

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS DE FERRO: GOETHITA,
HEMATITA, E FERRIHDRITA PARA USO EM PROCESSOS DE
DESCONTAMINAÇÃO AMBIENTAL**

**GIOVANNA DE MELO SANTIAGO^{1,2}, DEISE PALUDO³, GEAN DELISE LEAL
PASQUALI^{2,4}**

1 Introdução

Devido à influência nas características físicas e químicas do solo e sua presença indicar processos pedogenéticos, os óxidos de Fe são de grande importância para a ciência dos solos. A hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) e a goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) são os óxidos de Fe mais difundidos em solos tropicais e subtropicais, são considerados os óxidos metálicos mais importantes da fração argila, principalmente em solos com alto grau de intemperismo e bem drenados (KAMPF et al., 2015).

A década de 80 forneceu muitos trabalhos publicados acerca da síntese de óxidos de Fe que ajudaram a esclarecer os processos envolvidos na formação e evolução destes minerais em ambiente natural, permitindo também o avanço no uso de minerais sintéticos e materiais puros como adsorventes (COSTA; BIGHAM, 2009). Assim, destaca-se a importância da caracterização dos adsorventes sintéticos (goethita, hematita e ferrihidrita) para a compreensão e estabelecimento dos mecanismos de reação. Ciências ligadas ao ambiente como química ambiental, engenharia civil, sanitária e química tem demonstrado grande interesse no estudo destes minerais devido sua capacidade de interagir com poluente orgânicos e inorgânicos e participar de diferentes reações como adsorventes ou oxidante-redutores (LIU et al., 2014).

2 Objetivos

Sintetizar e caracterizar óxidos de ferro sintéticos, materiais estes com potencial para uso em processos de descontaminação ambiental.

1Graduanda, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus Erechim*, contato: giovanna.melo@estudante.uffs.edu.br

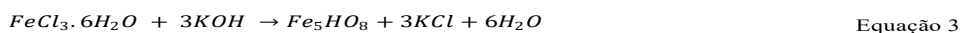
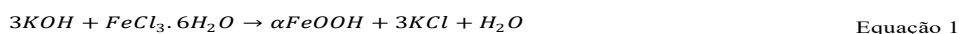
2Grupo de Pesquisa em Resíduos e Geotecnia Ambiental-REGEOAMB

3 Mestre, Universidade Federal da Fronteira Sul, *campus Erechim*,

4 Doutora, Universidade Federal da Fronteira Sul, *Campus Erechim*, **Orientadora.**

3 Metodologia

A goethita foi sintetizada em sistema alcalino seguindo protocolo adaptado de Schwertmann e Cornell (2000), com reação de síntese expressa na Equação 1. O método de obtenção da hematita (Equação 2) se deu pela rota de desidratação térmica, a partir de goethita sintética, que foi aquecida a 400°C durante 03 horas. A ferrihidrita sintetizada foi obtida usando método adaptado de Schwertmann e Cornell (2000) a partir da reação de síntese expressa na Equação 3. Preparou-se 500 mL de solução $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 0,3 mol L⁻¹, adicionando-se lentamente e sob agitação constante 330 mL de solução KOH 3,5 mol L⁻¹ até atingir o pH entre 7,0 - 8,0 no qual obtém-se a formação de uma suspensão volumosa de ferrihidrita. Após, foi realizada a lavagem e concentração do material em repetidos ciclos de centrifugação. O produto final é seco em estufa com circulação de ar a 28°C.



A cristalinidade e pureza dos minerais foram analisadas por difratometria de raios X, pelo método em pó no equipamento PAN Analytical, modelo X'pert3 Powder. A fonte de radiação é de Cu K α , em amplitude de 10 a 60° 2 θ , operando a 40 mA e 40 kV. A determinação da área superficial foi realizada pelo método BET por adsorção de N₂ a 77K, equipamento Quantachrome modelo Nova 4000e. Para análise dos óxidos de Fe foram utilizadas alíquotas de aproximadamente 0,10 g previamente degasada sob vácuo a 30°C por 2h.

