as tecnologias convencionais (sistemas biológicos) tem demonstrado dificuldades para a remediação de matrizes contaminadas com compostos desta natureza. Por outro lado, há uma classe de processos emergentes, dos denominados processos oxidativos avançados (POA's) que tem demonstrado grande potencialidade para esta finalidade, sendo inúmeros os trabalhos publicados nas últimas décadas.

O sucesso dos POA's tem sido atribuídos pela geração de radicais livres, especialmente o radical hidroxila, HO•, sendo possível a sua geração por diversas maneiras, dando origem a vários tipos de POA's como Fe²⁺/H₂O₂ (fenton), Fe²⁺/H₂O₂/UV-VIS (foto-fenton), UV-H₂O₂ (foto-peróxido), O₃/H₂O₂, ZnO/UV TiO₂/UV (Ribeiro et al., 2015).

Os óxidos/hidróxidos de ferro representam uma classe especial de catalisadores heterogêneos que tem despertado interesse por muitos pesquisadores, dentre eles destacam-se os catalisadores derivados de FeO, Fe₃O₄, Fe₂O₃ e FeOOH. Este último, também denominado de goethita (α-FeOOH) tem sido aplicado com sucesso na degradação de diversos poluentes orgânicos, como ibuprofeno, 2,6-dimetilfenol, corante laranja ácido 7, entre outros (Wang e Bai, 2017). Assim como em qualquer catálise heterogênea, o uso do material em seu estado livre exige ao final do tratamento operações de filtração ou decantação para recuperação do catalisador. Neste contexto, o uso de catalisadores imobilizados em suportes diversos como vidro, celulose, metais, entre outros sem sido estudados. Desta forma, o presente trabalho tem como objetivo a obtenção de óxido/hidróxido de ferro em matriz de quartizita para aplicações em catálise ambiental.

2 METODOLOGIA

2.1 PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE FERRO SUPORTADO EM QUATIZITA

Foram utilizadas um total de 13 cilindros de mídia comercial de quartizita 15x15mm com aproximadamente 3g, as quais foram saturadas de Fe(II) através de sucessivas absorções de solução de Sulfato ferroso 27,20 g.L⁻¹ em pH ≈ 3 até a incorporação de aproximadamente 100 mg de Fe/mídia com posterior secagem em estufa com circulação forçada de ar a 105°C *over night*. Para obtenção de óxidos, as mídias secas sofreram nova absorção de solução de NaOH 2 mol.L⁻¹ com posterior secagem a 35°C ou 105°C por 24 horas.

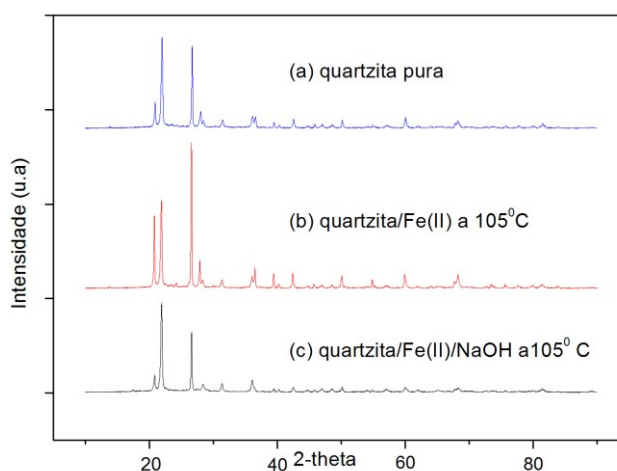
2.2 CARACTERIZAÇÃO DO ÓXIDO SUPORTADO:

Amostras de mídias com e sem óxidos suportados foram moídas e analisadas em difratômetro de raios X modelo MiniFlex600 da Rigaku®, radiação Cu Kα (λ= 1.54187 Å) de 40 kV e 155mA com com ângulo de Bragg variando de 3 a 70).

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados descritos abaixo foram extraídos das informações contidas no difratogramas contantes na figura 1. O DRX da midia pura mostrou ter somente quartzo na configuração cristobalita beta. As mídias contendo 100 mg de ferro e após tratamento térmico a 105^oC por 24 horas apresentaram formação de lepidocrocita (γ -FeOOH), provavelmente em função do processo de oxidação do ferro na presença de moléculas de água adsorvidas.

