



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO**  
**INSTITUTO DE QUÍMICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**



**BIANCA GONÇALVES RODRIGUES**

**ÓXIDO DE SILÍCIO OBTIDO A PARTIR DE FIBRAS DE COCO**  
**MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO: APLICAÇÃO EM**  
**FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE AMARELO DE TARTRAZINA**

**CATALÃO (GO)**  
**2025**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO**

**INSTITUTO DE QUÍMICA**

Av. Dr. Lamartine Pinto de Avelar, número 1120, - Bairro Setor Universitário, Catalão/GO, CEP 75704-020  
Telefone: - - <https://www.ufcat.edu.br>

**TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO (TECA)**

**TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO (TECA) PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS DE TESES E DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL DE TESES E DISSERTAÇÕES DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO (UFCAT)**

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Catalão (UFCAT) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFCAT), sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei 9.610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou download, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

O conteúdo das Teses e Dissertações disponibilizado na BDTD/UFCAT é de responsabilidade exclusiva do autor. Ao encaminhar o produto final, o(a) autor(a) e o(a) orientador(a) Ao encaminhar o produto final, o autor(a) e o(a) orientador(a) firmam o compromisso de que o trabalho não contém nenhuma violação de quaisquer direitos autorais ou outro direito de terceiros.

1. Identificação do material bibliográfico

Dissertação ou Tese? **DISSERTAÇÃO**

2. Nome completo do autor: **Bianca Gonçalves Rodrigues**

Nome completo do(a) orientador(a): **Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira**

3. Título do trabalho

**Título: ÓXIDO DE SILÍCIO OBTIDO A PARTIR DE FIBRAS DE COCO MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO: APLICAÇÃO EM FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE AMARELO DE TARTRAZINA**

4. Informações de acesso ao documento (este campo deve ser preenchido pelo orientador)

Concorda com a liberação total do documento: [ X ] SIM [ ] NÃO<sup>1</sup>

[<sup>1</sup>] Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. Após esse período, a possível disponibilização ocorrerá apenas mediante:

- a) consulta ao(à) autor(a) e ao(à) orientador(a);
- b) novo Termo de Ciência e de Autorização (TECA) assinado e inserido no arquivo da tese ou dissertação.

**O documento não será disponibilizado durante o período de embargo.**

Casos de embargo:

- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro;
- Publicação da dissertação/tese em livro.

**Obs.: Este termo deverá ser assinado no SEI pelo orientador e pelo autor**



---

Documento assinado eletronicamente por **JOCÉLIA PEREIRA DE CARVALHO OLIVEIRA, Orientador(a)**, em 02/12/2024, às 08:35, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



---

Documento assinado eletronicamente por **Bianca Gonçalves Rodrigues, Usuário Externo**, em 13/12/2024, às 10:00, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



---

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufcat.edu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufcat.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0130061** e o código CRC **75BE001F**.

---

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO

INSTITUTO DE QUÍMICA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

**ÓXIDO DE SILÍCIO OBTIDO A PARTIR DE FIBRAS DE COCO MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO: APLICAÇÃO EM FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE AMARELO DE TARTRAZINA**

**Bianca Gonçalves Rodrigues**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química, do Instituto de Química, da Universidade Federal de Catalão (UFCAT), como requisito para a obtenção de título de Mestra em Química. Área de concentração: Meio Ambiente.

**Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dra. Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira**

**Co-Orientador: Prof. Dr. Marccus Victor Almeida Martins**

**Catalão-GO**

**Janeiro de 2025**

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFCAT.

Rodrigues, Bianca Gonçalves

Óxido de Silício obtido a partir de fibras de coco modificado com Óxido de Ferro : aplicação em fotodegradação do corante amarelo de Tartrazina / Bianca Gonçalves Rodrigues. - 2025.

lxxi, 71 f.: il.

Orientadora: Profa. Dra. Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira; co-orientador Prof. Dr. Marccus Víctor Almeida Martins.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Catalão, Instituto de Química, Catalão, Programa de Pós-Graduação em Química, Catalão, 2025.

Inclui siglas, fotografias, abreviaturas, símbolos, tabelas, lista de figuras, lista de tabelas.

1. Fibras de coco-verde. 2. Nanopartículas. 3. Fotocatálise. I. Oliveira, Jocélia Pereira de Carvalho, orient. II. Título.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CATALÃO  
Av. Dr. Lamartine Pinto de Avelar, número 1120, - Bairro Setor Universitário, Catalão/GO, CEP 75704-020  
Telefone: - - <https://www.ufcat.edu.br>

## ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO

Ata nº 111 da sessão de Defesa de Dissertação de **Bianca Gonçalves Rodrigues**, que confere o título de Mestre em Química no Programa de Pós-graduação em Química da UFCAT.

Ao décimo dia do mês de outubro de dois mil e vinte e quatro, a partir das 09:00 horas, realizou-se na sala Sala 208 do Bloco Didático II da Universidade Federal de Catalão, a sessão pública de Defesa de Dissertação do(a) discente **Bianca Gonçalves Rodrigues**, intitulada "**ÓXIDO DE SILÍCIO OBTIDO A PARTIR DE FIBRAS DE COCO MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO: APLICAÇÃO EM FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE AMARELO DE TARTRAZINA**" na área de concentração em Química. Os trabalhos foram instalados pela Orientadora, Professora Doutora Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira (PPGQ Mestrado - UFCAT) com a participação dos demais membros da Banca Examinadora: Professora Doutora Luciana Melo Coelho (PPGQ Mestrado - UFCAT), membro titular interno e Professora Doutora Elaine Alves de Faria Braga (DQ - IFG - Campus Inhumas), membro titular externo. Durante a arguição os membros da banca fizeram sugestões de pequenas alterações e complementações no trabalho final. A Banca Examinadora reuniu-se em sessão secreta a fim de concluir o julgamento da Dissertação, tendo sido a candidata **aprovada** pelos seus membros. Proclamados os resultados pela Professora Doutora Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira, Presidente da Banca Examinadora, foram encerrados os trabalhos e, para constar, lavrou-se a presente ata que é assinada pelos membros da Banca Examinadora.

### TÍTULO SUGERIDO PELA BANCA:

Não houve alteração no título.



Documento assinado eletronicamente por **JOCÉLIA PEREIRA DE CARVALHO OLIVEIRA**, **Orientador(a)**, em 01/11/2024, às 14:57, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **LUCIANA MELO COELHO**, **Professor(a) do Magistério Superior**, em 04/11/2024, às 19:57, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Elaine Alves de Faria Braga**, **Usuário Externo**, em 06/12/2024, às 05:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufcat.edu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufcat.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0130202** e o código CRC **D4B29C27**.

## **AGRADECIMENTOS**

A Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira, minha orientadora, e ao Prof. Dr. Marccus Victor de Almeida Martins, meu co-orientador, pelas orientações inegavelmente eficientes e seguras, pelas valiosas sugestões e estímulos dados.

Aos professores e técnicos da Universidade Federal de Catalão pelo apoio e auxílio durante toda pesquisa.

Ao Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI) de Goiânia por realizarem o MEV e EDS.

Aos alunos/amigos de mestrado e doutorado da UFCat, Ana Paula Borges, Yagly Grasielle, Jakelini de Jesus, Nathalia do Carmo e Luiz Fernando, pelos auxílios, intervenções sugestivas e apoio durante esse projeto.

Ao professor Edmar Isaías por compartilhar seu conhecimento acerca de pesquisas similares a essa.

A minha terapeuta Luana David, que me ensinou lidar com cada obstáculo durante todo meu percurso acadêmico.

Ao Programa de Pós-Graduação e à Universidade Federal de Catalão pela oportunidade de realizar o mestrado.

Ao Laboratório Multidisciplinar de Nanomateriais (LMN) pela disponibilidade do espaço para realização da pesquisa.

A CAPES, pela bolsa concedida.

A minha família por estarem ao meu lado e por sempre me apoiarem.

Acima de tudo, a Deus. Sem a Sua presença, essa pesquisa não seria possível, pois é Dele proveniente todo o conhecimento.

## RESUMO

O presente trabalho utilizou fibras de coco verde para a produção de sílica. Essa sílica foi modificada com nanopartículas de ferro para serem aplicadas como fotocatalisadores na reação de degradação do corante amarelo de tartrazina usado como corante modelo. O material obtido foi caracterizado por infravermelho, onde foi possível observar a diminuição dos picos orgânicos, que sugerem a mineralização da amostra, enquanto que a calcinação trouxe a intensificação do pico referente à Si-O-Si. O DRX demonstrou a passagem do SiO<sub>2</sub> da sua forma amorfa para a estrutura quartzo, através das análises de Microscopia de varredura e Sistema de Energia dispersiva - MEV-EDS foi possível observar a transformação da estrutura dessas fibras, além da composição química antes e depois do tratamento/calcinação, indicando uma boa mineralização. A partir da síntese de nanopartículas magnéticas por meio do método de co-precipitação na presença da sílica, obteve-se o sistema Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. A partir dos resultados de Difração de raios X - DRX, foi possível identificar os picos característicos da magnetita nos campos cristalinos de 220, 311, 400, 511 e 440. Evidências da síntese das nanopartículas também foram obtidas por espectrofotometria na região do UV-Vis, ao obter-se uma curva com ausência de picos e a elevação da linha de base, parâmetros que confirmam a presença de partículas manométricas. A análise morfológica através de Microscopia de varredura - MEV sugere o formato esférico além de uma polidispersão, é possível perceber que o ferro foi acoplado à superfície da sílica, resultados que são evidenciados por Espectroscopia por Dispersão em Energia - EDS. Estima-se um tamanho de partícula aproximado de 10 nm. Através dos resultados de análise térmica por TG/DTG, os resultados mostraram que o tratamento químico com NaOH alterou a temperatura de degradação das fibras e que a estabilidade térmica das fibras tratadas aumentou quando comparadas às fibras *in natura* e que a fibra calcinada detém de uma maior resistência quando submetidas às diferentes temperaturas. Por fim, os testes de fotodegradação do corante realizados mostraram resultados significativos na presença de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, que intensificou a produção de radicais hidroxilas capazes de degradar as

moléculas do corante azo. Em relação ao uso das Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> e SiO<sub>2</sub>, na presença de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a eficiência na degradação do corante amarelo de tartrazina foi de 100%.

**Palavras-chave:** Fibras de coco-verde, Nanopartículas, Fotocatálise.

### ABSTRACT

The present work used green coconut fibers to produce silica. This silica was modified with iron nanoparticles to be applied as photocatalysts in the degradation reaction of the tartrazine yellow dye used as a model dye. The obtained material was characterized by infrared, where it was possible to observe the decrease of the organic peaks, which suggest the mineralization of the sample, while the calcination brought the intensification of the peak related to Si-O-Si. XRD demonstrated the transition of SiO<sub>2</sub> from its amorphous form to the quartz structure, through the analyses of Scanning Microscopy and Energy Dispersive System - SEM-EDS it was possible to observe the transformation of the structure of these fibers, in addition to the chemical composition before and after the treatment/calcination, indicating good mineralization. The Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> system was obtained from the synthesis of magnetic nanoparticles by means of the co-precipitation method in the presence of silica. From the X-ray Diffraction - XRD results, it was possible to identify the characteristic peaks of magnetite in the crystal fields of 220, 311, 400, 511 and 440. Evidence of the synthesis of nanoparticles was also obtained by spectrophotometry in the UV-Vis region, when a curve with no peaks and an elevation of the baseline were obtained, parameters that confirm the presence of nanometric particles. The morphological analysis through Scanning Microscopy - SEM suggests a spherical shape in addition to a polydispersity, it is possible to notice that the iron was coupled to the silica surface, results that are evidenced by Energy Dispersion Spectroscopy - EDS. An approximate particle size of 10 nm is estimated. Through the results of thermal analysis by TG/DTG, the results showed that the chemical treatment with NaOH changed the degradation temperature of the fibers and that the thermal stability of the treated fibers increased when compared to the in natura fibers and that the calcined fiber has a greater resistance when subjected to different temperatures. Finally, the dye photodegradation tests performed showed significant results in the presence of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, which intensified the production of hydroxyl radicals capable of degrading the azo dye molecules. Regarding the use of Np-

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  and  $\text{SiO}_2$ , in the presence of  $\text{H}_2\text{O}_2$  the efficiency in the degradation of the tartrazine yellow dye was 100%.

**Keywords: Fibers:** Green poop fibers, nanoparticles, photocatalysis.

## LISTA DE FIGURAS

<a href="#"><u>Figura 1 – <i>Cocos nuciferas</i> L. (coco-da-baía).</u></a>	10
<a href="#"><u>Figura 2 - Seção transversal do fruto do coco verde.</u></a>	11
<a href="#"><u>Figura 3 - Estrutura Cristalina e Amorfa da Sílica</u></a>	13
<a href="#"><u>Figura 4 - Representação da Fotocatálise Heterogênea.</u></a>	15
<a href="#"><u>Figura 5 - Estrutura química da tartrazina.</u></a>	16
<a href="#"><u>Figura 6 - Fibras do Coco Verde Secas.</u></a>	21
<a href="#"><u>Figura 7 - Representação das Etapas de mercerização.</u></a>	22
<a href="#"><u>Figura 8 – Equipamento para síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.</u></a>	24
<a href="#"><u>Figura 9 - Equipamentos utilizados na Fotocatálise a- reator, b- ultrassom e c- UV-Vis</u></a>	25
<a href="#"><u>Figura 10 - Estruturas químicas da celulose (a), hemicelulose (b) e lignina (c).</u></a>	26
<a href="#"><u>Figura 11 - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde in natura e tratadas com NaOH em diferentes concentrações.</u></a>	28
<a href="#"><u>Figura 12 - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde in natura e das cinzas em diferentes temperaturas.</u></a>	30
<a href="#"><u>Figura 13 - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde calcinadas a 800°C em diferentes tempos de queima.</u></a>	31
<a href="#"><u>Figura 14 - Micrografia obtida pelo MEV da fibra de coco verde in natura aumentada 230x.</u></a>	32
<a href="#"><u>Figura 15 - Micrografia obtida pelo MEV das fibras de coco verde in natura aumentada 300x.</u></a>	32
<a href="#"><u>Figura 16 - Micrografia obtida pelo MEV das Fibras de coco verde tratadas aumentada 100x.</u></a>	33
<a href="#"><u>Figura 17 - Micrografias obtidas pelo MEV das fibras de coco verde calcinadas (Cinzas) aumentadas 30x.</u></a>	34
<a href="#"><u>Figura 18 - Micrografias obtidas pelo MEV das fibras de coco verde calcinadas (Cinzas) aumentada 60x.</u></a>	34
<a href="#"><u>Figura 19 - Micrografia das Fibras de Coco in natura.</u></a>	35
<a href="#"><u>Figura 20 - EDS das Fibras do coco verde in natura.</u></a>	36
<a href="#"><u>Figura 21 - Micrografia obtidas pelo MEV das cinzas das Fibras de coco verde.</u></a>	37
<a href="#"><u>Figura 22 - EDS das cinzas das Fibras de coco verde.</u></a>	37
<a href="#"><u>Figura 23 - DRX das Fibras de coco verde in natura.</u></a>	38

<a href="#"><u>Figura 24 - DRX das Fibras de coco verde calcinadas.</u></a>	39
<a href="#"><u>Figura 25 - Teste Qualitativo - Tempo de Retenção.</u></a>	40
<a href="#"><u>Figura 26 - UV-Vis Corante Amarelo de Tartrazina.</u></a>	41
<a href="#"><u>Figura 27 - UV-Vis Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> e SiO<sub>2</sub>.</u></a>	41
<a href="#"><u>Figura 28 - Gráfico de Tauc para SiO<sub>2</sub> e SiO<sub>2</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.</u></a>	42
<a href="#"><u>Figura 29 - DRX Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.</u></a>	43
<a href="#"><u>Figura 30 – MEV Diferentes Parâmetros Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> com ampliação de 50X e 25X.</u></a>	45
<a href="#"><u>Figura 31 - Micrografia EDS Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.</u></a>	46
<a href="#"><u>Figura 32 - EDS Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.</u></a>	47
<a href="#"><u>Figura 33 - TG Fibras de coco <i>in natura</i>, Calcinadas e Tratadas.</u></a>	47
<a href="#"><u>Figura 34 - DTG Fibras de coco <i>in natura</i>, Calcinadas e Tratadas.</u></a>	48
<a href="#"><u>Figura 35 - Fotocatálise da Tartrazina sem Peróxido de Hidrogênio.</u></a>	49
<a href="#"><u>Figura 36 - Fotocatálise da Tartrazina sem Peróxido de Hidrogênio – Concentração vs Tempo.</u></a>	50
<a href="#"><u>Figura 37 - Fotocatálise da Tartrazina com Peróxido de Hidrogênio (Reação de Fenton).</u></a>	50
<a href="#"><u>Figura 38 - Fotocatálise da Tartrazina com Peróxido de Hidrogênio – Concentração vs Tempo.</u></a>	51
<a href="#"><u>Figura 39 - Processo de Descoloração na Fotodegradação sem adição de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, a- 0/ b- 30/ c- 60/ d- 120 minutos</u></a>	53
<a href="#"><u>Figura 40 - Processo de Descoloração na Fotodegradação com adição de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, a- / b- 45/ c- 90 minutos</u></a>	53
<a href="#"><u>Figura 41- Representação esquemática do mecanismo de degradação do corante amarelo de tartrazina por ação dos radicais (OH• e O<sub>2</sub>-•) gerados na superfície do nanocatalizador e da reação foto-Fenton.</u></a>	54

## LISTA DE TABELAS

<a href="#"><u>Tabela 1 - Testes de Calcinação da Fibra de Coco.</u></a>	22
<a href="#"><u>Tabela 2 - Modos vibracionais de estiramentos e deformações</u></a>	28

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Tratamento Alcalino .....	12
Equação 2 – Etapa 1 reação Foto – fenton.....	17
Equação 3 – Etapa 2 reação Foto – fenton.....	17
Equação 4 – Etapa 3 reação Foto - fenton .....	17
Equação 5 – Síntese da magnetita.....	39
Equação 6 – Equação de Scherrer.....	43
Equação 7 – Abstração do átomo de hidrogênio .....	49
Equação 8 – Adição eletrofílica.....	49
Equação 9 – Transferência de elétrons. ....	49

## LISTA DE FLUXOGRAMAS

Fluxograma 1 – Etapas experimentais realizadas .....	19
--	----

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

<b>•OH</b>	Radical Hidroxila
<b>ABS</b>	Absorbância
<b>BC</b>	Banda de Condução
<b>BV</b>	Banda de Valência
<b>CO<sub>2</sub></b>	Dióxido de Carbono
<b>CRTI</b>	Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação
<b>DRX</b>	Difratometria de Raios X
<b>DTG</b>	Termogravimetria derivada
<b>EDS</b>	Espectroscopia de Raios X por Dispersão em Energia
<b>E<sub>gap</sub></b>	Energia de <i>gap</i> ou <i>bandgap</i>
<b>Eq</b>	Equação
<b>eV</b>	Elétron-Volt
<b>Fe<sup>2+</sup></b>	Ferro II

<b>Fe<sup>3+</sup></b>	Ferro III
<b>Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub></b>	Óxido de Ferro
<b>FeCl<sub>2</sub></b>	Cloreto de Ferro II
<b>FeCl<sub>3</sub></b>	Cloreto de Ferro III
<b>FTIR</b>	Infravermelho com Transformada de Fourier
<b>FWHM</b>	Full Width at Half Maximum (largura à meia altura)
<b>H<sup>+</sup></b>	Hidrônio
<b>H<sub>2</sub>O</b>	Água
<b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	Peróxido de Hidrogênio
<b>KBr</b>	Brometo de Potássio
<b>MEV</b>	Microscopia Eletrônica de Varredura
<b>N<sub>2</sub></b>	Gás Nitrogênio
<b>Na</b>	Sódio
<b>NaOH</b>	Hidróxido de Sódio
<b>NH<sub>4</sub>OH</b>	Hidróxido de Amônio
<b>Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub></b>	Óxido de Silício modificado com Óxido de Ferro
<b>O</b>	Oxigênio
<b>O<sub>2</sub>•</b>	Íon Radical Superóxido
<b>OH</b>	Hidroxila
<b>pH</b>	Potencial Hidrogeniônico
<b>SiO<sub>2</sub></b>	Óxido de Silício/ Sílica
<b>SiO<sub>4</sub></b>	Silicato
<b>TG</b>	Termogravimetria
<b>TiO<sub>2</sub></b>	Óxido de Titânio
<b>UFCat</b>	Universidade Federal de Catalão
<b>UV</b>	Ultravioleta
<b>UV-Vis</b>	Espectroscopia Eletrônica na região do UV-Vis
<b>VS</b>	<i>Versus</i>

