

DESENVOLVIMENTO DE MICROPARTÍCULAS MAGNÉTICAS ASSOCIADAS À QUITOSANA RETICULADA PARA RECUPERAÇÃO DE ÍONS Ni^{2+} DE EFLUENTES INDUSTRIAIS

ISADORA FERRER DO NASCIMENTO 

*Escola Técnica Estadual Irmã Agostina, São Paulo, SP, Brasil, 04815-240,
isadoraferrerlima@gmail.com*

IZABELLY FELIPE SANTOS 

*Escola Técnica Estadual Irmã Agostina, São Paulo, SP, Brasil, 04815-240,
izabellyfelipe2010@gmail.com*

MARCOS VINÍCIUS CAETANO 

*Escola Técnica Estadual Irmã Agostina, São Paulo, SP, Brasil, 04815-240,
marcoscaetano.mvc@gmail.com*

VICTÓRIA CAVALCANTE SOUSA 

*Escola Técnica Estadual Irmã Agostina, São Paulo, SP, Brasil, 04815-240,
victoriacsetec@gmail.com*

KLAUSS ENGELMANN 

*Escola Técnica Estadual Irmã Agostina, São Paulo, SP, Brasil, 04815-240,
klauss.engelmann@etec.sp.gov.br*

RESUMO

Desde 2016, os estoques mundiais de níquel vêm sendo reduzidos. A falta deste metal será intensificada com a inserção maciça de carros elétricos na sociedade, resultando no aumento de sua extração, gerando resíduos que são armazenados inadequadamente e descartados sem obter futura reutilização. Como possível solução ao problema descrito, é proposto a utilização de micropartículas de quitosana-magnetita para recuperação de Ni^{2+} . Efetuaram-se testes de adsorção e dessorção com três tipos de partícula: magnetita, quitosana e quitosana-magnetita, no intuito de comparar suas eficiências. As micropartículas de quitosana-magnetita, após 50 minutos em contato com a solução, alcançaram grau máximo de adsorção de 96,51 mg de Ni^{2+} por grama de partícula, representando que cerca de 47,05 % deste íon foi removido da solução. Ademais, em média 58,54 % do íon foi recuperado das partículas pela dessorção. Portanto, conclui-se que, o uso das micropartículas na recuperação de metais é promissor.

Palavras-chave: Níquel. Micropartículas. Adsorção.



SYNTHESIS OF MAGNETIC CHITOSAN RETICULATED MICROPARTICLES FOR RECOVERING Ni^{2+} IONS FROM INDUSTRIAL WASTEWATERS

ABSTRACT

Since 2016, world's nickel resources have been reduced. The lack of this metal will be intensified by the massive insertion of electric cars in the society, which will lead to the increase of its extraction and will generate waste that is improperly stored and discarded without obtaining future reuse. As a possible solution to the problem, it is proposed the use chitosan-magnetite microparticles for recovery of Ni^{2+} . Adsorption and desorption tests were performed with three types of particles: magnetite, chitosan and chitosan-magnetite to compare their efficiencies. The chitosan-magnetite particles, after 50 minutes in contact with the solution, reached the maximum degree of adsorption of 96.51 mg of Ni^{2+} for each gram of particle, representing that approximately 47.05 % of this ion was removed from the solution. In addition, an average of 58.54 % of the ion was recovered from the microparticles by desorption. Therefore, it is concluded that the recovery of metal ions through microparticles has a promising future.

Keywords: Nickel. Microparticle. Adsorption.

1 INTRODUÇÃO

Segundo o alemão Klaus Schwab, diretor e fundador do Fórum Econômico Mundial, o planeta está vivenciando a Quarta Revolução Industrial, caracterizada pelas tecnologias de ponta que trouxeram diversos benefícios, como o aprimoramento dos meios de produção (SCHWAB, 2016). Entretanto, todo esse desenvolvimento acarretou também em inúmeras consequências, como a degradação do meio ambiente devido a sua excessiva exploração e poluição, como é o caso do níquel (Ni).