Figura 1 – DRX das amostras de: (a) quartzita pura, (b) quartzita com sulfato ferroso adsorvido e tratado a 105^oC e (c) quartzita com sulfato ferroso adsorvido, tratada com NaOH 2M e secas a 105^oC



Fonte: Autor (2017).

Após o tratamento com hidróxido de sódio a 35^oC foi observado a formação de goethita α (α -FeOOH). Estes resultados divergem dos reportados por Amani-Ghadim et al., (2015) que geram o mesmo óxido (livre) em temperaturas da ordem de 105^oC. Especulamos que tal diferença pode estar relacionada com as condições de síntese, como fonte, concentrações de ferro (II), pH, entre outras. Adicionalmente, a superfície de contato reacional proporcionada pela matriz de quartzita também pode ter influenciado neste processo.

4 CONCLUSÃO

A obtenção de goethita (α -FeOOH) suportada em matriz de quartzita pode representar uma alternativa vantajosa relativamente aos métodos de preparo do catalisador livre, principalmente se for possível comprovar a manutenção, em estado suportado, das propriedades catalíticas observadas para a goethita em fase livre. Como etapas complementares a este trabalho sugerem-se aplicação de análise termogravimétrica para caracterização do processo de transformação das fases dos óxidos/hidróxidos, além de estudos de degradação de substratos orgânicos, através da associação do material com H₂O₂ ou O₃ para viabilização de reações do tipo fenton ou ozonização catalítica.

Preparation and characterization of supported iron oxides for catalytic applications

ABSTRACT

OBJECTIVE: The present work had the objective of obtaining iron oxide supported in quartzite matrix for further studies in photocatalytic processes applied to the degradation of priority pollutants through advanced oxidative processes. **METHODS:** A total of 13 cylinders of commercial 15x15mm quartzite media were used, which were saturated with Fe (II) through successive absorptions of ferrous sulfate solution 27,20 g.L⁻¹ at pH ≈3 until the incorporation of approximately 100 mg of Fe / media with subsequent oven drying with forced air circulation at 105°C over night. To obtain oxides, the dried media were absorbed with NaOH 2 mol L⁻¹ and dried at 350 ° C for 24 hours. **RESULTS:** A characterization by X-ray diffractometry revealed a crystalline solid whose apparent peaks at 2θ corresponding to 29.9, 26.6, 36.6, 39.5 and 60.0 confirmed the orthorhombic structure of the supported goethite phase (α- FeOOH) with lattice constants a = 4.772, b = 9.60 and c = 3.0087Å. **CONCLUSIONS:** Although this result seems promising due to the recognized photocatalytic activity of goethite, there is a need for further studies, mainly focused on the optimization of the hydrothermal process and complementary characterization of the structure and reactivity of the supported oxide.

KEYWORDS: Goethite. Quartzite. X-ray diffraction.

REFERÊNCIAS

RIBEIRO, A. R.; NUNES, O. C.; PEREIRA, M. F. R.; SILVA, A. M. T. An overview on the advanced oxidation processes applied for the treatment of water pollutants defined in the recently launched Directive 2013 / 39 / EU. **Environment International**, v. 75, p. 33–51, 2015.

Wang, J.; Bai, Z., Fe-based catalysts for heterogeneous catalytic ozonation of emerging contaminants in water and wastewater. **Chemical Engineering**, v312, p79-98, 2017.

Amani-Ghadim, A. R., Alizadeh, S., Khodam, F., & Rezvani, Z. Synthesis of rod-like FeOOH nanoparticles and its photocatalytic activity in degradation of an azo dye: Empirical kinetic model development. **Journal of Molecular Catalysis A: Chemical**, 408, 60–68, 2015.

Recebido: 31 ago. 2017.

Aprovado: 02 out. 2017.

Como citar:

NOMURA, V. H. et al. Preparo e caracterização de óxido de ferro suportado em quatzita para aplicações catalíticas. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22 out. 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>. Acesso em: XXX.

Correspondência:

Vitor Hiroyuki Nomura

Via do Conhecimento, Km 1, Pato Branco, Paraná, Brasil.

Direito autoral:

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-Não Comercial 4.0 Internacional.