## SUMÁRIO

<a href="#">1 – INTRODUÇÃO</a>	6
<a href="#">2 -REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</a>	9
<a href="#">2.1 – Coco Verde</a>	9

<a href="#">2.2 Tratamento Químico</a>	11
<a href="#">2.3 Dióxido de Silício SiO<sub>2</sub></a>	12
<a href="#">2.4. Processos oxidativos e Fotocatálise</a>	13
<a href="#">2.5. Corantes</a>	14
<a href="#">2.6. Nanocatalisadores</a>	15
<a href="#">2.7. Reação de Fenton (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)</a>	16
<a href="#">3.0 – OBJETIVO GERAL</a>	18
<a href="#">3.1 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS</a>	18
<a href="#">4 - METODOLOGIA</a>	19
<a href="#">4.1 Procedimento Experimental</a>	19
<a href="#">4.2 Coleta e Preparação das fibras</a>	19
<a href="#">4.3 Tratamento Químico - Mercerização</a>	20
<a href="#">4.4 Calcinação</a>	21
<a href="#">4.5 Preparo de Soluções e Síntese de Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub></a>	22
<a href="#">4.6 Fotocatálise</a>	23
<a href="#">4.7 Fotocatálise com peróxido (Reação de Fenton)</a>	25
<a href="#">5- RESULTADOS E DISCUSSÃO</a>	25
<a href="#">5.1 Caracterização das Fibras</a>	26
<a href="#">5.1.1 Espectroscopia vibracional na região do infravermelho</a>	26
<a href="#">5.1.2 Calcinação</a>	28
<a href="#">5.1.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</a>	30
<a href="#">5.1.4 Espectroscopia de raios x por dispersão em energia (EDS)</a>	34
<a href="#">5.1.5 Difração de RAIOS-X - DRX</a>	36
<a href="#">5.1.8 DRX das nanopartículas Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub></a>	42
<a href="#">5.1.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub></a>	43
<a href="#">5.1.10 Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub></a>	44
<a href="#">5.1.11 Análise Térmica - TG e DTG</a>	46
<a href="#">5.1.12 Fotocatálise do corante amarelo de tartrazina</a>	47
<a href="#">6.0 CONSIDERAÇÕES FINAIS</a>	53
<a href="#">8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</a>	54

## 1 – INTRODUÇÃO

Atualmente, as fibras vegetais são amplamente estudadas para aplicações industriais visando a sustentabilidade e dentre as várias opções, há a fibra do coco verde, um material orgânico composto por celulose, hemicelulose e lignina (Barros et al., 2023). Essas fibras são predominantes em uma parte denominada de mesocarpo, sendo um subproduto abundante. Como consequência dessa abundância, o descarte irregular gera vários danos ao meio ambiente como a incidência de insetos e a contaminação do solo. Uma das aplicações das fibras de coco verde é na indústria de artesanatos, atualmente tem sido estudada a possibilidade de seu uso na indústria. Essas fibras apresentam propriedades físico-químicas adequadas para a produção de novos materiais, tais como, trazer uma maior resistência para o concreto armado, e por ser de baixo custo, torna seu uso ainda mais interessante (Barros et al., 2023). Sendo assim, a larga utilização dessas fibras pode trazer não só produtos finais com importância industrial, mas também minimizariam os impactos ambientais gerados pelo descarte exacerbado e incorreto das carcaças desse fruto (Cabral et al., 2017; Machado et al., 2020).

A fim de otimizar o uso de fibras vegetais, normalmente emprega-se um tratamento químico para melhorar a adesão da fibra aos reagentes das mesmas. Dentre os tratamentos químicos existentes, destaca-se a mercerização, que usa o NaOH para tratar essas fibras vegetais (Esmeraldo, 2006). O processo de tratamento químico com base forte torna-se uma ótima alternativa, permitindo a mineralização das fibras, isto é, transformar a fibra que é orgânica em material predominantemente inorgânica. Nesse processo, a lignina e a hemicelulose são solubilizadas, enquanto que a celulose tem sua estrutura cristalina modificada, além de retirar as impurezas, como as ceras presentes nas fibras, melhorando consideravelmente a adesão de posteriores reagentes (Santos et al., 2018; Albinante, et al., 2013).

As fibras tratadas quimicamente podem ser empregadas na produção de sílica ( $\text{SiO}_2$ ). Na natureza, a sílica ou dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) pode ser encontrada hidratada, pura, como minerais na forma cristalina, nas formas: quartzo, trimidita e cristobalita, sendo estes, de arranjo organizado, sendo assim, e com uma estrutura tridimensional definida. A grande maioria das formas de sílica tem arranjo tetraédrico, silicato ( $\text{SiO}_4$ ), se há uma orientação aleatória desse arranjo, temos o que é denominado de estrutura amorfa (Silva et al., 2014).

Sabe-se que as plantas naturalmente contêm silício absorvido do solo. O dióxido de silício pode ser encontrado em fibras do bagaço de cana, da casca do coco verde, casca de arroz, entre outros, após o processo de calcinação. Devido ao fato de ser uma fonte natural e que seria totalmente descartado, o uso dessa biomassa vem sendo cada vez mais estudada para diversas aplicações, dentre elas, como material semicondutor (Cruz et al., 2020). O Dióxido de silício ao final do processo de transformação pode ser utilizado como degradante, como por exemplo, de corantes sintéticos, que também são descartados de forma incorreta.

Analisando o uso de corantes, percebe um crescimento quanto à utilização dos corantes sintéticos, e isso pode ser explicado devido à variabilidade de sínteses, alta fixação, fidelidade de cor, grau elevado de pureza e principalmente o baixo custo. Esses corantes podem ser empregados em indústrias farmacêuticas, têxteis, alimentícias, entre outras (Zanoni e Yamanaka, 2016).

Dentre os corantes sintéticos, existe a tartrazina, de coloração amarela e que é largamente utilizada para pigmentar alimentos industrializados, estando entre os 12 corantes alimentícios permitidos, por lei, no Brasil. A tartrazina está dentro da classificação Azo ( $X - N = N - Y$ ), onde há uma ligação com um grupo receptor de elétrons de um lado e um grupo doador de elétrons de outro, ambos interagindo com a anéis aromáticos, geralmente benzeno ou naftaleno (Anastácio et al., 2016).

O uso em grande escala desse e outros corantes faz com que haja um descarte incorreto do mesmo, contaminando rios, solos e prejudicando diretamente a fauna e a flora, sendo necessário o desenvolvimento de processos tecnológicos que possam minimizar de alguma maneira, esses impactos ambientais.

Alguns tratamentos de poluentes são muito utilizados, como a filtração, decantação, tratamentos biológicos, entre outros, porém, estes não se mostram tão eficientes, pois acabam sendo técnicas limitadas, e devido a isso, há uma crescente busca por tecnologias mais completas e eficientes. Sendo assim, existe um conjunto de métodos utilizados na descontaminação de poluentes, conhecido como Processos Oxidativos Avançados (POAs), que são métodos baseados na liberação de radicais livres com alto poder oxidante, liberados pela incidência de luz ultravioleta no sistema eletroquímico. Esses radicais têm caráter altamente reativo, o que o torna eficaz para a remoção de corantes. Em suma, os métodos de processos oxidativos transformam os contaminantes em espécies mais simples, como o dióxido de carbono ou ânions

inorgânicos e água, além de serem eficientes na quebra de compostos orgânicos, independente da fase em que ele se encontra (Batista, 2022).

A fotocatalise é um processo oxidativo que consiste em uma reação química onde é usado um semicondutor para acelerá-la. Esse semicondutor é irradiado pela luz UV que, ao entrar em contato com a água, gera radicais que por sua vez, degradam moléculas orgânicas e conseqüentemente mudam a estrutura do contaminante. Trata-se de um método que vem mostrando grande eficiência para o tratamento de resíduos, utilizando-se da nanotecnologia para a criação das estruturas dos catalisadores. Na fotocatalise heterogênea, a irradiação do semicondutor ocorre através da luz UV, que provoca a excitação eletrônica da banda de valência para a banda de condução, deixando lacunas vazias que ao entrarem em contato com a água, formam os radicais. A fotocatalise é um processo altamente vantajoso, visto que o corante, por exemplo, é degradado e pode ser mineralizado durante esse processo, se tornando biodegradável e com alta capacidade antioxidante (Batista, 2022; Lacey e Schirmer, 2008).

O processo de fotocatalise pode ser otimizado utilizando  $H_2O_2$ , um agente redutor que através da sua quebra, acaba gerando radicais hidroxilas (OH) em meio aquoso. Essa reação é conhecida como reação Fenton, isto é, uma solução de peróxido de hidrogênio e um catalisador de ferro e utilizada na oxidação de impurezas. É um processo oxidante ecologicamente correto e que melhora a eficácia da fotocatalise (Rojas et al., 2009).

Para que a fotocatalise ocorra é necessária a presença de um fotocatalisador de natureza semicondutora, pois os valores de *band gap* compreendidos entre 1,5 e 3,05 eV, lhes permitem um melhor controle da excitações eletrônicas. Um exemplo clássico de semicondutor é o dióxido de titânio ( $TiO_2$ ), o qual possui um valor de *band gap* de 3,3 eV, porém sua desvantagem está no valor do custo benefício. Como alternativa do uso do  $TiO_2$  o  $SiO_2$  também pode ser utilizado como o semicondutor, já que é possível obtê-lo de uma biomassa, a fibra do coco verde (Osuna et al., 2022; Caldara, 2015).

Com o advento da nanociência, o uso desses semicondutores na escala do nanômetro causa propriedades físico-químicas melhoradas devido ao controle da área superficial, geometria e diâmetro da partícula, devido à esses efeitos, as nanopartículas magnéticas é destaque para a aplicação como descontaminante (Caldara, 2015). E o ferro é uma opção viável para o uso como partículas nanomagnéticas, pois apresentam vantagens de possuir baixa toxicidade, controle de suas propriedades magnéticas e serem

superparamagnéticas. A adição da magnetita é responsável por deixar o *band gap* do  $\text{SiO}_2$  propício para sua utilização como semicondutor (Caldara, 2015; Schafer, 2017).

Diante do exposto, esse trabalho propôs a produção de sílica e modificação superficial com nanopartículas magnéticas de magnetita. Esse nanomaterial foi aplicado em reações de foto-fenton na degradação do corante amarelo de tartrazina.

## 2 -REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1– Coco Verde

O coco verde, de nome científico *Cocos nucifera L.* é conhecido no Brasil como coco-da-baía (Figura 1), é um membro da família Arecaceae que é da família das palmeiras, fruto encontrado em todo país, mas, predominantemente em regiões litorâneas, por se adaptarem em solos arenosos e salinos com abundância em nosso país. Seus frutos são grandes, fibrosos, de casca lisa e grossa com formato ovalado, de coloração esverdeada, no qual no interior da casca se encontra a polpa, e no centro da cavidade contém o líquido, conhecido como água de coco. Os coqueiros são encontrados em todas as áreas tropicais do mundo. No entanto, a grande diversidade de tipos de coco encontrados no Sudeste Asiático e na Melanésia indica que esta região é o centro de origem do fruto (Siriphanich et al, 2011).

**Figura 1** – *Cocos nuciferas L.* (coco-da-baía).

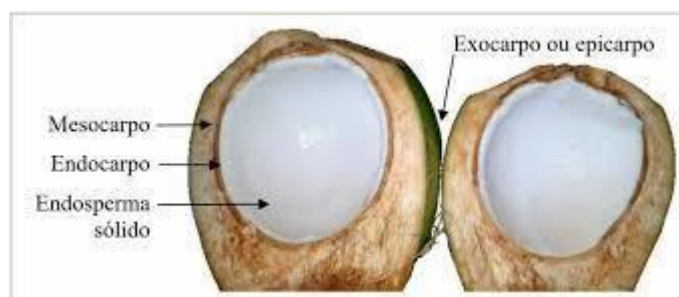


**Fonte:** Própria autora.

No Brasil, o coqueiro é tido como uma das mais importantes culturas perenes cultivada, sendo assim, a comercialização de seus frutos, gira em torno de cocos secos e verdes, gerando renda de forma direta e indireta ao longo de sua cadeia de produção e comercialização, tanto para indústria alimentícia quanto para fabricação de diversos

produtos. Destaca-se o crescente e significativo aumento no consumo da água de coco, no qual é extraído do fruto *in natura* (Machado et al., 2020). Sendo assim, sabe-se que o coco enquanto verde gera um subproduto sólido que predomina 85% do peso bruto do fruto: as fibras, localizadas no mesocarpo (Figura 2). Essas fibras não são próprias para o consumo, ao mesmo tempo, elas apresentam propriedades físico-químicas adequadas para outras aplicações, além de ser de baixo custo, tornando seu estudo ainda mais oportuno (Cabral et al., 2017).

**Figura 2** - Seção transversal do fruto do coco verde.



**Fonte:** Joana Mendes, 2011.

Devido à abundância desse fruto e o descarte sem o devido aproveitamento, acúmulos de cascas de coco são facilmente encontrados em todos os cantos do Brasil, principalmente no litoral, causando impactos ambientais como a proliferação de insetos perigosos à área urbana, estragos no solo de despejo, entre outros (Machado et al., 2020). Como mencionado anteriormente, as fibras do coco verde possuem uma alta resistência mecânica, o que as tornam interessante para os estudos em escala industrial, além do mais, são fontes de baixo custo e, as fibras vegetais no geral, possuem sílica na sua composição natural, devido à absorção do solo, quando combinadas à mineralização é possível obter o  $\text{SiO}_2$ . Sendo assim, a fibra do coco verde é uma ótima alternativa para a obtenção do dióxido de silício. Estudos já foram realizados para compreender a estrutura, propriedades mecânicas e efeito dos tratamentos químicos nas fibras de coco. Foram feitas tentativas de melhorar essas fibras, tratando-as em soluções de hidróxido de sódio para que suas propriedades fossem aprimoradas (Sreenivasan et al., 1996; Arsyad et al., 2019; Bright et al., 2021). Para que a obtenção do dióxido de silício torne-se necessário que as fibras vegetais passem por um tratamento químico para que sejam parcialmente mineralizadas.

## 2.2 Tratamento Químico

No intuito de melhorar a característica de adesão da fibra, os tratamentos químicos vêm sendo bastante aplicados. Entre eles podem-se citar o tratamento com ácidos, com grupos silanos, acetil, isocianato, permanganato, peróxido e a mercerização. Os efeitos desses tratamentos variam de acordo com a composição da fibra, principalmente em relação à proporção da celulose (Albinante et al., 2013).

O tratamento químico com NaOH é denominado como mercerização, tratando-se de um processo de tratamento alcalino. É amplamente usado na indústria têxtil, por exemplo. Trata-se de um processo de submeter uma fibra vegetal a uma interação com um meio bastante alcalino por meio de uma solução aquosa concentrada de base forte, para produzir o inchaço da fibra com alterações resultantes na estrutura fina, dimensão, morfologia e propriedades mecânicas (Wang et al., 2003; Bledziki & Gassan, 1999; Hashim et al., 2012).

Portanto, a mercerização é um processo de modificação química que altera o comportamento dos constituintes químicos na fibra. O efeito desse tratamento na fibra é um inchaço, durante o qual a estrutura natural da celulose relaxa, tendo como objetivo aumentar a tensão superficial das fibras, isto é, melhorar as características adesivas das superfícies das mesmas devido a remoção de impurezas naturais e artificiais, otimizando também a ligação de forma mecânica no entrelaçamento entre os posteriores reagentes e a superfície rugosa das fibras. Seu uso pressupõe a solubilização da hemicelulose e lignina, além de alterar a cristalinidade da celulose. Isso por que a hemicelulose é solúvel em baixa concentração de álcali, ao passo que a lignina sofre hidrólise básica, por consequência, diminuindo a resistência da fibra e aumentando sua área superficial e a interação, devido ao aumento da rugosidade dessas fibras (Albinante et al., 2013; Hashim et al., 2012).

Tratamentos alcalinos levam ao aumento da quantidade de celulose amorfa, devido ao enfraquecimento da ligação hidrogênio na estrutura molecular celulósica, então, na presença de água, essa estrutura incha alterando sua cristalinidade, de monoclinica para polimórfica. Esse grau de inchamento e o tipo da estrutura cristalina dependem do tipo e da concentração da substância usada no tratamento. Em um espectro de infravermelho, por exemplo, isso implica na diminuição de picos característicos das ligações dos polímeros presentes reação representada pela Equação 1 ocorre como resultado do tratamento alcalino (Santos et al., 2018; Albinante et al., 2013).

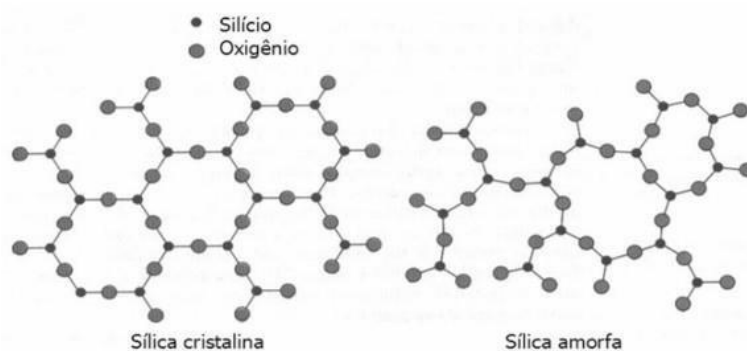


### 2.3 Dióxido de Silício SiO<sub>2</sub>

Na natureza, a sílica ou dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) pode ser encontrada hidratada, pura, como minerais na forma cristalina, nas formas: quartzo, trimidita e cristobalita, sendo estes, de arranjo organizado e com uma estrutura tridimensional definida. A grande maioria das formas de sílica tem arranjo tetraédrico, silicato (SiO<sub>4</sub>), e se há uma orientação aleatória desse arranjo, temos o que chamamos de estrutura amorfa (Silva et al., 2014).

A estrutura amorfa ou vítrea, ao contrário da estrutura cristalina, não possui uma organização, isto é, apresenta uma orientação desordenada. Se um material aumenta sua viscosidade, ao ser resfriado por um líquido, resultará em uma estrutura amorfa que, devido ao pouco movimento dos átomos, não irá cristalizar novamente. As duas estruturas estão representadas pela Figura 3 (Silva et al., 2014; Askaruly, et al., 2020).

Figura 3 - Estrutura Cristalina e Amorfa da Sílica



**Fonte:** Askaruly, et al., 2020.

As plantas naturalmente contêm silício absorvido do solo, enquanto o dióxido de silício pode ser obtido pelas fibras vegetais após o processo de calcinação. É possível obtê-lo em fibras como: cascas do coco verde, cascas de arroz, bagaço de cana-de-açúcar, entre outros. Por ser uma fonte natural e que teoricamente seria totalmente descartado, o uso dessa biomassa vem sendo cada vez mais estudada para diversas aplicações, dentre elas, como material semicondutor (Cruz, et al., 2020).

Esse material sendo um bom semicondutor torna possível a utilização em métodos dentro dos processos oxidativos, como, por exemplo, para descontaminantes ambientais.