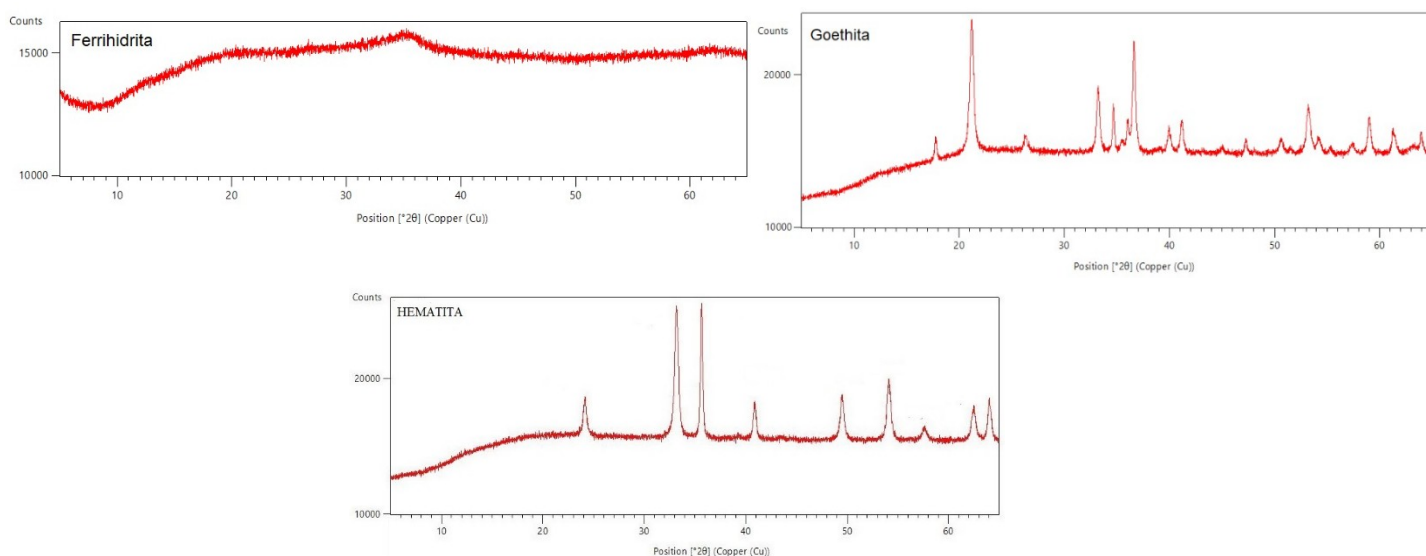
4 Resultados e Discussão

Os minerais, produtos dos processos de sínteses depois de secos, foram macerados e tamisados em peneira com malha 0,02 mm (Figura 1). A análise por difração de Raio X permitiu confirmação dos produtos de síntese (Figura 2). É possível identificar as duas bandas características da ferrihidrita em 35 e 63 °2 θ , sendo a banda de 35 °2 θ de maior intensidade. Este padrão corresponde ao reportado na literatura (LI et al., 2011; VILLACÍS-GARCÍA et al., 2015 e LIU et al., 2020). A ferrihidrita é distinta por ser um óxido de baixo ordenamento estrutural, evidente pela presença de bandas largas que confirmam a característica de baixa cristalinidade (SCHWERTMANN; CORNELL, 2000), bem como a ausência de picos agudos indicando que a amostra sintetizada não possui minerais cristalinos em sua composição.

Figura 1. Óxidos de Fe sintetizados.



De acordo com estudo de caracterização realizado por Jaiswal et al. (2013), usando o banco de dados JCPDS (29-0713), os picos nas posições 21,3; 33,3; 34,8; 36,6; 40; 41,2; 47,3; 50,7; 53,2; 61,2 e 64 são atribuídos a goethita ortorrômbica cristalina. O difratograma da hematita também permitiu observar a presença de linhas de reflexões que são característica deste mineral sem a presença de outros picos de impureza (BASAVEGOWDA et al., 2017). Os principais picos foram 24°, 33°, 35°, 40°, 49°, 54°, 57°, 62° e 64° 2 θ e podem ser indexados a α -FeO₂O₃ puras com estrutura roboédrica estando de acordo com valores relatados (hematita, JCPDS no.33-0664) (YANG et al., 2012; CHEN et al., 2005).

Figura 2. Difratomogramas dos óxidos de Fe sintéticos ferridrita, goethita e hematita.

A análise de BET forneceu resultados de área superficial específica de 42,49, 308,25 e 30,25 m² g⁻¹ para goethita, ferridrita e hematita respectivamente. Schwertmann e Cornell (2000) afirmam que as áreas superficiais específicas dos óxidos sintetizados podem variar de 100-700 m² g⁻¹ para ferridrita, 8-200 m² g⁻¹ para goethita e 5-200 m² g⁻¹ para hematita, este valor depende das condições aplicadas no método de síntese.