#### **2.4. Processos oxidativos e Fotocatálise**

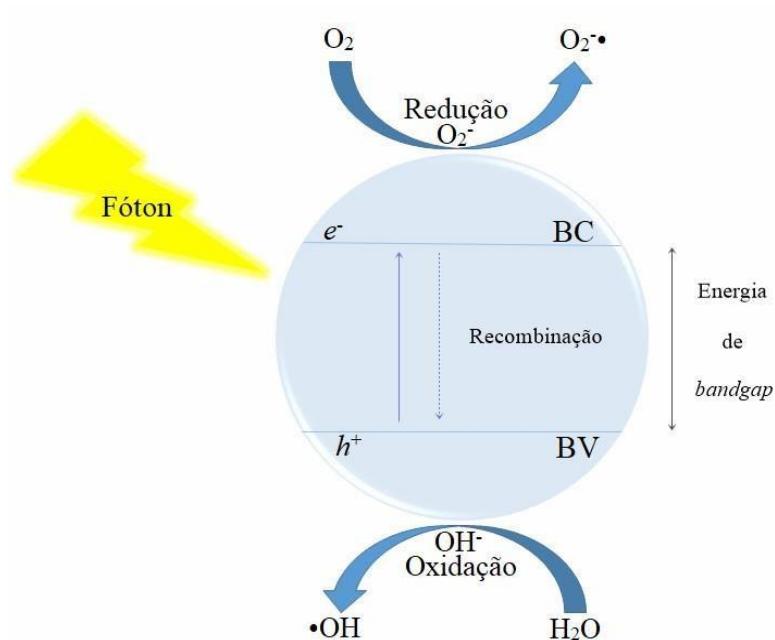
Muito se fala da problemática acerca dos resíduos industriais que são descartados incorretamente, problema este que se agrava no decorrer dos anos, acarretando em problemas sérios quando relacionados à saúde humana e ao meio ambiente. Sendo assim, o tratamento desses resíduos é de extrema importância para que esses impactos possam ser amenizados. Devido às limitações de tratamentos como decantação, tratamentos biológicos, entre outros, há uma crescente busca por tecnologias mais completas e eficientes (Batista, 2022).

Uma alternativa viável para degradação de poluentes, com boa estabilidade química, são os processos oxidativos, que é um conjunto de métodos utilizados para a descontaminação e tratamento de efluentes industriais, que se baseia na liberação de radicais livres com alto poder oxidante, liberados pela incidência de luz ultravioleta no sistema eletroquímico. Esses radicais têm caráter altamente reativo, o que o torna eficaz para a remoção de corantes. Os processos oxidativos transformam contaminantes em espécies mais simples como o dióxido de carbono, ânions inorgânicos e água, além de serem eficientes na quebra de compostos orgânicos em qualquer fase (Batista, 2022).

Um método muito empregado para o tratamento de resíduos é a fotocatalise, que se trata de um processo oxidativo que consiste em uma reação química que é acelerada na presença de um semicondutor, por exemplo o  $\text{TiO}_2$  e luz UV. O semicondutor, ao ser irradiado pela luz UV em contato com a água, acaba criando compostos extremamente reativos, os radicais, responsáveis por degradar as moléculas orgânicas e mudar a estrutura do contaminante (Batista, 2022; Lacey e Schirmer, 2008).

Existem dois tipos de fotocatalise, homogênea e heterogênea. Se o catalisador estiver na mesma fase dos reagentes de produtos, será um processo homogêneo. Porém se o catalisador e os produtos estiverem em fases distintas, a fotocatalise será heterogênea. O projeto em questão será trabalhado a heterogênea fotocatalise, que está representada pela Figura 4 (Batista, 2022).

**Figura 4 - Representação da Fotocatálise Heterogênea.**



Fonte: Furtado, 2020.

Sendo a fotocatalise um método considerado eficiente para o tratamento de efluentes contaminados, este acaba sendo oportuno para a degradação de corantes sintéticos que são descartados no meio ambiente de forma incorreta e exacerbada.

## 2.5. Corantes

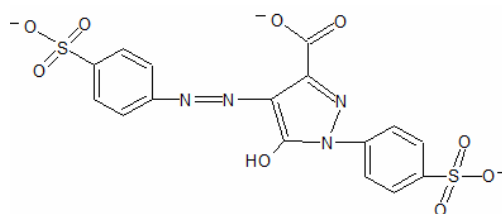
Os corantes sintéticos são utilizados desde 1856, na Inglaterra, e correspondem a compostos orgânicos com larga escala de uso em diversas áreas, como por exemplo, indústria farmacêutica, cosmética, têxtil, de plástico, couro, alimentícia, entre outras. O seu uso, quando comparado ao uso de corantes naturais, traz como justificativa, o baixo custo de sua produção, pela infinita possibilidade de síntese com grupos cromóforos e auxocrômicos diferenciados que ampliam a diversidade de cores e tonalidades, pelo maior grau de pureza, controle da fidelidade da cor e maior fixação (Zanoni e Yamanaka, 2016).

Os corantes sintéticos são liberados para uso em alguns tipos de alimentos, desde que sua dosagem obedeça a um padrão limite que é estabelecido pela ANVISA, 7,5mg/kg. Os teores máximos permitidos levam em consideração o IDA (Ingestão Diária Aceitável) e a quantidade média de ingestão diária numa dieta normal. O problema começa quando ocorre o uso exagerado de alimentos contendo esses corantes. Esse produto quando consumido em exagero pode causar alergias, asma, intolerância às

peessoas sensíveis a esses aditivos ou até mesmo desenvolver urticária, eczema e problemas nos rins, entre outros (Zanoni e Yamanaka, 2016).

A Tartrazina é um corante de pigmentação amarela, largamente utilizada na indústria alimentícia, desde alimentos processados e laticínios, até bebidas alcoólicas. Ela está entre os 12 corantes alimentícios permitidos, por lei, no Brasil. Dentro da classificação dos corantes, a tartrazina se encontra no grupo monoazo, ( X - N= N - Y), onde este grupo está ligado a um grupo receptor de elétron de um lado (X) e a um doador de elétron noutro lado (Y). Liga-se a anéis aromáticos heterocíclicos ou alifáticos, mas ligados principalmente a anel de benzeno ou naftaleno, como pode ser visto na estrutura apresentada na Figura 5 (Zanoni e Yamanaka, 2016; Anastácio, et al. 2016).

**Figura 5** - Estrutura química da tartrazina.



Tartrazina

**Fonte:** Própria Autora.

Atualmente, a questão ambiental tem sido muito discutida, devido à toxicidade que os corantes podem oferecer tanto para a saúde humana devido ao alto consumo de alimentos que os contêm, quanto em relação ao descarte incorreto, afetando negativamente o meio ambiente. A tartrazina, por exemplo, além da sua toxicidade ambiental, seu uso exacerbado acarreta em atividades carcinogênicas (Anastácio, et al. 2016). Sendo assim, é de suma importância o desenvolvimento de métodos que possibilite a degradação de corantes.

## 2.6. Nanocatalisadores

Os nanocatalisadores são materiais que, com um tamanho nanométrico, tem as propriedades de um catalisador. Essas propriedades são melhoradas devido a mudanças estruturais e eletrônica que são produzidos por reduzir o tamanho das partículas. Logo, a atividade dos materiais melhora com o aumento da superfície específica. Além do tamanho em escala nanométrica, o que define o comportamento final do nanocatalisador é sua composição, geometria, estrutura cristalina e estado de oxidação (Martínez, 2020).

As nanopartículas magnéticas apresentam características que podem ser modificadas de acordo com a síntese, como a área superficial, cinética de adsorção e uniformidade de tamanho. O uso das nanopartículas magnéticas tem destaque dentre as demais, devido aos seus efeitos quânticos de tamanho e a grande razão com a área de superfície, além terem um alto potencial para a aplicação como descontaminante (Caldara, 2015).

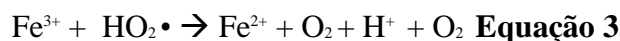
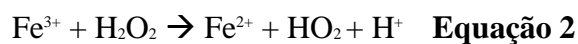
Recentemente o ferro tem sido estudado em escala manométrica e pesquisas têm sido desenvolvidas abordando metodologias de síntese e as aplicações potenciais das nanopartículas de ferro em vários ramos da ciência. As nanopartículas de óxido de ferro apresentam duas vantagens quando comparada às outras, além de possuir baixa toxicidade, controla suas propriedades magnéticas. Em um campo magnético externo, a nanopartícula é magnetizada e quando removida, não apresenta magnetização residual. Se expostas a um campo magnético alternado, as nanopartículas de óxido de ferro são boas fontes de calor, pois transformam a energia desse campo em calor (Caldara, 2015; Schafer, 2017).

Existem nanocatalisadores simples que consistem em metais ou óxidos metálicos, mais sofisticados como ligas, estruturas *core-shell*, *nanorods*, *nanowires* e *nanosheets*, que podem se combinar com outros materiais e obter novos nanocatalisadores, como os suportados, onde nanopartículas são depositadas sobre um suporte que é formado por uma combinação de dois materiais com propriedades distintas e dão origem a um outro material de propriedade diferente das iniciais (Martínez, 2020). As nanopartículas associadas à fotocatalise podem ser eficientes ou muitas vezes podem ser otimizadas.

## 2.7. Reação de Fenton ( $H_2O_2$ )

Entre os POA's existentes, o processo Fenton – nomeado após estudos realizados em 1894 por Henry Fenton a partir da observação da oxidação catalítica do ácido tartárico (Pastrana-Martínez et al., 2015; Mattos, 2018) – consiste na produção de radicais altamente reativos, tal como  $HO\bullet$ , a partir de uma mistura de  $H_2O_2$  e íons  $Fe^{2+}$  em pHs ácidos (2,5 – 3,0), uma vez que os sais ferrosos se precipitam em condições próximas à neutralidade (Dias et al., 2014; Mattos, 2018). O peróxido de hidrogênio é um potente agente oxidante capaz de gerar radicais livres hidroxilas através de sua decomposição. Esses radicais atuam diretamente no contaminante, tornando-o

moléculas mais simples ou até mesmo mineralizando-o totalmente se adicionados em concentração suficiente. Essa reação é conhecida como reação de Fenton, umas das reações de oxidação clássicas e mais poderosas em meio aquoso, além de ser ecologicamente viável. Essa reação pode ser utilizada sem a presença de radiação ultravioleta, mas recentemente estudos mostraram que seu poder oxidante pode ser aumentando significativamente com a radiação ultravioleta ou ultravioleta/visível. O reativo de Fenton é uma mistura de peróxido de hidrogênio e íon ferroso ( $\text{Fe}^{2+}$ ) que produz o radical hidroxila e  $\text{Fe}^{3+}$  (Rojas et al., 2009). Esse processo pode ser auxiliado pela irradiação ultravioleta ou visível, caracterizando o Foto-Fenton, o qual acelera a regeneração de  $\text{Fe}^{3+}$  em  $\text{Fe}^{2+}$  formando  $\text{HO}\cdot$  (Mattos, 2018). As Equações 2 e 3 demonstram as reações de foto-fenton, sem e com luz ultravioleta, respectivamente.



Portanto, a partir dos levantamentos literários realizados, será sintetizado a partir da sílica obtida da fibra do coco verde, nanopartículas magnéticas capazes de degradar o corante amarelo de tartrazina por meio do processo de fotocatalise. Na busca de otimizar o processo, será realizada também a fotocatalise através da reação foto-fenton para posteriormente ser discutida qual o melhor método.

### 3.0 – OBJETIVO GERAL

Obter o óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) a partir do da fibra de coco verde, sintetizar e aplicar o nanocompósito constituído à base de sílica e magnetita na fotodegradação do corante amarelo de tartrazina.

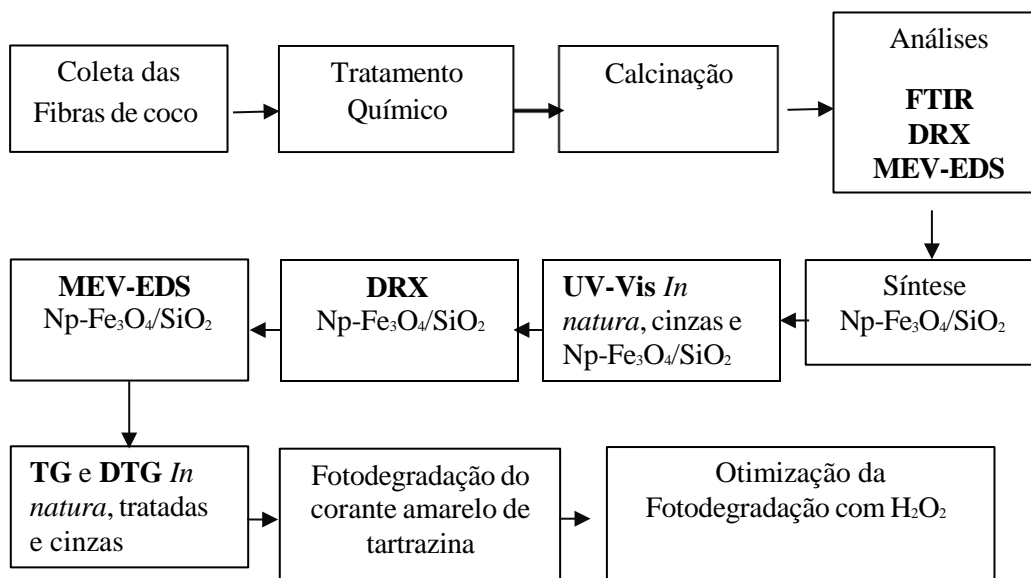
### 3.1 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Tratar as fibras de coco verde com base (NaOH);
- Realizar a calcinação das fibras tratadas em forno tipo mufla para obtenção da sílica;
- Realizar a síntese das nanopartículas de óxido de ferro ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) e imobilizá-las na superfície do dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ );
- Caracterizar as amostras *in natura*, tratadas e cinzas ( $\text{SiO}_2$ ) por FTIR – Espectroscopia na Região do Infravermelho;
- Analisar a mudança na estrutura cristalográfica das amostras *in natura*, cinzas ( $\text{SiO}_2$ ) e sistema Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  a partir da análise de difratometria de raios X (DRX);
- Caracterizar o corante, as cinzas,  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  e o sistema Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  por Espectroscopia no Ultravioleta Visível;
- Analisar morfologicamente e quimicamente a composição das amostras *in natura*, cinzas ( $\text{SiO}_2$ ) e sistema Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ , através da técnica MEV-EDS;
- Analisar por termogravimetria TG e DTG *in natura*, cinzas ( $\text{SiO}_2$ ) e sistema Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ ;
- Realizar a fotodegradação do corante Amarelo de Tartrazina;
- Realizar o teste de otimização de fotocatalise na presença de  $\text{H}_2\text{O}_2$ ;
- Analisar através de UV-VIS o percentual de fotodegradação do corante.

## 4 - METODOLOGIA

### 4.1 Procedimento Experimental

O procedimento experimental deste trabalho encontra-se representado por etapas no Fluxograma 1.



**Fluxograma 1:** Etapas experimentais realizadas.

### 4.2 Coleta e Preparação das fibras

Os frutos (coco verde) foram coletados em pontos comerciais da cidade de Catalão-GO, posteriormente abertos e retirados suas fibras, encontradas no mesocarpo do coco. Essas fibras foram lavadas com água corrente e posteriormente com água destilada. Em seguida, foram levadas à estufa na temperatura de 80°C por 24 horas para total secagem (Figura 6), então, utilizando um liquidificador convencional as fibras foram trituradas e passadas em três peneiras de granulometria, 48, 60 e 100 mesh, respectivamente.

**Figura 6 -** Fibras do Coco Verde Secas.

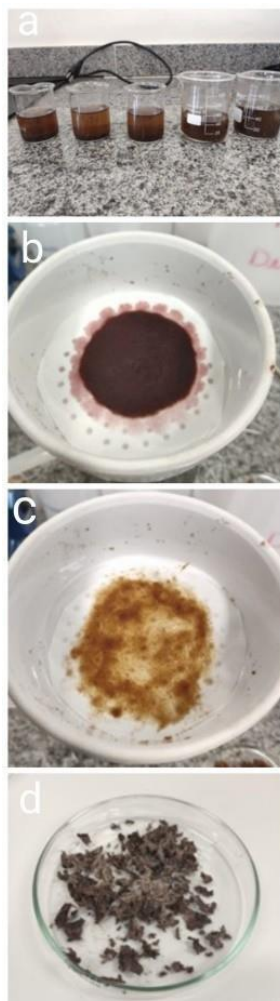


Fonte: Própria Autora

### 4.3 Tratamento Químico - Mercerização

As fibras foram submetidas a um tratamento em meio básico com diferentes concentrações de NaOH, tais como 0,1, 0,5, 1,0, 1,5 e 2,0 mol/L, conforme visto na Figura 7(a). Essas amostras tiveram seu pH medido usando o papel indicador e ficaram em repouso durante 1 hora. Após, foram filtradas (a vácuo) e lavadas com água destilada até pH neutro, representadas pela figura 7(b) e (c), respectivamente, assim, foram levadas para a estufa à 80°C por 24 horas Figura 7(d). Feito isso, todas as amostras, inclusive uma amostra *in natura*, foram levadas para análise FTIR. As pastilhas foram preparadas nas proporções aproximadamente 0,001g de amostra e completando 0,1g com KBr e realizado as análises de FT-IR no equipamento da Universidade Federal de Catalão. Após análise dos resultados obtidos, a melhor concentração baseada na diminuição dos grupos orgânicos foi selecionada para o tratamento de todas as fibras *in natura* que foram tratadas seguindo o mesmo procedimento.

**Figura 7** - Representação das Etapas de mercerização (a) – tratamento, (b)/(c) – lavagem e (d) - secagem.



Fonte: Própria Autora.

#### 4.4 Calcinação

Após a escolha da concentração de hidróxido de sódio para o tratamento químico, realizou-se a etapa de calcinação. Essa etapa iniciou-se com os testes para se encontrar a melhor temperatura e o tempo de queima que pudessem oferecer o melhor resultado possível. Para isso foi utilizados um forno tipo mufla, da própria universidade e um cadinho de porcelana apropriado para altas temperaturas. A Tabela 1 apresenta os testes realizados nessa etapa.

**Tabela 1** - Testes de Calcinação da Fibra de Coco.

TEMPERATURA (°C)	TEMPO DE PERMANÊNCIA (min)	RAMPA DE AQUECIMENTO
400 (TESTE I)	60	10°/min

500 (TESTE I)	60	10°/min
600 (TESTE I)	60	10°/min
700 (TESTE I)	60	10°/min
800 (TESTE I)	60	10°/min
800 (TESTE II)	90	30°/min

Fonte: Própria Autora.

Após esses testes, foram realizadas as análises por espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) para todas as amostras calcinadas e então através da interpretação dos dados obtidos nos espectros, foi selecionada a temperatura ideal para a queima de todas as fibras que seriam utilizadas posteriormente, seguindo o mesmo procedimento.

Em seguida foram realizadas as análises de MEV e EDS, para comprovar a efetividade da mineralização. As amostras *in natura* e calcinadas foram analisadas também por difração de raios-X.

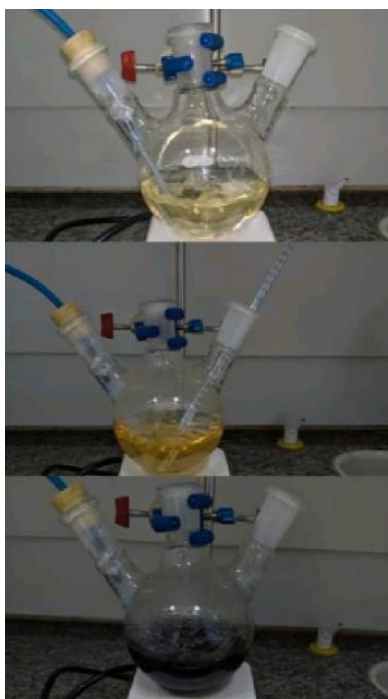
#### 4.5 Preparo de Soluções e Síntese de Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>

Foram preparadas as soluções para a realização da síntese de Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>, dessa forma pesou-se 0,07 g de FeCl<sub>2</sub>, 0,09 g de FeCl<sub>3</sub> e 0,01 g de SiO<sub>2</sub> (obtida através da calcinação das fibras de coco) e completou-se os volumes (0,1L) com água destilada. As soluções foram preparadas instantes antes para que o Fe<sup>2+</sup> não oxidasse.

A síntese foi realizada por método de co-precipitação (Iida et al. 2007), o qual consiste na precipitação dos íons Fe<sup>2+</sup> e Fe<sup>3+</sup> em meio básico. Após o preparo das soluções, montou-se um sistema (Figura 8), na qual em um balão de fundo redondo com três bocas, colocou-se gás N<sub>2</sub> borbulhado em uma das bocas durante todo o procedimento. Na outra boca foi colocado um termômetro e na última foi o local por onde as soluções foram adicionadas. Primeiramente ligou-se o aquecimento e a agitação magnética e adicionou-se 0,1 L da solução de FeCl<sub>3</sub> e 0,1 L da solução de FeCl<sub>2</sub> dentro do balão de 3 bocas, deixou-se em agitação até atingir-se a temperatura de 50°C,

enquanto borbulhava-se gás  $N_2$ . Então foram adicionadas 2 gotas de  $NH_4OH$ , esperou-se aproximadamente 2 minutos e adicionou-se a solução de  $SiO_2$ , com mais gotas de  $NH_4OH$  simultaneamente até que notasse formação de precipitado, esperou-se 10 minutos e desligou-se o sistema. A solução foi separada do material obtido, magneticamente por meio de um ímã de neodímio, em seguida lavou-se com acetona e foi colocado em estufa a  $40^\circ C$  por 24 horas, para posteriores análises de caracterização por DRX, FTIR, MEV, EDS, TG e DTG. A Figura 11 representa o sistema que foi montado para o procedimento de síntese.

**Figura 8** – Equipamento para síntese  $Np-Fe_3O_4/SiO_2$ .



Fonte: Própria Autora.

#### 4.6 Fotocatálise

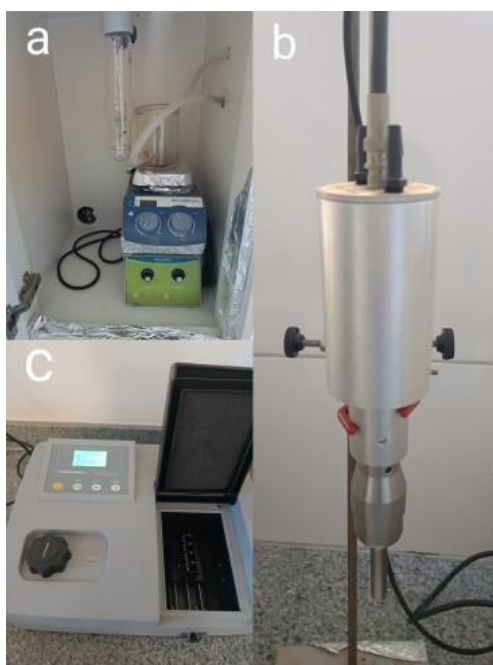
Todos os equipamentos utilizados são da Universidade Federal de Catalão. O reator utilizado para os testes de fotocatalise teve como fonte de irradiação uma lâmpada de mercúrio de 400W, com fluxo de 35.000lm (Figura12-a). Primeiramente pesou-se 0,03g do  $Np-Fe_3O_4/SiO_2$  e adicionou-se em um béquer contendo 298,4 ml de água destilada, foi levado ao ultrassom de ponteira (Processador Ultrassônico Sonics Vibra-Cell VCX 750) com 40% de amplitude e sem pulso durante 5 minutos (Figura 12- b). Posteriormente, esse béquer ficou em agitação e foi adicionado a ele, 1,60 ml da solução do corante tatzazina ( $10^{-5}$  mol/L). No mesmo instante, retirou-se uma alíquota dessa solução e transferida para uma cubeta de quartzo. O ímã de cádmio foi passado no

fundo da cubeta e feita a leitura no UV (Figura 12- c), sendo essa leitura, denominada “zero”. O béquer contendo toda solução foi levada para do fotocatalisador e no escuro, ficou por quinze minutos, onde novamente foi retirada uma alíquota e realizada a leitura. Após, ligou-se a lâmpada e de quinze em quinze minutos, era retirada uma alíquota e realizada uma leitura, totalizando duas horas de análise. Essas leituras foram realizadas em um espectrofotômetro de bancada Ajmicronal AJX-1000.

Esse processo foi realizado com as seguintes amostras:

- Tartrazina + luz;
- Tartrazina + SiO<sub>2</sub> + luz
- Tartrazina + Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> + luz.

**Figura 9** - Equipamentos utilizados na Fotocatálise a- reator, b- ultrassom e c- UV-Vis



Fonte: Própria Autora.

#### 4.7 Fotocatálise com peróxido (Reação de Fenton)

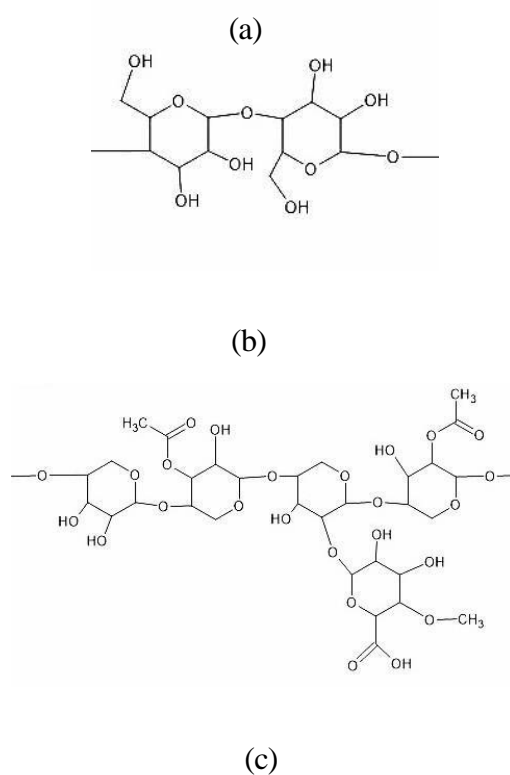
A partir de uma solução de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (200 volumes 50%), foi preparada uma solução de concentração 1,0 mol/L. Dessa nova solução retirou-se 0,005 ml e foram adicionados em um béquer contendo 2,0 ml de solução do corante amarelo de tartrazina + 0,005 g de Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. Essa mistura foi transferida para uma cubeta de quartzo e as leituras foram realizadas utilizando o mesmo método descrito anteriormente, porém, no

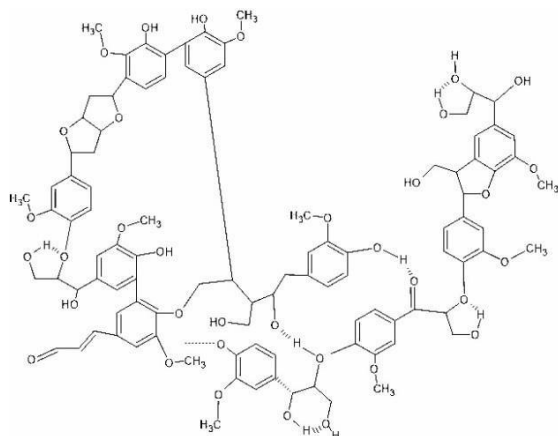
intervalo de cinco em cinco minutos até que ficasse constante, totalizando um tempo de uma hora e meia.

## 5- RESULTADOS E DISCUSSÃO

As fibras de coco são constituídas por uma estrutura lignocelulósica, composta basicamente por três unidades poliméricas de celulose, hemicelulose e lignina, como repostadas na Figura 10. Cada uma dessas estruturas poliméricas é repleta de cromóforos com carbonilas (C=O), hidroxilas (O-H) e a ligação C-O. (Catunda, et al., 2016). Do ponto de vista espectroscópico, esses são os principais grupos orgânicos de interesse para o monitoramento de possíveis alterações na estrutura química da fibra.

**Figura 10** - Estruturas químicas da celulose (a), hemicelulose (b) e lignina (c).





Fonte: Tateno, 2021.

## 5.1 Caracterização das Fibras

No intuito de melhorar a interface entre a fibra e a matriz, os tratamentos químicos vêm sendo bastante aplicados. Nesse trabalho foi usada a mercerização, removendo as impurezas naturais e artificiais, melhorando também a ligação de forma mecânica no entrelaçamento entre a matriz e a superfície rugosa das fibras. Nesse processo, a lignina e a hemicelulose foram solubilizadas, devido ao fato de que em solução alcalina, a lignina sofre hidrólise e a hemicelulose é solúvel, além de alterar a cristalinidade da celulose. Nesse tratamento, as fibras podem obter uma melhora na aderência mecânica e sua superfície rugosa aumenta e essas características provêm da mercerização (Albinante, et al., 2013).

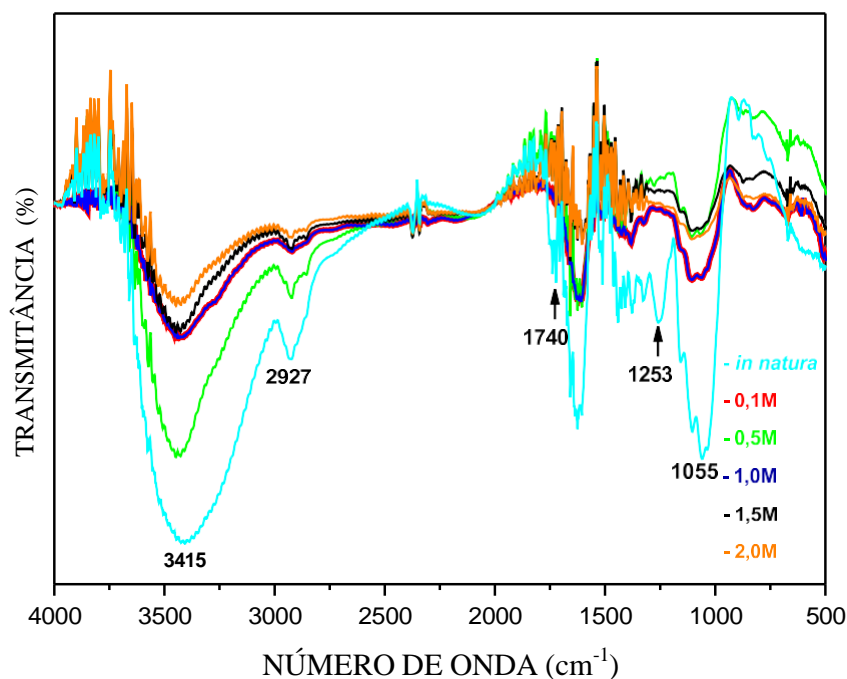
### 5.1.1 Espectroscopia vibracional na região do infravermelho

As mudanças nas estruturas químicas das fibras antes e após o tratamento das fibras de coco foram estudadas por meio da espectroscopia na região do infravermelho (FTIR). A Figura 11 representa os espectros de FTIR associados à fibra tratada em diferentes concentrações de NaOH.

Nota-se nitidamente que as intensidades dos modos vibracionais atribuídos aos principais cromóforos tendem a ser menores quando a fibra é submetida ao tratamento em NaOH na concentração de 2,0 mol/L, isto é, essa concentração apresentou uma intensa diminuição dos picos, representados na Tabela 2, quando comparada às demais concentrações testadas. Isso sugere que nesta concentração, mais lignina, hemicelulose

e ceras foram retiradas das fibras através da hidrólise alcalina, sem que ocorresse a degradação da celulose, resultado semelhante ao obtido por SILVERSTEIN (1996).

**Figura 11** - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde in natura e tratadas com NaOH em diferentes concentrações.



O material lignocelulósico é composto por alcanos, ésteres, aromáticos, cetonas e álcoois com diferentes grupos funcionais contendo oxigênio e hidroxilas. Especificamente na região de 3415  $\text{cm}^{-1}$ , observa-se a presença de uma banda forte e de base alargada atribuída ao modo de vibração do estiramento O-H. Em 2927  $\text{cm}^{-1}$  há um modo vibracional referente às ligações de C – H, e em 1740  $\text{cm}^{-1}$  encontram-se as carbonilas, estiramentos C = O. É possível notar também a banda associada ao modo vibracional de estiramento da ligação C-O, sendo possível também que em 1253  $\text{cm}^{-1}$  haja uma deformação O – H. Os picos próximos ao de 1055  $\text{cm}^{-1}$  são referentes aos estiramentos assimétrico da ligação C - OH da celulose, hemicelulose e lignina. Todos os estiramentos citados obtiveram uma redução significativa, principalmente na concentração de NaOH 2,0 mol/L, sugerindo então, o êxito no tratamento de mercerização (Pavia, et al., 2010; Silverstein, et al., 2007). A Tabela 2 apresenta os principais modos vibracionais e suas regiões de ocorrência.

**Tabela 2** - Modos vibracionais de estiramentos e deformações.

Modo Vibracional	Região de vibração em $\text{cm}^{-1}$	
	Fibra <i>in natura</i>	Fibra Tratada com NaOH 2,0 mol/L
$\nu$ O-H	3415	3415
$\nu$ C-H	2927	2927
$\nu$ C=O	1740	1740
$\delta$ O-H	1253	1253
$\nu$ C-OH	1055	1055

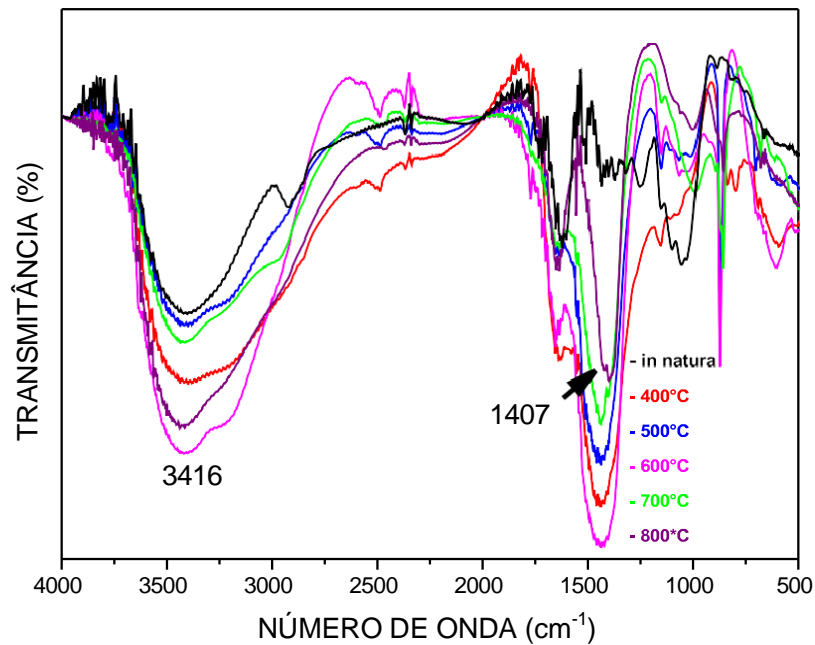
Fonte: Própria Autora.

### 5.1.2 Calcinação

Essa etapa teve como objetivo intensificar a mineralização da amostra tratada, isto é, fazer com que a fibra que é naturalmente de característica orgânica, passe a ser de característica inorgânica, obtendo as cinzas dessas fibras com certa cristalinidade.

No decorrer desse procedimento, apenas a variável temperatura foi alterada durante os testes, ao passo que na última calcinação, foi necessário que se alterasse outras variáveis, sendo elas tempo e rampa de aquecimento. Isso foi necessário, pois percebeu-se ao analisar os espectros representados na Figura 12, que mesmo na temperatura de  $800^{\circ}\text{C}$ , o que teoricamente seria a melhor temperatura e no tempo de 1 hora, não era possível obter uma mineralização suficiente para dar continuidade aos procedimentos seguintes. O comportamento não desejado, isto é, o aumento dos picos, foi verificado nos modos vibracionais nas regiões de  $3416$  e  $1407 \text{ cm}^{-1}$ .

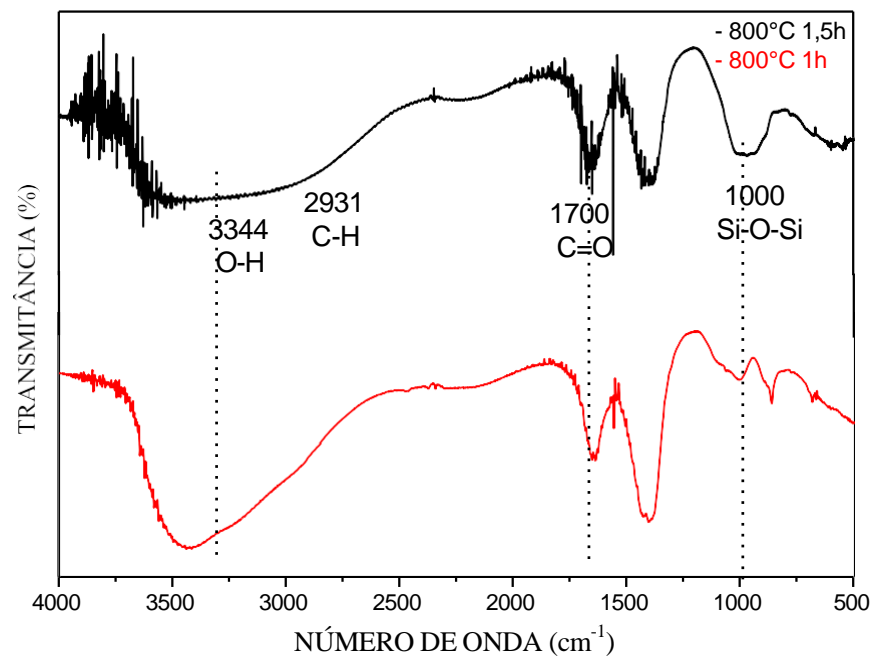
**Figura 12** - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde *in natura* e das cinzas em diferentes temperaturas.



Fonte: Própria Autora.

Quando foi aumentado o tempo e a rampa de aquecimento para a calcinação, foi possível identificar uma melhora na mineralização, um aumento no rendimento, devido a variação da rampa e na intensidade do pico de silício que era esperado, os picos orgânicos (3344, 2931, 1700 cm<sup>-1</sup>) foram reduzidos ao modificar o tempo e a rampa, como esperado, além do aumento da intensidade do pico referente ao estiramento Si-O-Si, próximo a 1000 cm<sup>-1</sup>. Esse comportamento pode ser observado nos espectros representados pela Figura 13.

**Figura 13** - Espectros de Infravermelho das fibras de coco verde calcinadas a 800°C em diferentes tempos de queima.

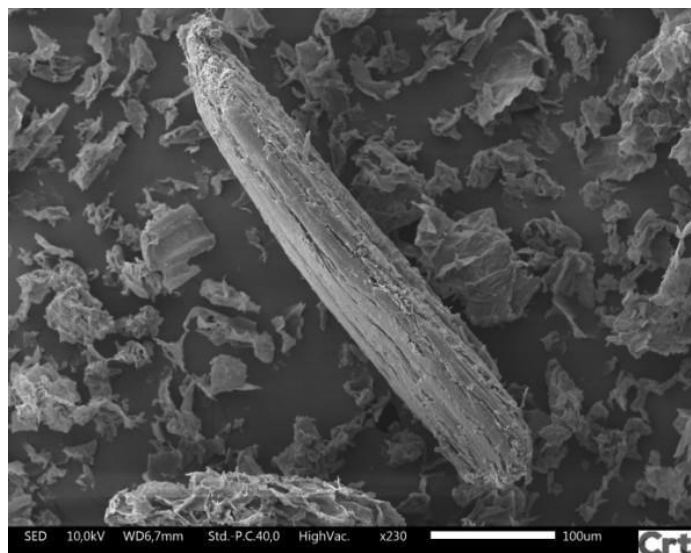


Fonte: Própria Autora.

### 5.1.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

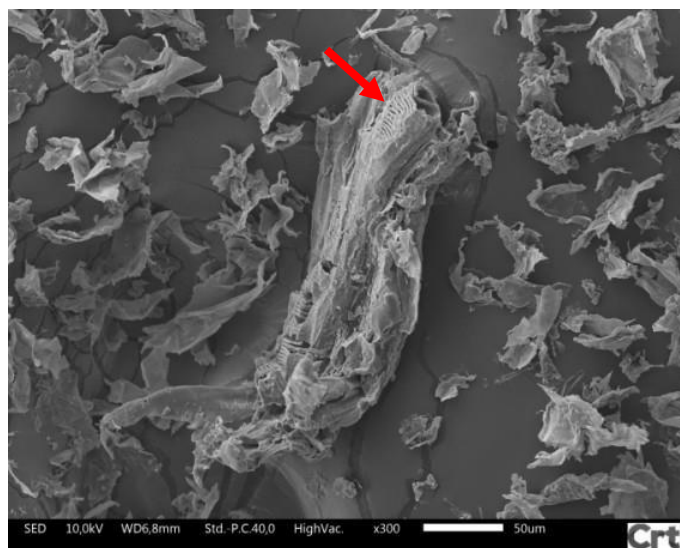
Com o objetivo de obter informações morfológicas das fibras antes e após a obtenção das cinzas, realizou-se as caracterizações a partir da Microscopia Eletrônica de Varredura no CRTI- UFG. As Figuras 14 e 15 apresentam imagens obtidas através do MEV, a cerca da morfologia das fibras *in natura* e da amostra calcinada.