A estrutura e as propriedades reativas dos óxidos de Fe determinam suas habilidades em interagir com elementos químicos e moléculas orgânicas de interesse ambiental e o seu emprego tem sido considerado em processos para tratamento de efluentes, com vantagens de baixo custo, estabilidade térmica e aplicação em ampla faixa de pH (LI et al., 2011). Quanto à interação com contaminantes orgânicos emergentes, como antibióticos, a área superficial específica é um dos parâmetros determinantes na capacidade de adsorção dos óxidos de Fe, pois desenvolvem cargas elétricas nas bordas quebradas dependentes da atividade de H⁺ ou OH⁻ na solução e da acidez dos grupos reativos de superfície (COSTA; BIGHAM, 2009).

5 Conclusão

Óxidos de Fe, goethita, ferridrita e hematita foram sintetizados sendo o produto da síntese confirmado pela caracterização por DRX. A área superficial específica dos óxidos de Fe sintéticos, obtidas pela análise de BET, corresponderam com os valores descritos na literatura. Considerando o potencial reativo dos óxidos de Fe e sua capacidade de adsorção específica, em projeto subsequente do grupo de pesquisa, os minerais sintetizados foram

utilizados em estudos de adsorção de antibióticos em efluentes para análise dos mecanismos de adsorção.

Referências Bibliográficas

- BASAVEGOWDA, N.; MISHRA, K.; LEE, Y. R. Synthesis, characterization, and catalytic applications of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles as reusable nanocatalyst. **Advances In Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology**, [S.L.], v. 8, n. 2, p. 025017, 12 jun. 2017. IOP Publishing.
- CHEN, J.; XU, L.; LI, W.; GOU, X. α -Fe₂O₃ Nanotubes in Gas Sensor and Lithium-Ion Battery Applications. **Advanced Materials**, v. 17, n. 5, p. 582-586, 8 mar. 2005. Wiley.
- COSTA, A. C. S. da; BIGHAM, J. M. Óxidos de Ferro. In: MELO, V.F.; ALLEONI, L. R. F. (Eds). **Química e Mineralogia do Solo**. Parte I: Conceitos Básicos. 1. ed. Viçosa, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. Cap. VIII. p.505-572.
- JAISWAL, A., BANERJEE, S., MANI, R., CHATTOPADHYAYA, M. C. Synthesis, characterization and application of goethite mineral as an adsorbent. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v.1, n.3, p. 281-289, 2013.
- KAMPF, N.; CURTI, N.; MARQUES, J. J. Intemperismo e Ocorrência de Minerais no Ambiente do Solo. In: MELO, V. F.; ALLEONI, L. R. F. (Eds). **Química e Mineralogia do Solo**. Parte I: Conceitos Básicos. 1ed. Viçosa, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. Cap. V. p.333-379.
- LI, Z., ZHANG, T., LI, K. One-step synthesis of mesoporous two-line ferrihydrite for effective elimination of arsenic contaminants from natural water. **Dalton Transactions**, v.40, n. 9, p. 2062, 2011.
- LIU, H.; CHEN, T.; FROST, R. An overview of the role of goethite surfaces in the environment. **Chemosphere**, v. 103, p. 1-11. 2014.
- LIU, J.; ZHU, R.; MA, L.; FU, H.; LIN, X.; PARKER, S. C.; MOLINARI, M.. Adsorption of phosphate and cadmium on iron (oxyhydr)oxides: a comparative study on ferrihydrite, goethite, and hematite. **Geoderma**, [S.L.], v. 383, p. 114799, fev. 2020. Elsevier BV.
- SCHWERTMANN, U., CORNELL, R. M. **Iron Oxides in the Laboratory**. Germany: Wiley-VHC, 2 ed. 2000.
- VILLACÍS-GARCÍA, M., UGALDE-ARZATE, M., VACA-ESCOBAR, R., VILLALOBOS, M., ZANELLA, R., MARTÍNEZ-VILLEGAS, N. Laboratory synthesis of goethite and ferrihydrite of controlled particle sizes. **Boletín de La Sociedad Geológica Mexicana**, v. 67, n.3, p. 433-446, 2015.
- YANG, S.; XU, Y.; SUN, Y.; ZHANG, G.; GAO, D.. Size-controlled synthesis, magnetic property, and photocatalytic property of uniform α -Fe₂O₃ nanoparticles via a facile additive-free hydrothermal route. **Crystengcomm**, v. 14, n. 23, p. 7915, 2012. Royal Society of Chemistry (RSC).

Palavras-chave: Goethita; Ferrihidrita; Síntese; Difração de raio-x.

Nº de Registro no sistema Prisma: PES-2021-0281.

Financiamento: FAPERGS.