**Figura 14** - Micrografia obtida pelo MEV da fibra de coco verde *in natura* aumentada 230x.



Fonte: Própria Autora.

**Figura 15** - Micrografia obtida pelo MEV das fibras de coco verde *in natura* aumentada 300x.

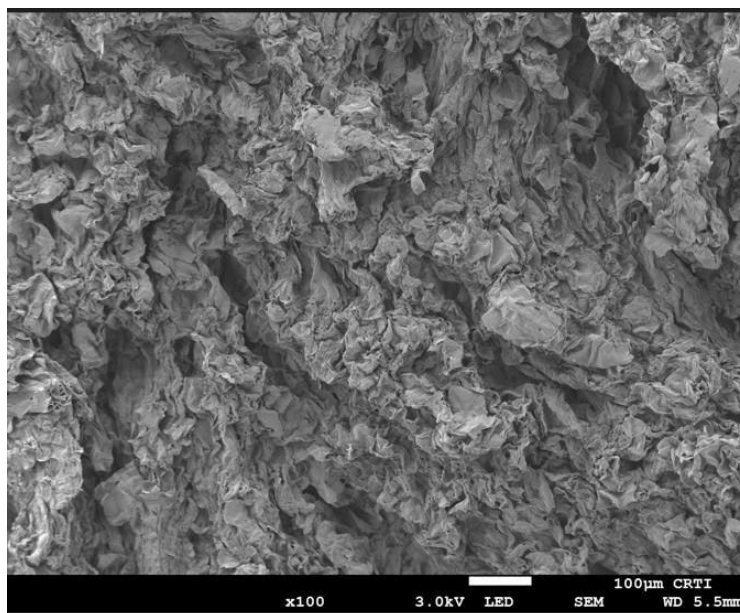


Fonte: Própria Autora.

As Figuras 14 e 15 demonstram perfeitamente a estrutura morfológica da fibra de coco *in natura*, sendo possível observar uma fibra de estrutura rugosa e irregular, devido às impurezas, gorduras e resíduos orgânicos presentes nas fibras, sendo possível identificar as medulas que estão naturalmente presentes na fibra, indicadas pela seta na Figura 15. Tais características morfológicas são compatíveis com os resultados encontrados em Montagna (2020) em fibras vegetais de coco.

A Figura 16 mostra a morfologia da fibra após o tratamento de mercerização, onde é possível observar que o tratamento em meio básico alterou a morfologia superficial, tornando-a mais rugosa, parâmetro que pode ser nitidamente observado ao comparar à Figura 14.

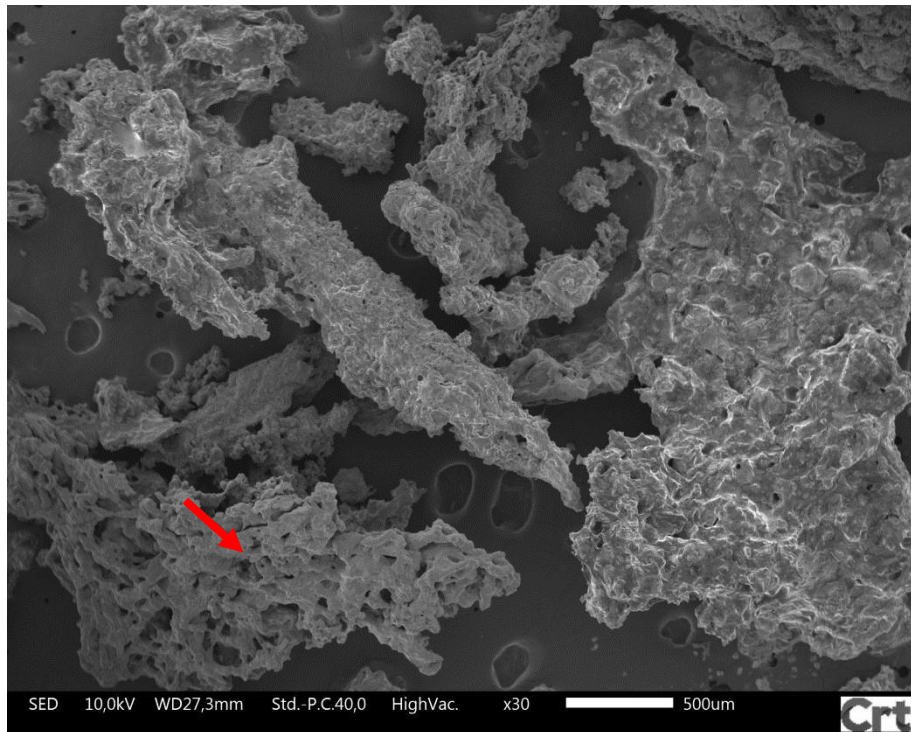
**Figura 16** - Micrografia obtida pelo MEV das Fibras de coco verde tratadas aumentada 100x.



Fonte: Própria Autora.

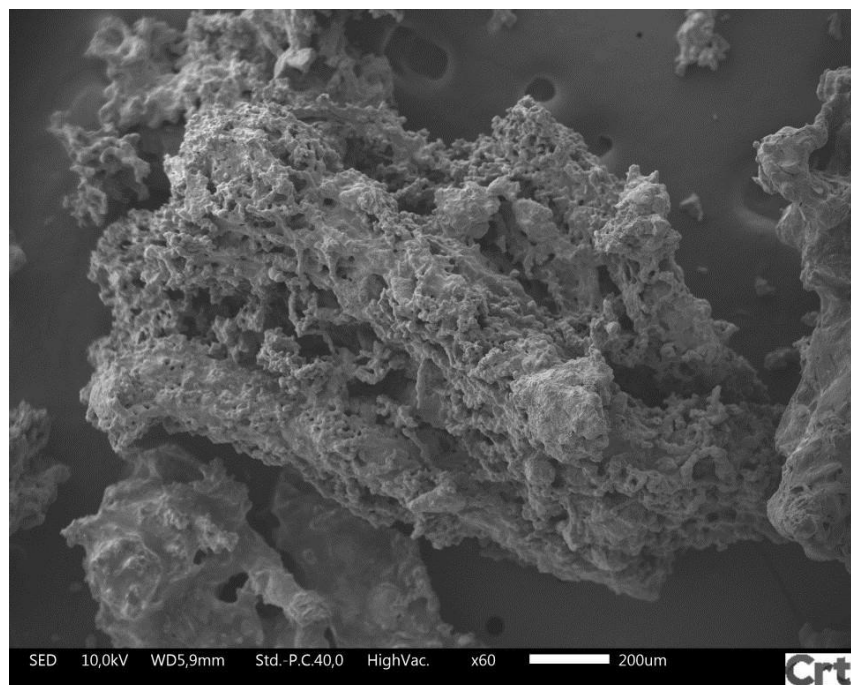
As Figuras 17 e 18 correspondem às imagens de MEV da fibra após a calcinação a 800 °C. Em ambas é possível notar a diminuição de fibras, a ausência das medulas e a presença de buracos e partículas sem geometria definida, indícios esses que sugerem um tratamento e calcinação realizados com êxito, isto é, houve uma exposição maior da celulose ao mesmo tempo da remoção parcial da lignina, hemicelulose e impurezas. Os buracos indicados pelas setas se formam ocorrem devido à volatilização dos grupamentos C=O. Os resultados de MEV para as cinzas, mesmo com a calcinação, demonstraram a presença de algumas fibras, que pode acontecer e que é importante, pois a presença de constituintes orgânicos pode ajudar a agregar o catalisador, fato esse que explica a presença de picos orgânicos da análise Infravermelho (Montagna, et al., 2020).

**Figura 17** - Micrografias obtidas pelo MEV das fibras de coco verde calcinadas (Cinzas) aumentadas 30x.



Fonte: Própria Autora.

**Figura 18** - Micrografias obtidas pelo MEV das fibras de coco verde calcinadas (Cinzas) aumentada 60x.



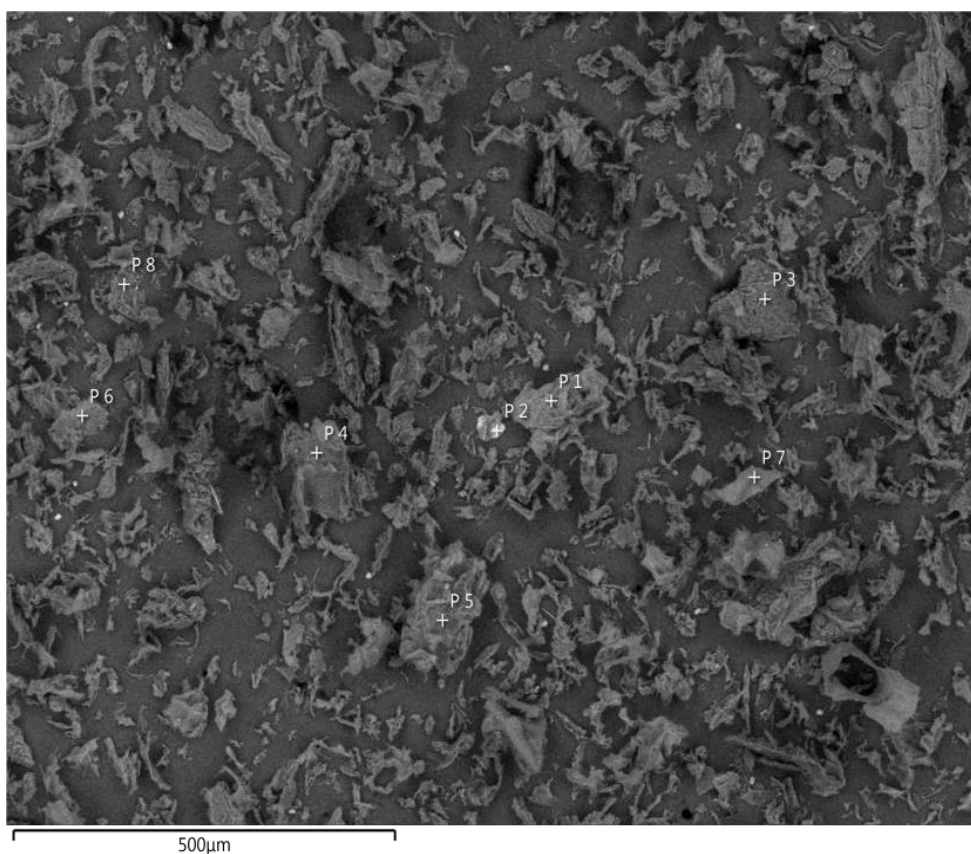
Fonte: Própria Autora.

#### 5.1.4 Espectroscopia de raios x por dispersão em energia (EDS)

Foram realizadas análises por EDS no CRTI-UFG, das fibras *in natura* e calcinada com objetivo de verificar a composição química das amostras. O alumínio, potássio e silício são oriundos da absorção natural do coqueiro no solo, o que pode ser verificado ao analisar os resultados representados pelas Figuras 19 e 20, é possível verificar as características orgânicas presentes na amostra (Pinto, et al., 2022). Assim, na Figura 19, ao focalizar o feixe energético do equipamento exatamente nos pontos indicados na imagem, é possível realizar o mapeamento químico da amostra.

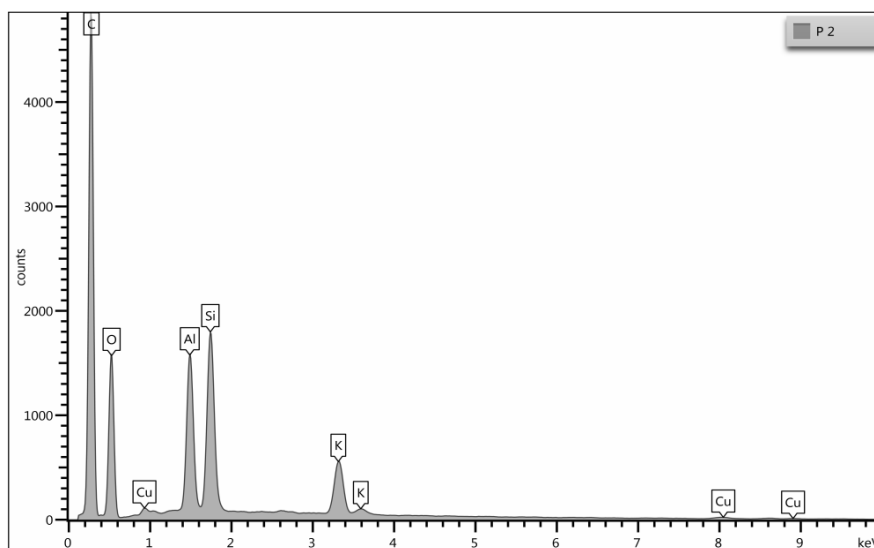
Foi possível notar um pico intenso de carbono, isso se dá ao fato de que existe carbono tanto na fibra vegetal, quanto no porta-amostra, fator este que explica também a existência de cobre (Pinto, et al., 2022).

**Figura 19** - Micrografia das Fibras de Coco *in natura*.



**Fonte:** Própria Autora.

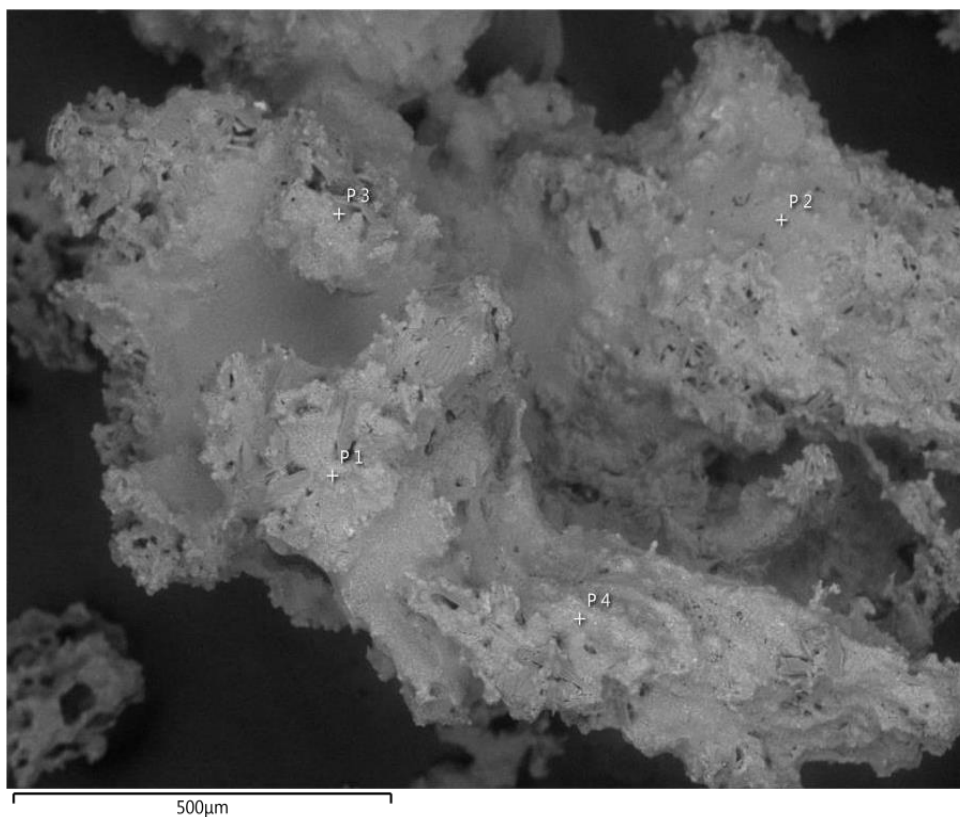
**Figura 20** - EDS das Fibras do coco verde *in natura*.



Fonte: Própria Autora.

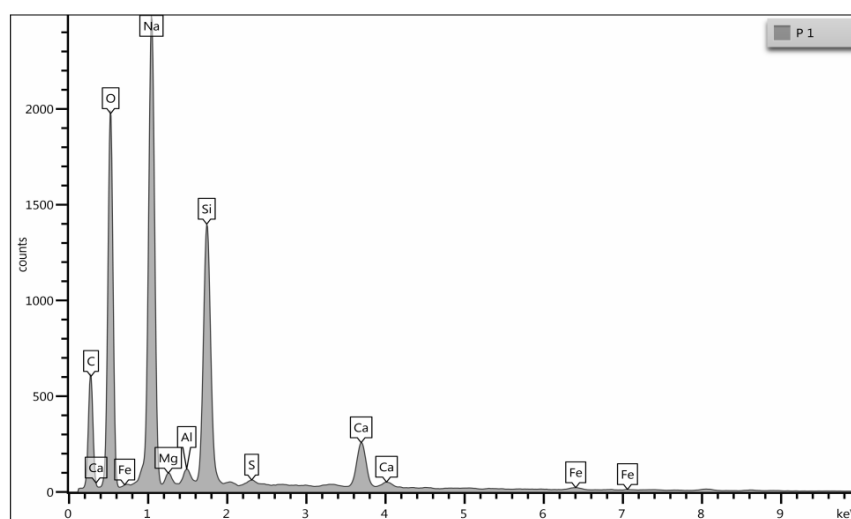
A seguir, as Figuras 21 e 22 são resultados referentes às cinzas da fibra de coco, onde é possível notar a mudança morfológica já esperada da amostra, o que confirma os resultados obtidos. É possível notar na Figura 22 um aumento na intensidade associada a energia do oxigênio, devido à presença dos óxidos metálicos e também o aumento da presença de  $\text{SiO}_2$ . Nota-se o aparecimento do pico associado a energia do sódio, devido ao tratamento no qual essas fibras foram submetidas.

**Figura 21** - Micrografia obtidas pelo MEV das cinzas das Fibras de coco verde.



Fonte: Própria Autora.

**Figura 22** - EDS das cinzas das Fibras de coco verde.



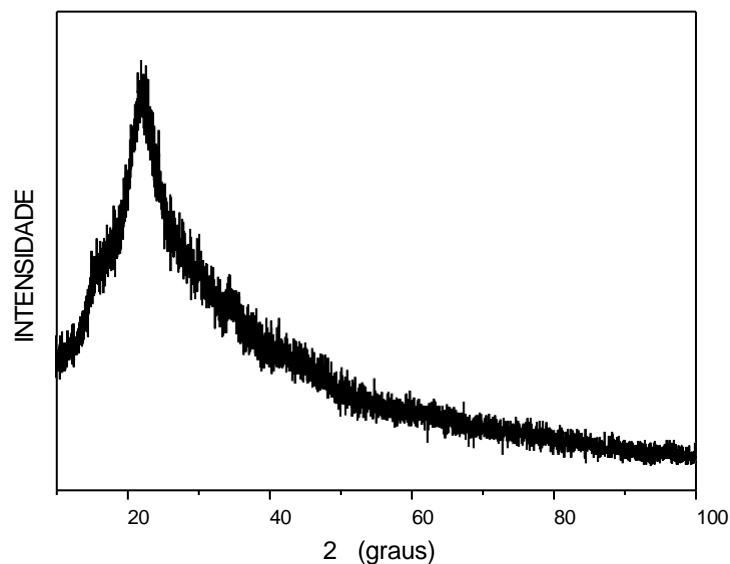
Fonte: Própria Autora.

### 5.1.5 Difração de RAIOS-X - DRX

A caracterização via DRX foi realizada na Universidade Federal de Catalão, a fim de coletar informações mediante o comportamento cristalográfico das cinzas e analisa-las comparando com a estrutura da amostra das fibras *in natura*. Foram

analisados picos de refração em  $2\theta$  na região de ângulos entre 10 a 80 graus, pôde-se notar uma mudança quanto à estrutura e a fase dos componentes da amostra ao comparar as Figuras 23 e 24.

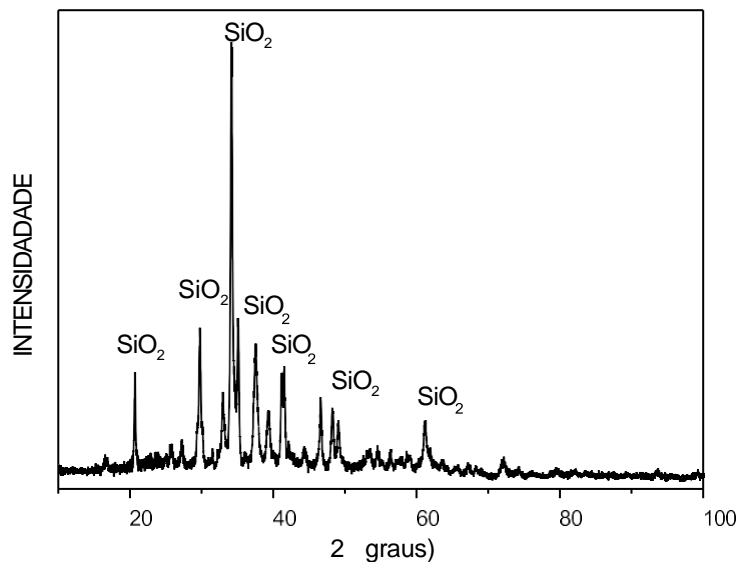
**Figura 23** - DRX das Fibras de coco verde *in natura*.



Fonte: Própria Autora.

As Figuras 23 e 24 apresentam, respectivamente, o resultado DRX das amostras de fibra de coco *in natura* e da calcinada. Como pode ser observado na fibra *in natura*, o espectro de DRX da Figura 23 apresenta um pico único e de base alargada, perfil típico de material sem cristalinidade (amorfo). Ao analisar o espectro de DRX da fibra tratada e calcinada (Figura 24), é possível notar picos de elevada intensidade e de base estreita., Isso significa que houve a cristalização da amostra. Percebe-se picos característicos do  $\text{SiO}_2$  cristalino hexagonal próximos à  $2\theta = 21, 30, 35, 37.5, 39, 40.5, 42.5, 50$  e  $60$  graus, concluindo então, que foi obtido o silício em sua forma quartzo, como desejado. Os demais picos menos intensos podem ser atribuídos à cristobalita e tridimita. A escolha pelo quartzo se deu devido ao fato de que, quanto mais cristalino, mais fotocatalítico é o semicondutor, pensando nas formas do  $\text{SiO}_2$  temos o quartzo como o mais cristalino, o que pôde ser confirmado na análise DRX (Reis, 2022; Cordeiro, 2017).

**Figura 24** - DRX das Fibras de coco verde calcinadas.

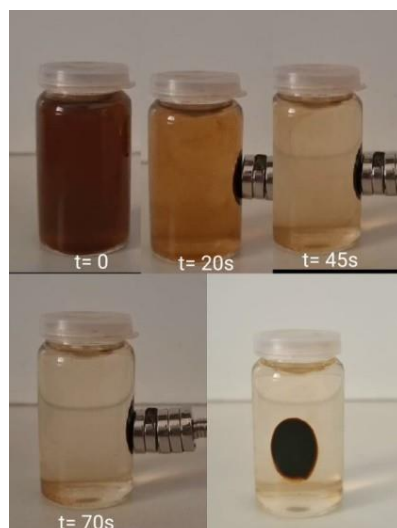


Fonte: Própria Autora.

### 5.1.6 Modificação de SiO<sub>2</sub> com Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

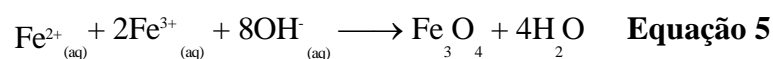
A síntese das nanopartículas de óxido de ferro (Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) na presença da sílica (SiO<sub>2</sub>), constituindo o nanocompósito Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>, foi realizada com a finalidade de melhorar as propriedades físicas e químicas do dióxido de silício (SiO<sub>2</sub>) para a fotodegradação do corante amarelo de tartrazina. O precipitado de coloração escura obtido ao final do procedimento de síntese é a magnetita, representada na Figura 25. A coloração apresentada evidencia o êxito da precipitação dos íons Fe<sup>2+</sup> e Fe<sup>3+</sup>. Essa precipitação ocorreu devido a presença do NH<sub>4</sub>OH que foi adicionado, que tem a função de agente redutor e de precipitação desses íons. A magnetita pode ser recuperada, sendo conveniente para a recuperação do próprio efluente, além do fato da magnetita abranger uma maior área superficial degradando o corante com mais facilidade e ser um material de baixo custo.

**Figura 25** - Teste Qualitativo - Tempo de Retenção.



Fonte: Própria Autora.

A Equação 4 representa a reação ocorrida na síntese da magnetita

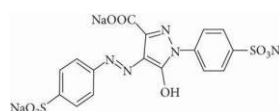


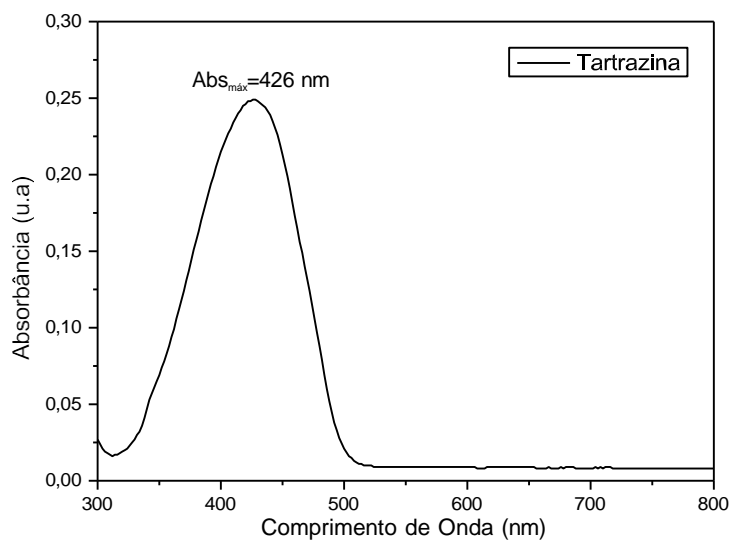
Ao realizar um teste qualitativo para determinar a resposta magnética diante de um campo externo aplicado (íma de neodímio), obteve-se um tempo de 70 segundos, conforme a sequência de fotos expressa da Figura 25.

### 5.1.7 Espectroscopia Eletrônica na região do UV-Vis

Para analisar o comportamento espectroscópico das soluções dos íons percussores ( $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$ ), tartrazina e do nanocompósito Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  empregou-se a espectroscopia na região do UV-VIS que foi realizada na própria universidade, com comprimento de onda compreendido entre 200 a 800 nm. As Figuras 26 e 27 demonstram os resultados obtidos para essas análises.

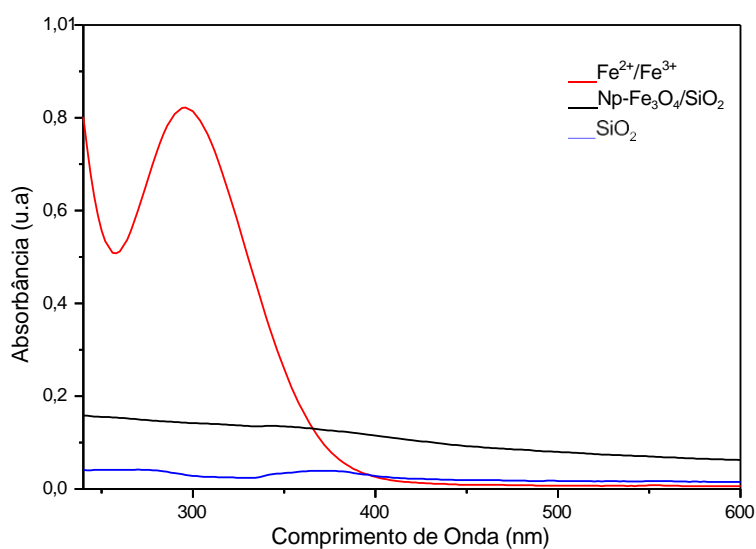
**Figura 26** - UV-Vis Corante Amarelo de Tartrazina.





Fonte: Própria Autora.

**Figura 27** - UV-Vis Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> e SiO<sub>2</sub>.



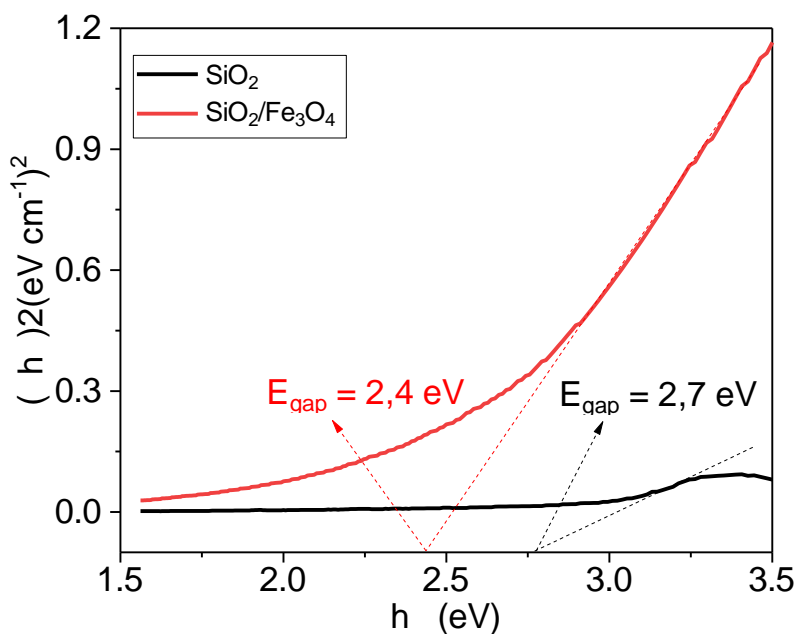
Fonte: Própria Autora.

Na Figura 26, encontra-se o espectro referente ao corante de tartrazina, onde é evidente seu pico característico em 426 nm, sendo seu comprimento de onda de absorção máxima, parâmetro utilizado para a fotocatalise. Essa banda é referente à absorção de elétrons pi existentes no grupo Azo (-N=N-), pertencente à estrutura química do corante, como pode ser vista no detalhe da Figura 26. Na Figura 27 observa-

se a banda de absorbância máxima do  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$  em aproximadamente 295 nm, referente as transições eletrônicas existentes entre o ligante cloro e o metal ferro. Na mesma figura, ao analisar o espectro para o sistema  $\text{Np-Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  não há a ocorrência de bandas, seguido da elevação da linha de base, comportamentos esses que ocorrem quando há a incidência de luz sobre a superfície de materiais em escala nanométrica. Sendo assim pode-se concluir uma boa síntese de nanopartículas magnetizadas (Mortazavi-derazkola et al., 2016).

A Figura 28 representa o gráfico de Tauc, plotado através do programa Origin como uma derivada do espectro de infravermelho, que trás a informação acerca do valor da energia de *band gap* a partir da extrapolação da tangente ate o eixo X. O valor de energia do *band gap* ilustra a quantidade de energia necessária para a excitação dos elétrons da banda de valência para a de condução, quanto mais alto o valor, mais energia é necessário. O gráfico obtido indica um bom resultado, visto que os valores de 2,7 e 2,4 eV ( $\text{SiO}_2$  e  $\text{Np-Fe}_3\text{O}_4$ , respectivamente) são similares aos encontrados nos estudos de Nikmah e co-autores (2019) e He e co-autores (2005), com valores de 2,72 eV e 2,03 eV, respectivamente.

**Figura 28** - Gráfico de Tauc para  $\text{SiO}_2$  e  $\text{SiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ .



Fonte: Própria Autora.

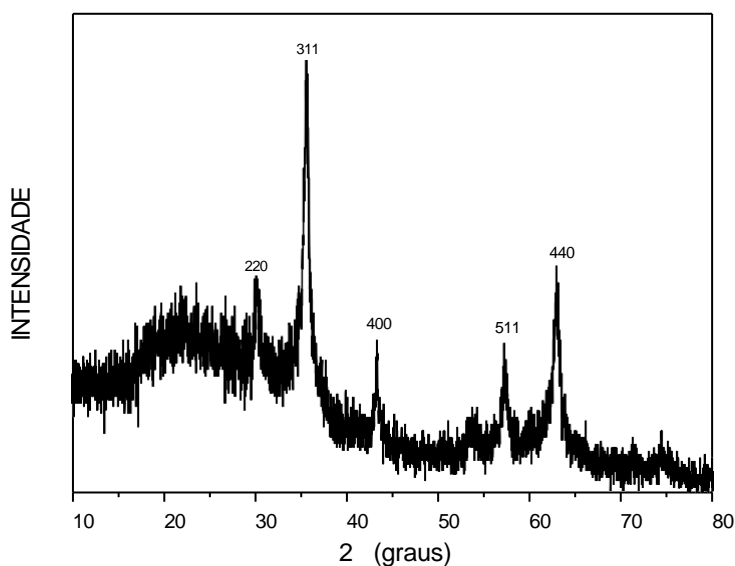
A redução no valor do *Band Gap* é esperada e acontece devido ao fato de ser referente a um material misto.

Sendo assim, as transições eletrônicas são facilitadas gerando maior quantidade de par de elétrons (buracos) no semiconductor, além de obter uma estrutura cristalina com mais faces cristalográficas, tornando-o mais eficiente para a fotocatalise. Com essa otimização, espera-se que uma maior quantidade de radicais sejam formados, o que é conveniente para a degradação do corante. (Theerthagiri et al., 2018)

### 5.1.8 DRX das nanopartículas Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>

Foi realizada a caracterização de Difração de raios-x a fim de analisar a estrutura cristalina do sistema Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. A análise foi realizada com os ângulos variando de 2 $\theta$  entre 10 a 80 graus, onde através da Figura 29, é possível observar picos sugestivos da magnetita nos ângulos de 30,2, 35,7, 43,3, 57,3 e 63,0 graus que correspondem aos campos cristalinos 220, 311, 400, 511 e 440, respectivamente (Shao, et al., 2018). Segundo Cornnel e Schwermann (2003), a maghemita é uma fase também magnética e de coloração escura, com estrutura cristalográfica parecida com a magnetita, sendo assim, os picos de menores intensidades no difratograma podem ser atribuídos à essa fase.

**Figura 29** - DRX Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.



Fonte: Própria Autora.

De acordo com o card JCPDS nº 019-0629, o espectro de Raios-X referente ao  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  não apresentou diferenças nos picos quando comparado á Figura 29, ou seja, a modificação com  $\text{SiO}_2$  não induziu alteração na estrutura cristalina das nanopartículas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , pode-se pressupor que houve a sobreposição dos picos referentes ao dióxido de silício, já que não é possível identificá-los na Figura 29. Essas informações sugerem um bom resultado na síntese Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  (Rusianto, et al., 2015).

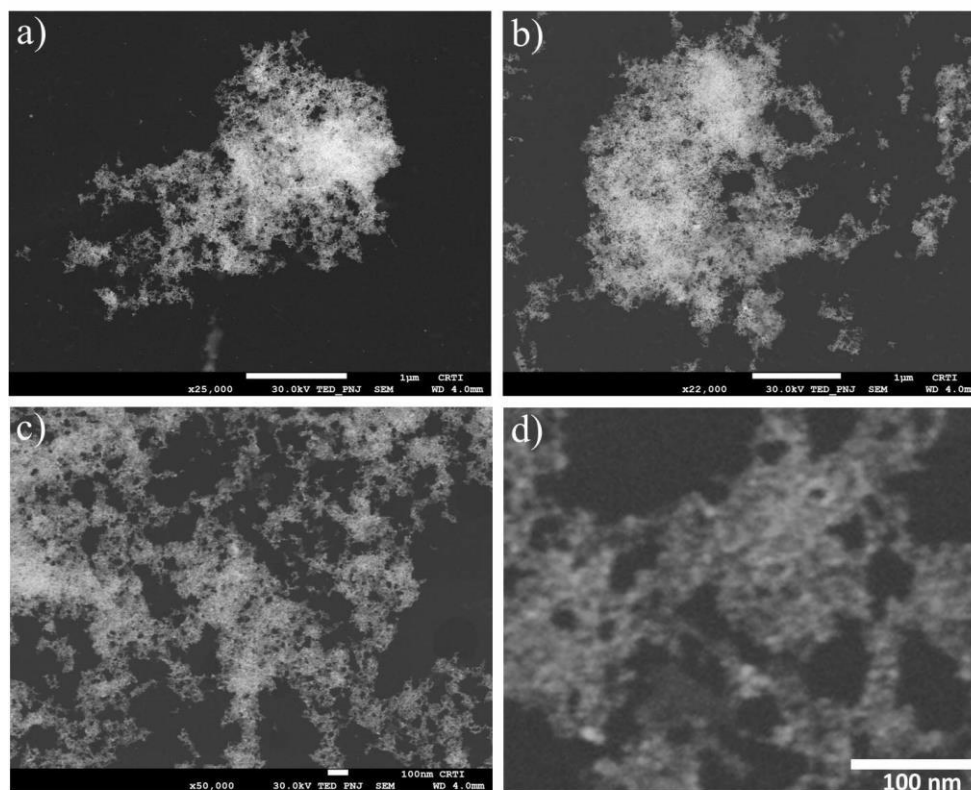
É possível calcular o tamanho do cristalito a partir da equação de Scherrer (Equação 5), equação que relaciona a largura dos picos de difração com o tamanho dos cristalitos. Foram utilizados os seguintes valores:  $K$  é a constante considerando as partículas esféricas com simetria cúbica = 0,91,  $\lambda$  é o comprimento de onda dos Raios X = 0,54 nm,  $b$  é a largura do pico a meia altura (FWHM) = 1,31 e  $\theta$  é o ângulo de Bragg = 0,31, obtendo um valor de 6,09 nm, sendo um resultado próximo às informações fornecidas pelo MEV.

$$D = K \times \lambda / \beta \times \cos \theta \quad \text{Equação 6}$$

#### 5.1.9 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) - Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$

A fim de analisar a morfologia das nanopartículas, foi realizada a caracterização por MEV. Assim, a Figura 30 apresenta as imagens de MEV em diferentes magnificações das Nps- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ . Nas imagens de 30 (a) e (c) observa-se que as nanopartículas apresentam uma polidispersão. Isso demonstra que a rota de síntese empregada foi realizada com sucesso. Através dessas imagens, pode-se deduzir um tamanho de partícula em aproximadamente 10 nm.

**Figura 30** – MEV Diferentes Parâmetros Np- $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  com ampliação de 50X e 25X.

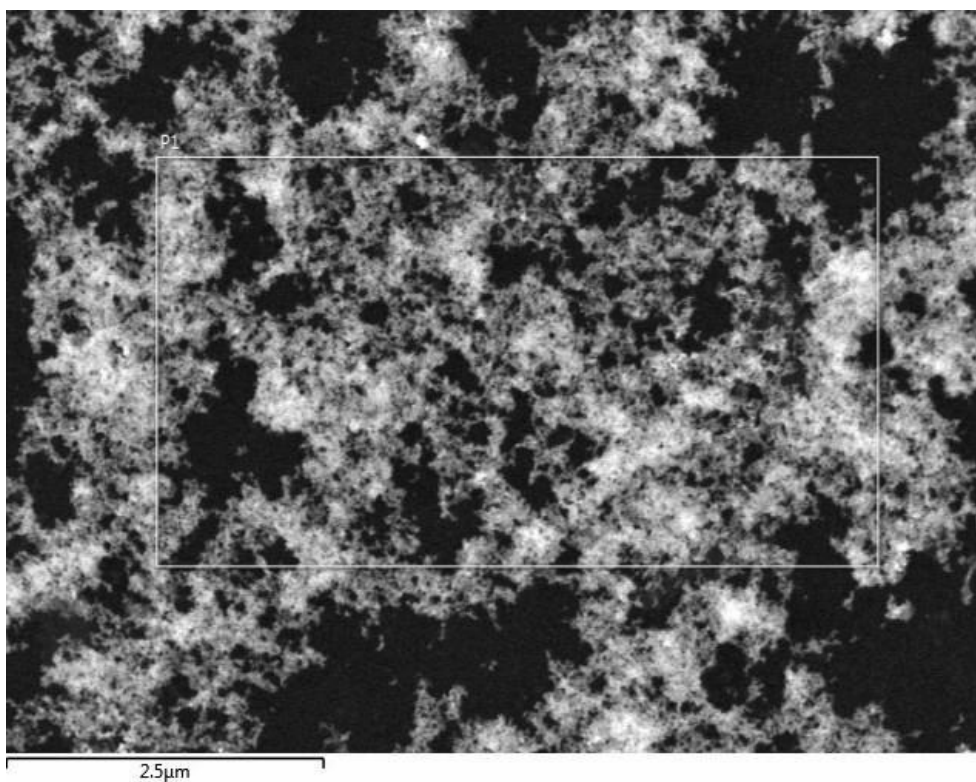


Fonte: Própria Autora.

#### 5.1.10 Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>

Foi realizada a análise de Espectroscopia por energia dispersiva a fim de confirmar a composição química do sistema Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. Assim, a Figura 31 representa a região onde foi realizada a análise, ao passo que a Figura 32 traz o resultado de EDS.

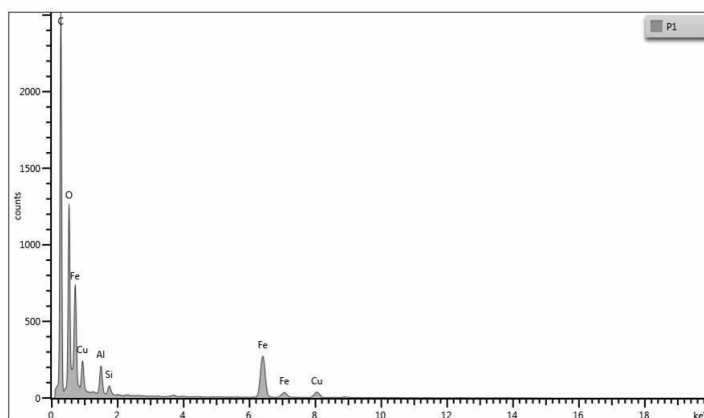
**Figura 31** - Micrografia EDS Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.



Fonte: Própria Autora.

É possível notar a elevada presença de carbono, que pode ser explicado pela influência do porta-amostra onde foi realizada a análise, no qual contém o elemento em sua composição. A presença do cloro se deve ao cloreto de ferro (II) e (III) utilizados na síntese. A confirmação da presença de magnetita pode ser verificada pela presença de oxigênio e o aumento de ferro quando comparada ao EDS de cinzas (Figura 22), os demais elementos já vem dos processos anteriores, como potássio, silício, alumínio, entre outros.

**Figura 32** - EDS Síntese Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>.

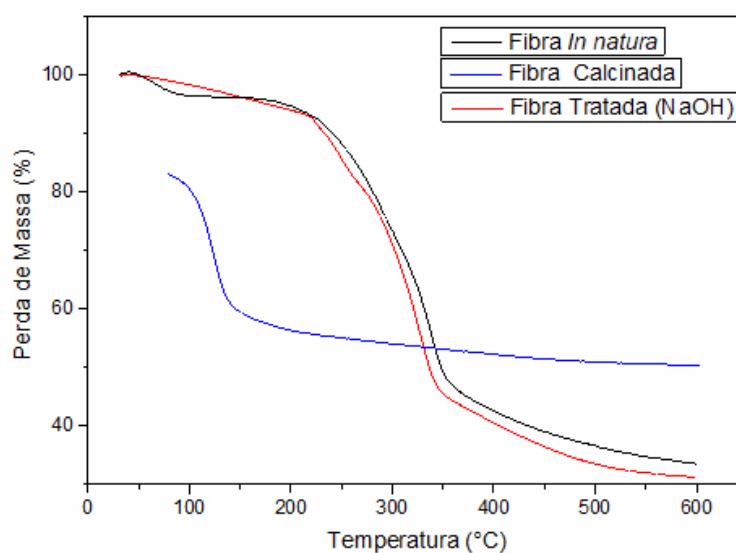


Fonte: Própria Autora.

### 5.1.11 Análise Térmica - TG e DTG

A técnica de TG e DTG tem como objetivo estudar a estabilidade das fibras acerca da temperatura no qual elas se degradam. As Figuras 33 e 34 representam os gráficos resultantes das análises de TG e DTG respectivamente.

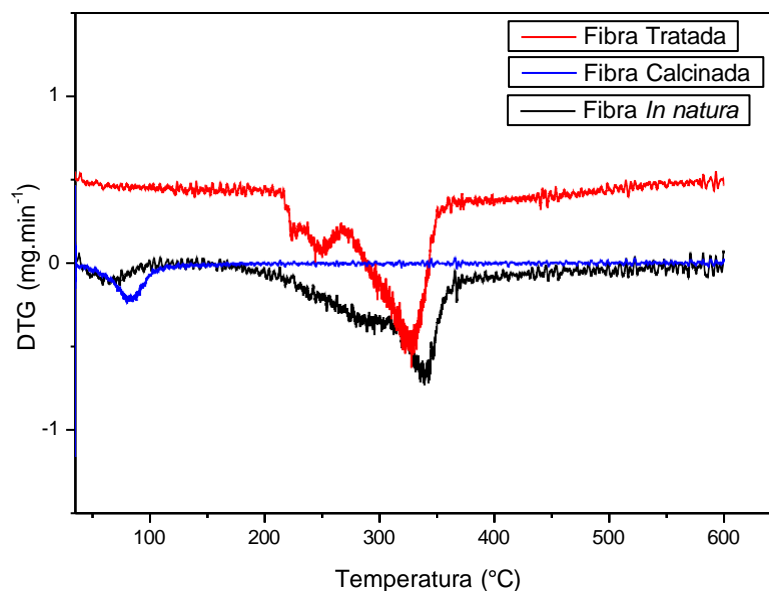
**Figura 33** - TG Fibras de coco *in natura*, Calcinadas e Tratadas.



Fonte: Própria Autora.

A Figura 33 mostra que em aproximadamente 54°C e 91°C houve uma redução de 9% de massa da fibra *in natura* quando comparada à fibra tratada com NaOH, sendo atribuída à perda de água. Em temperaturas maiores 220-357°C ocorre a degradação dos constituintes da fibra *in natura* e tratada, com aproximadamente 45% de perda de massa para ambas. A declinação localizada em aproximadamente 100°C para a fibra *in natura*, refere-se à perda de água (Campos et al., 2015). Enquanto que para a fibra calcinada, é possível observar que ocorre um declínio entre 96-144°C, que pode ser atribuída a perda de água durante o aquecimento. Logo em seguida não é observado outro declínio, o que significa que não há a degradação dos constituintes da fibra, sendo uma resposta coerente, já que ela passou pelo processo de mineralização, sugerindo uma maior resistência para a fibra calcinada.

**Figura 34 - DTG Fibras de coco *in natura*, Calcinadas e Tratadas.**



Fonte: Própria Autora.

A Figura 34 apresenta o resultado de DTG, análise que mostra em qual temperatura ocorre a máxima porcentagem de degradação. É possível observar que para a fibra *in natura* e tratada, há temperaturas próximas 341°C e 327°C, respectivamente. Enquanto que para a fibra calcinada, tem-se a maior e única degradação em 83°C. Esses resultados mostraram que em altas temperaturas apenas as fibras *in natura* e tratadas tem seus constituintes degradados, em contrapartida, a fibra calcinada que já de encontra predominantemente mineralizada não sofre alterações na variação de temperatura que foi analisada, devido sua estabilidade térmica (Campos et al., 2015).

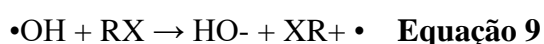
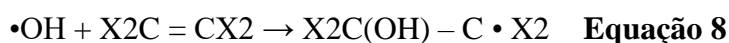
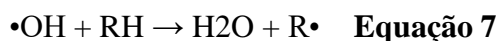
#### 5.1.12 Fotocatálise do corante amarelo de tartrazina

As medidas das absorbâncias em função do tempo foram realizadas até que a absorbância permanecesse constante, sendo um total de 1,5 horas para a amostra com peróxido e 2 horas para a amostra sem peróxido.

Nessa etapa, a descoloração do corante depende da liberação do radical hidroxila ( $\bullet\text{OH}$ ), o qual além de ser altamente reativo, é um forte oxidante, esse radical por sua vez reduz o composto do corante para uma molécula simples, ou ate mesmo mineraliza o mesmo. Seu uso é considerado promissor principalmente pelo fato de, devido ao seu alto poder de redução de 2,8 V, oxidar vários compostos orgânicos a  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  e sais

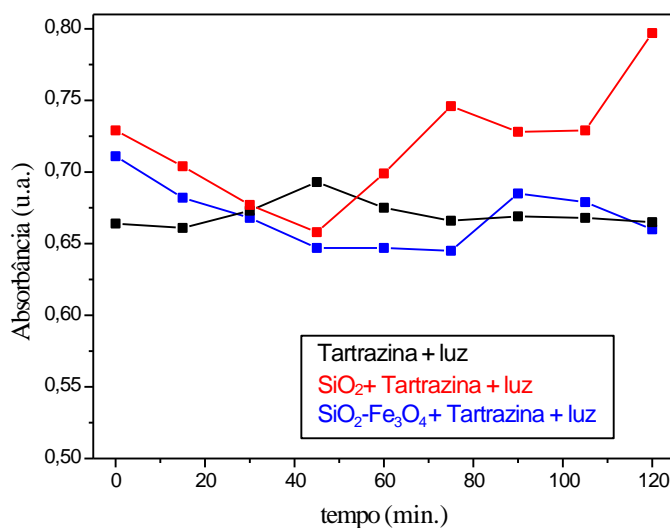
minerais, podendo assim não gerar subprodutos a serem tratados posteriormente, ou ao menos gerar produtos mais biodegradáveis (Legrini et al., 1993)

De acordo com Braun e Oliveros (1997), o ataque da hidroxila se baseia nestas três seguintes reações: abstração do átomo de hidrogênio (Equação 6), adição eletrofílica (Equação 7) e transferência de elétrons (Equação 8), a depender do tipo de contaminante a ser degradado.



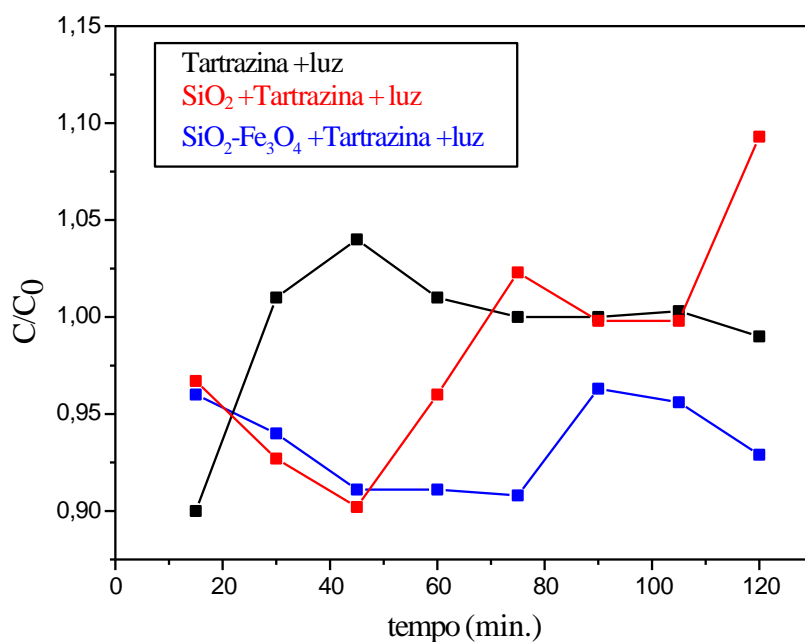
As Figuras 35 e 36 trazem os resultados de absorvância vs tempo e Concentração vs Tempo em minutos para as degradações do corante de tartrazina sem peróxido de hidrogênio, enquanto que as Figuras 37 e 38 mostram o resultado com uso de peróxido.

**Figura 35** - Fotocatálise da Tartrazina sem Peróxido de Hidrogênio. Corante  $10^{-5}$  mol/L – 2 horas



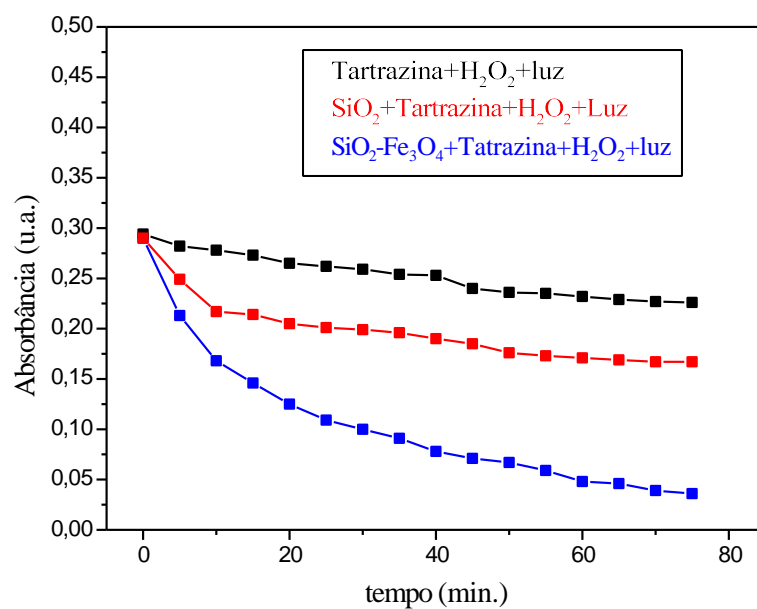
Fonte: Própria Autora.

**Figura 36** - Fotocatálise da Tartrazina sem Peróxido de Hidrogênio – Concentração vs Tempo Corante  $10^{-5}$  mol/L – 2 horas



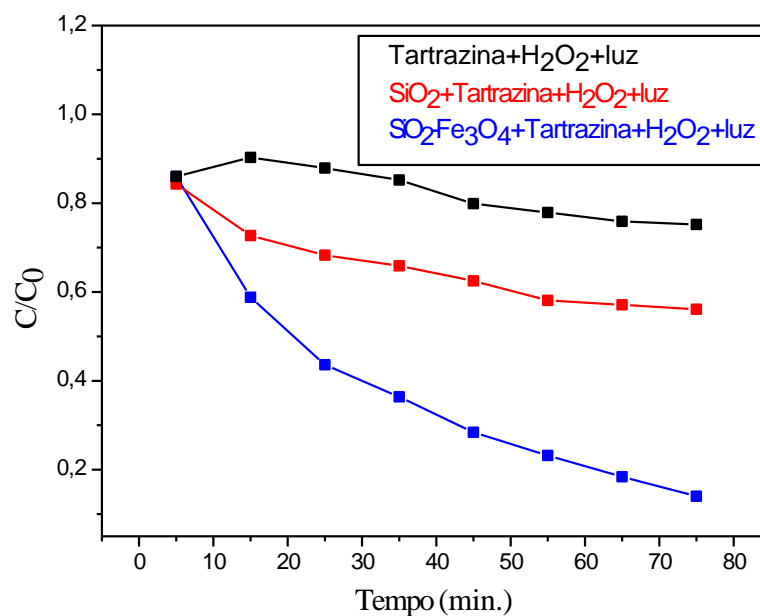
Fonte: Própria Autora.

**Figura 37** - Fotocatalise da Tartrazina com Peróxido de Hidrogênio (Reação de Fenton). Corante  $9,5 \times 10^{-7}$  mol/L 1,5 horas



Fonte: Própria Autora.

**Figura 38** - Fotocatalise da Tartrazina com Peróxido de Hidrogênio – Concentração vs Tempo. Corante  $9,5 \times 10^{-7}$  mol/L 1,5 horas



Fonte: Própria Autora.

Observando os gráficos 35 e 37 (ABS vs tempo), percebe-se que o corante apenas na presença da luz, tem uma baixíssima degradação, mostrando a necessidade de um catalisador para que se obtenha eficiência no processo. Ao observar a degradação através do  $SiO_2$  (Figura 35), sugere-se uma ineficiência da liberação do radical hidroxila para a degradação quando se trata do teste sem peróxido de hidrogênio, ao passo que quando se tem a adição desse reagente, é observado um decaimento nas absorvâncias (Figura 37) devido a presença dos radicais que são gerados em maior quantidade.

Analisando os resultados obtidos na Figura 35 com o sistema  $SiO_2/Fe_3O_4$ , observa-se que há uma degradação até o tempo de aproximadamente 78 minutos, permanecendo constante, variando um decaimento de absorvância de 0,71 – 0,64, situação essa que não ocorre na Figura 37 na reação de Fenton, onde em 90 minutos de degradação, obteve-se o decaimento na faixa de 0,25-0,04, mostrando que a presença de  $H_2O_2$  se faz necessário para otimizar o processo. Segundo Rojas e co-autores (2008), a adição de peróxido de hidrogênio como um agente oxidante gera um aumento na degradação de corantes, em especial, corantes azo como o tartrazina, onde os autores também apresentaram comparações que apresentaram resultados também positivos quanto ao uso desse reagente. Tal fato deve-se à liberação de radicais hidroxilas por parte da quebra do peróxido de hidrogênio. Ao comparar a degradação utilizando

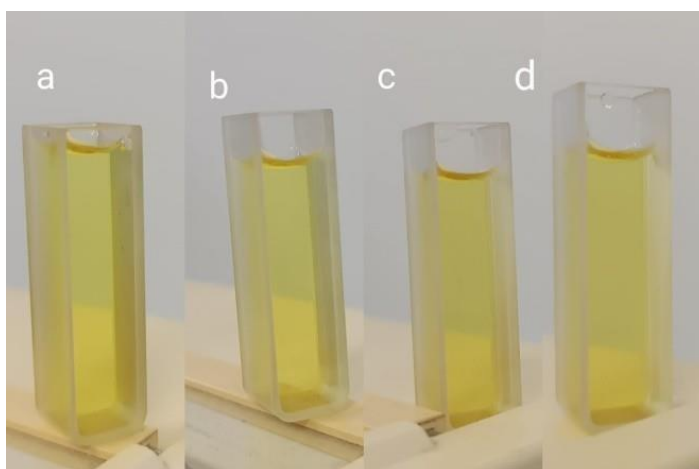
apenas o  $\text{SiO}_2$  com o sistema  $\text{SiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ , é possível verificar a importância da melhor cristalinidade possível para um bom processo de fotocatalise, aumentando a superfície de contato das nanopartículas com o corante, comportamento que conforme os DRX's mostrados no presente trabalho, essa otimização na cristalinidade da estrutura pôde ser confirmada (Dianat, 2018).

É importante ressaltar que esses parâmetros foram comparados em um mesmo intervalo de tempo, ou seja, ambas as degradações se mostraram constantes perto de 90 minutos, logo, quando analisa-se a faixa de decaimento a presença do peróxido de hidrogênio torna-se indispensável. Os resultados em função de Concentração vs Tempo são representados pelas Figuras 36 e 38.

Esses gráficos foram gerados para verificar a variação da concentração do corante, principalmente para o sistema com a presença das nanopartículas. Verificou-se que sem  $\text{H}_2\text{O}_2$  houve um decaimento de concentração em aproximadamente 0,06 até o ponto em que se manteve constante, ao passo que o sistema na presença de  $\text{H}_2\text{O}_2$  concedeu um decaimento de aproximadamente 0,7 na concentração do corante, no mesmo intervalo de tempo.

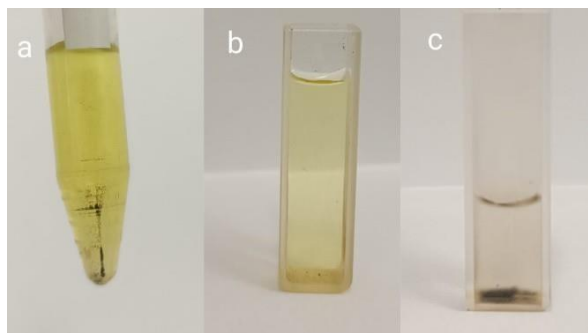
As Figuras 39 e 40 mostram a descoloração obtida durante os testes de fotodegradação. Para o teste sem peróxido de hidrogênio, têm-se registros da coloração em tempos de 0, 30, 60 e 90 minutos, para o teste com peróxido de hidrogênio têm-se os tempos de 0, 45 e 90 minutos. Com isso, é nítida a eficiência da adição do  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Figura 40) durante o processo devido a descoloração obtida no final do processo.

**Figura 39** - Processo de Descoloração na Fotodegradação sem adição de  $\text{H}_2\text{O}_2$  a- 0/ b- 30/ c- 60/ d- 120 minutos



Fonte: Própria Autora.

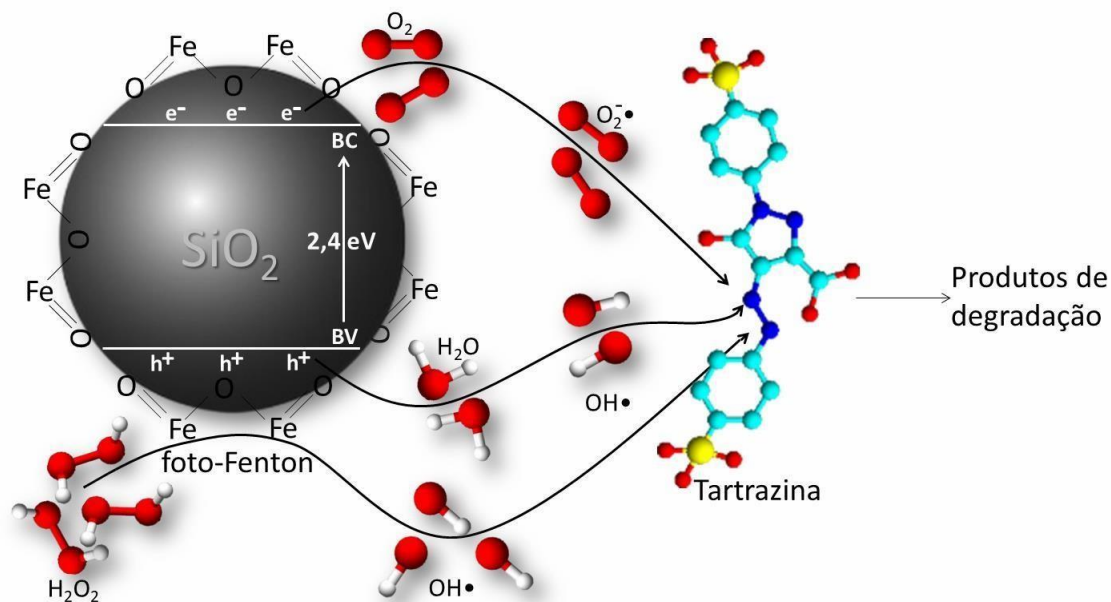
**Figura 40** - Processo de Descoloração na Fotodegradação com adição de  $H_2O_2$  a- / b- 45/ c- 90 minutos



Fonte: Própria Autora.

Baseando-se no rápido processo de fotodegradação do corante amarelo de tartrazina com o sistema  $Np-Fe_3O_4/SiO_2$  e na presença do peróxido de hidrogênio, foi possível propor um mecanismo reacional, conforme pode ser visto no esquema da Figura 41. Nesta figura, fica mais claro que a superfície do sistema nanoparticulado constituído por  $Fe_3O_4$  e  $SiO_2$  atua com inúmeros sítios de geração de radicais ( $OH^\bullet$  e  $O_2^{\bullet-}$ ) tanto na redução quanto na oxidação de moléculas de  $O_2$  e  $H_2O$ . Além disso, os íons de ferro da magnetita realizam a reação foto-Fenton na presença de peróxido de hidrogênio, gerando excessos de radicais  $OH^\bullet$ . A presença do excesso desses radicais promove uma ação rápida e eficaz em reagir especificamente com o grupo azo ( $N=N$ ), existentes na molécula de cada corante.

**Figura 41- Representação esquemática do mecanismo de degradação do corante amarelo de tartrazina por ação dos radicais ( $OH^\bullet$  e  $O_2^{\bullet-}$ ) gerados na superfície do nanocatalizador e da reação foto-Fenton.**



Fonte: própria autora.

## 6.0 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Mediante os resultados que foram apresentados, verificou-se que até o momento, estes se mostraram satisfatórios, visto que quando analisados com base no que há de literatura, foram condizentes. A princípio, foi realizado a mineralização das fibras a partir da mercerização e calcinação para obter as cinzas. A análise FTIR mostrou a redução dos picos orgânicos durante o tratamento com NaOH, reduções estas que foram mais evidenciadas ainda após a calcinação, além do aumento da intensidade do pico referente ao silício. A análise de DRX antes e depois mostrou a passagem de uma forma amorfa para uma estrutura cristalina da fibra, evidenciando a sílica quartzo em maior parte da estrutura. O MEV-EDS possibilitou confirmar essas evidências a partir da imagem morfológicas da fibra in natura e calcinada, além de trazer as informações dos elementos presentes nas mesmas, evidenciando a mineralização objetivada. A síntese foi verificada através da coloração resultante, onde a solução escura significa a precipitação do Fe<sup>2+</sup> e Fe<sup>3+</sup>, e a magnetização foi testada com um íma de neodímio. O resultado de DRX enfatizou o êxito da síntese ao representar os picos característicos da magnetita nos campos cristalinos de 220, 311, 400, 511 e 440. O espectro de UV-Vis com as curvas referentes à solução contendo ferro e da síntese mostram a diferença já esperada,

onde a curva Ferro (II) e (III) apresenta s transições eletrônicas que existem entre o metal e o ligante, a passo que a curva da síntese demonstra a ausência dos picos e a elevação da linha de base, parâmetros que confirmam a presença de partículas manométricas. O MEV dessas nanopartículas sugerem um formato esférico, além de uma polidispersão, é possível perceber que o ferro foi acoplado à superfície da sílica, esses resultados são evidenciados com o EDS, onde há o aumento do ferro e a presença do cloro, vindos dos cloretos férricos utilizados. A análise térmica realizada mostrou em decaimento entre 220-357°C para a fibra in natura e tratada, sendo este, a degradação dos constituintes da fibra, ao passo que para a amostra calcinada, obteve-se o decaimento referente à perda de água, configurando assim, que a fibra calcinada tem uma maior resistência quando comparada às demais. A fotodegradação foi realizada com e sem peróxido de hidrogênio para luz + corante, luz + corante + SiO<sub>2</sub> e luz + corante + Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. Para a fotodegradação do corante apenas com a luz, ambos testes se mostraram ineficientes, proporcionando um baixo decaimento de absorbância e concentração. Utilizando somente o SiO<sub>2</sub>, foi observado uma melhora na degradação, principalmente na presença de peróxido de hidrogênio onde os radicais hidroxilas são gerados em maior quantidade, porem a estrutura cristalina não é otimizada, o que se faz necessário utilizar das Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub>. Ao analisar os resultados com e sem peróxido de hidrogênio, é visível a otimização de degradação quando há a presença de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, onde sua quebra acaba gerando os radicais responsáveis pela degradação do corante. Logo concluiu-se que utilizar Np-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> é interessante devido ao fato do aumento da cristalinidade das nanopartículas tendo como consequência uma maior superfície de contato com o corante e uma fotodegradação mais eficiente. Esse processo na presença de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> é oportuno para que a partir de sua quebra, seja gerada uma quantidade maior de quantidade de hidroxilas, otimizando o processo fotocatalítico.

## 8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBINANTE, R. S.; PACHECO, V. A. B. E.; VISCONTE, Y. L. L. REVISÃO DOS TRATAMENTOS QUÍMICOS DA FIBRA NATURAL PARA MISTURA COM POLIOLEFINAS. Química Nova. Rio de Janeiro. 2013.

ANASTÁCIO, B. L.; OLIVEIRA, A. D.; DELMASCHIO, R. C.; ANTUNES, G. M. L.; CHEQUER, D. M. F. CORANTES ALIMENTÍCIOS AMARANTO, ERITROSINA B E TARTRAZINA, E SEUS POSSÍVEIS EFEITOS MELÉFICOS À SAÚDE HUMANA. *Journal of Applied Pharmaceutical Sciences*. Minas Gerais. 2016.

ARSYAD, M.; KONDO, Y.; ARMAN; ANZARIH, A. M.; WAHYUNI, N. Effect of sodium hydroxide concentration on the tensile strength of coconut fiber. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 1341, n. 5, 2019.

ASKARULY, K.; AZAT, S.; SARTOVA, Z.; YELEUOV, M.; KERIMKULOVA, A.; BEKSEITOVA, K. OBTAINING AND CHARACTERIZATION OF AMORPHOUS SILICA FROM RICE HUSK. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 2020.

BARROS, G. J.; LOPES, P. N. J.; LEITE, L. L.; MACIEL; S. V. K. J.; ARRUDA, R. T.; BATISTA, G. B. Y.; BANDEIRA, A. J. D.; OLIVEIRA, S. G. W. H. Viabilidade do Uso de Fibras Vegetais para Construções Sustentáveis: uma revisão. *Revista Observatório de La Economia LatinoAmericana*. v 21, n 11, Curitiba, 2023.

BATISTA, R. I. PROCESSOS OXIDATIVOS AVANÇADOS (POAs): UMA REVISÃO DA IMPORTÂNCIA DE FOTOCATÁLISE NA DESCOLORAÇÃO DE CORANTES TÊXTEIS COMO O VERDE MALAQUITA. Instituto Federal Goiano – Campus Ceres. *Ceres*. 2022.

BLEDZKI, A. K.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, v. 24, p. 221-274, 1999.

BRAUN, A. M.; OLIVEROS, E. How to evaluate photochemical methods for water treatment. *Wat. Sci. Tech*. V 35, n. 4, p. 17-23, 1997.

BRIGHT, B. M.; SELVI, B. J.; HASSAN, S. A.; JAAFAR, M. M.; SIENGCHIN, S.; RANGAPPA, S. M.; LIU, Y.; PADMAVATHY, S. R. Characterization of chemically treated new natural cellulosic fibers from peduncle of *Cocos nucifera* L. Var typica. *Polymer composites*, v. 42, ed. 12, p. 6403-6416, 2021.

CABRAL, S. M. M.; ABUD, S. K. A.; ROCHA, S. R. S. M.; ALMEIDA, G, R, M, R.; GOMES, A. M. Composição da Fibra de Coco Verde In Natura e após Pré-tratamentos Químicos. *ENGEVISTA*. v. 19. n. 1. 2017.

CALDARA, A. J. SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE FERRO ZERO PARA DEGRADAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS POR PROCESSOS OXADATIVOS AVANÇADOS. Rio de Janeiro. 2015.

CAMPOS, A. E.; FERNANDES, C. T. M.; KAWACHI, Y. W.; OLIVEIRA, S. I. J.; DUTRA, L. C. R. Chemical and Textural Characterization of Iron Oxide Nanoparticles and Their Effect on the Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, v. 40, edição 6, 2015.

CORDEIRO, G. C.; Kurtis, K. E. *Cement and Concrete Research*. 2017.

CORNELL, M. R.; SCHWERTMANN, U. The iron oxides, structure, properties, reactions, occurrences and uses. 2ed. New York. Wiley, 2003.

CRUZ, R. da; AQUINO, T.F. de; ESTEVAM, S.T.; SILVA, T.D. da. Otimização do processo de lixiviação alcalina de cinzas de casca de arroz para obtenção de silicato de sódio. v.9, p.846-858, mai. 2020. R. gest. sust. ambient. DOI: 10.19177/rgsa.v9e0I2020846-858

DIANAT, S. Visible light induced photocatalytic degradation of direct red 23 and direct brown 166 by InVO<sub>4</sub>-TiO<sub>2</sub> nanocomposite. *Iranian Journal of Catalysis*. v.8, n.2, p.121-132, 2018.

DIAS, I. N.; SOUZA, B. S.; PEREIRA, J. H. O. S.; MOREIRA, F. C.; DEZOTTI, M.; BOAVENTURA, R. A. R.; VILAR, V. J. P.; Enhancement of the photo-Fenton reaction at near neutral pH through the use of ferrioxalate complexes: A case study on trimethoprim and 67 sulfamethoxazole antibiotics removal from aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal*, v. 247, p. 302-313, 2014.

ESMERALDO, M.A. Preparação de novos compósitos suportados em matriz de fibra vegetal/natural. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) – Departamento de Química Orgânica e Inorgânica, Universidade Federal do Ceará. 119f. 2006.

FURTADO, R.X. de S. Estudo de degradabilidade do ácido perfluoro-octanossulfônico por fotocatalise e tratamento biológico anaeróbio: otimização, cinética, produtos de degradação e ecotoxicologia. São Carlos, Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos – IQSC/ USP, 2020. Tese de Doutorado, p.134.

HASHIM, Y.; FOULON, L.; AGUIÉ-BÉGUIN, V.; MOLINARI, M.; DOUILLARD, R. Langmuir-Blodgett films of cellulose nanocrystals: Preparation and characterization. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 316, n. 2, p. 388-397, 2007

HE, Y. P., MIAO, Y. M., LI, C. R., WANG, S. Q., CAO, L., XIE, S. S., & BRDA, C. Size and Structure Effect on Optical Transitions of Iron Oxide Nanocrystals. *Physical Review*, 2005.

IIDA, H., TAKAYANAGI, K., NAKANISHI, T., OSAKA, T. J. Synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles with various sizes and magnetic properties by controlled hydrolysis. *Colloid. Interf. Sci.* 314, 274-280, 2007.

LACEY, Q. E. M.; SCHIRMER, N. W. O USO DA FOTOCATÁLISE PARA A DESINFECÇÃO E DESODORIZAÇÃO DO AR INTERNO. *Ambiência*. Guarapuava. 2008.

LEGRINI, O.; OLIVEIROS, E.; BRAUN, A.M. Photochemical process for water treatment. *Chemical Reviews*, Washington, v. 93, n. 2, p. 671-698, 1993.

MACHADO, J. L.; SARTORI, A. R.; MARQUES, D. D.; NASCIMENTO, S. E. S.; FURTADO, M. J. Utilização da biomassa do coco verde (*Cocos nucifera* L.) Para obtenção de subprodutos. *Brazilian Journals Of Development*. Curitiba. 2020.

MARTÍNEZ, T. G. Nanomateriales reactivos (nanocatalizadores). Grupo Español del Carbón. Zaragoza. 2020.

Mattos, M. R. P. Utilização de nanopartículas de óxido de ferro no processo Foto-Fenton heterogêneo. 95 f. Dissertação: (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Amazonas, 2018.

MONTAGNA, S. L.; WEARN, N. Y.; PASSADOR, R. F. Coconut fiber/lDPE composites: effect of surface treatment of coconut fibers to produce green composites. *Revista Materia*. São Paulo. 2020.

MORTAZAVI-DERAZKOLA, S.; SALAVATI-NIASARI, M.; AMIRI, O.; ABBASI, A. Fabrication and characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@SiO<sub>2</sub>@TiO<sub>2</sub>@Ho nanostructures as a novel and highly efficient photocatalyst for degradation of organic pollution. *Journal of Energy Chemistry*. v.26. 2016.

NIKMAH, A., TAUFIQ, A., HIDAYAT, A. Synthesis and Characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$  nanocomposites. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. 2019.

OSUNA, S. R. E.; NESTOR, V. R. A.; SANCHEZ, V. C. R.; BELTRAN, C. A. STUDY OF THE OPTICAL PROPERTIES OF  $\text{TiO}_2$  SEMICONDUCTOR NANOPARTICLES SYNTHESIZED USING SALVIA ROSMARINUS AND ITS EFFECT ON PHOTOCATALYTIC ACTIVITY. Elsevier – Optical Materials. 2022.

PASTRANA-MARTÍNEZ, L. M.; PEREIRA, N.; LIMA, R.; FARIA, J. L.; GOMES, H. T.; SILVA, A. M. T.; Degradation of diphenhydramine by photo-Fenton using magnetically recoverable iron oxide nanoparticles as catalyst. Chemical Engineering Journal, v. 261, p. 45- 52, 2015.

PINTO, B. M. J., SILVA, S. D., FUJIYAMA, T. R. Caracterização das Fibras do Cipó Timbo-açu or MV, EDS E DRX. Ciência de Engenharia de Materiais. Princípios e Fundamentos de Pesquisa. Capítulo 3. v. 1. 2022)

RUSIANTO, T.; WILDAN, W. M.; ABRAHA, K.; KUSMONO. Various Sizes of the synthesized  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticles assisted by mechanical vibrations. Indian Journal of Engineering & Materials Sciences. v. 22. 2015.

PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; VYVYAN, J.R. Introdução a Espectroscopia. 4ed. Washington. Thomson Learning. 2010.

REIS, S. C.; CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS CERÂMICOS NA BASE DE  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  E  $\text{SiC}$  POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X. 2º Mostra de Talentos da Graduação. Campinas. 2022.

ROJAS, A. A. J., GIRALDO, G. F. L., RUIZ, A. J. A., LÓPES, A. M. C. Photo degradation of the tartrazine dye by means of photofenton, using an ultra violet light lamp\*. Lasallista De Investigación. vol. 5, n. 2. 2008.

SANTOS, W. G.; GUERREIRO, L. H. H; BORGES, G. A. Influência do tratamento químico na fibra de coco para utilização em compósito polimérico. v 1. nº 5. São Paulo. Blucher. 2018.

SCALVI, A. V. L. Princípios de Funcionamento e Aplicações de Dispositivos Semicondutores. Revista Ciência e Educação, v. 2, p. 113-120, 1996.

SCHÄFER, Thaynara Marjô Zanette. Síntese, caracterização e aplicação de nanopartículas de óxido de ferro ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). 2017. 83 p. Dissertação (Mestrado em Ciências Ambientais) - Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Toledo, 2017.

SHAO, H. Q. J.; LIN, T.; ZHOU, Y. PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2 @ \text{NMDP}$  CORE-SHELL STRUCTURE COMPOSITE MAGNETIC NANOPARTICLES. Ceramics International, 2018.

SIRIPHANICH, J.; SARADHULDHAT, P.; ROMPHOPHAK, T.; KRISANAPOOK, K.; PATHAVEERAT, S.; TONGCHITPAKDEE, S. Coconut (*Cocos nucifera* L.). Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits. p. 8-33, 2011.

SILVA, S. E.; ANTUNES, C. A.; ANTUNES, M. R. S.; KUGELMEIER, L. C.; OLIVEIRA, R. C.; ALVES, J. H. TRATAMENTO DE  $\text{SiO}_2$  PROVENIENTE DE DIFERENTES FONTES COM KF PARA A OBTENÇÃO DE CATALISADORES BÁSICOS COM ATIVIDADE NA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO. Revista Tecnológica. Maringá. 2014.

SILVERSTEIN, M. R.; WEBSTER, X. F.; KIEMLE, J. D.; BRYCE, L. D. Spectrometric Identification of Organic Compounds. 8ed. New York, Wiley. 2007.

SREENIVASAN, S.; BHAMAIYER, P.; KRISHNA IYER, K. R. Influence of delignification and alkali treatment on the fine structure of coir fibres (*Cocos nucifera*). Journal of Materials Science. V. 31, p. 721 726, 1996.

TATENO, S. N.; SÍNTESE DE ÓXIDO DE SILÍCIO A PARTIR DO BAGAÇO DA CANA-DE-AÇÚCAR MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO MAGNÉTICO: APLICAÇÃO EM FOTODEGRADAÇÃO DO CORANTE AMARELO DE TARTRAZINA. UFG. Goiás. 2021.

THEERTHAGIRI, J.; CHANDRASEKARAN, S.; SALLA, S.; ELAKKIYA, V.; SENTHIL, R. A.; NITHYADHARSENI, P.; MAIYALAGAN, T.; MICHEAL, K.; MARIAM, A.; ARASU, M. V.; AL-DHABI, N. A.; KIM, H.-S. Recent developments of metal oxide based heterostructures for photocatalytic applications towards environmental remediation. Journal of Solid State Chemistry. v.267, p.35-52, 2018.

WANG, H. M.; POSTLE, R.; KESSLER, R. W.; KESSLER, W. Removing Pectin and Lignin During Chemical Processing of Hemp for Textile Applications. *Textile Research Journal*, v. 73, n. 8, p.664-669, 2003.

ZANONI, B. M.; YAMANAKA, H. CORANTES – CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, TOXICOLÓGICA, MÉTODOS DE DETECÇÃO E TRATAMENTO. *Cultura Acadêmica. Fronteiras*. São Paulo. 2016.