O níquel é um metal pesado que possui diversas características de interesse para a indústria, uma vez que é levemente duro, maleável e resistente à oxidação e corrosão (BROCATO; COSTA, 2017). Quando presente em baixos níveis, é considerado essencial para plantas e para alguns microrganismos e vertebrados, que não conseguem completar seus ciclos de vida em sua ausência (FILIPEK; HARASIM, 2015). Todavia, em altas concentrações, pode ser prejudicial não só para esses seres, como também para os seres humanos, visto que o níquel foi classificado pela International Agency for Research on Cancer como carcinogênico (DENKHAUS; SALNIKOW, 2002).



De acordo com dados do United States Geological Survey (2019), o Brasil possui a 3ª maior reserva mundial de níquel, além de ser seu 9º maior produtor mundial. Entretanto, a problemática deste metal reside no fato de que sua demanda ultrapassa a oferta disponível no mercado. Cenário que, segundo previsões de analistas, se intensificará devido à inserção maciça de carros elétricos no mercado automobilístico a partir de 2020, pois esses veículos possuem baterias que contêm o níquel como um de seus componentes (BURTON, 2018). Conseqüentemente, mineradoras estudam a possibilidade de aumentar a exploração deste metal para o suprimento do mercado. Porém, a intensificação das atividades de mineração irá retirar ainda mais recursos não renováveis do meio ambiente - incluindo o níquel - afetando a fauna, a flora e as comunidades locais, como ocorrido em 2015, na tragédia de Mariana, e em 2019, na tragédia de Brumadinho, Minas Gerais (MUNHOZ, 2019).

Dentre os diversos procedimentos que utilizam o níquel, destaca-se a niquelagem, uma técnica galvanoplástica de deposição de níquel com objetivos funcionais e estéticos, que acaba por gerar águas residuais contaminadas, já que durante o processo são realizadas inúmeras lavagens do material revestido (JIMÉNEZ et al., 2021).

Conforme descrito pelo Instituto Estadual do Ambiente (2014), o atual tratamento utilizado para esses e os demais efluentes galvanoplásticos, consiste no ajuste do pH em tanques de agitação até que ocorra a máxima precipitação dos metais presentes na forma de hidróxidos insolúveis. Forma-se uma lama, denominada “lodo galvânico” que, por conter metais, é classificada como resíduo perigoso (Classe I) e deve ser armazenada em aterro industrial por tempo indeterminado. Contudo, nem todas as indústrias realizam esse procedimento, o que se mostra contrário à Resolução nº 397, de 3 de abril de 2008, do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), cujo limite máximo permitido é de 2,0 mg de Ni/L de efluente.

Diante desse panorama, torna-se necessária a implementação de métodos eficientes e viáveis para a recuperação do níquel, sendo proposto por este trabalho o desenvolvimento de micropartículas magnéticas associadas a quitosana reticulada, que apresentam como vantagem perante outros métodos estudados atualmente, como a filtração por membrana (YUREKLI, 2016) e a troca iônica em resina (RIBEIRO; RODRIGUES, 2010), maior facilidade de serem separadas do líquido residual após a adsorção do níquel, por serem susceptíveis a atração por um campo magnético externo.



2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A magnetita (Fe_3O_4) é um mineral magnético formado por óxido de ferro (II) (FeO) e óxido de ferro (III) (Fe_2O_3), o que a permite ser classificada como um óxido misto de ferro, que possui um caráter fortemente magnético, mantendo-se magnetizada mesmo após a remoção do campo magnético externo (HENRIQUES, 2012). Este mineral também possui grande capacidade adsorvedora de metais, o que atrelado a sua elevada magnetização, o torna um meio eficaz para a recuperação de íons metálicos, principalmente, quando associado a materiais orgânicos também adsorventes, como é o caso da quitosana.

A quitosana é um polímero natural classificado como aminopolissacarídeo, cuja obtenção se dá pelo processo de desacetilação da quitina em meio alcalino, processo que consiste na substituição de grupos acetila ligados a substituintes $-\text{NH}$ por átomos de hidrogênio, formando grupos amino (AZEVEDO et al., 2007). De acordo com Rolim et al. (2018), a quitosana é o segundo polissacarídeo mais abundante na natureza, ficando atrás somente da celulose. Sua estrutura corresponde a um copolímero que possui grupos aminos e hidroxilas em partes da cadeia (SOBREIRA et al., 2020), como mostra a Figura 1.

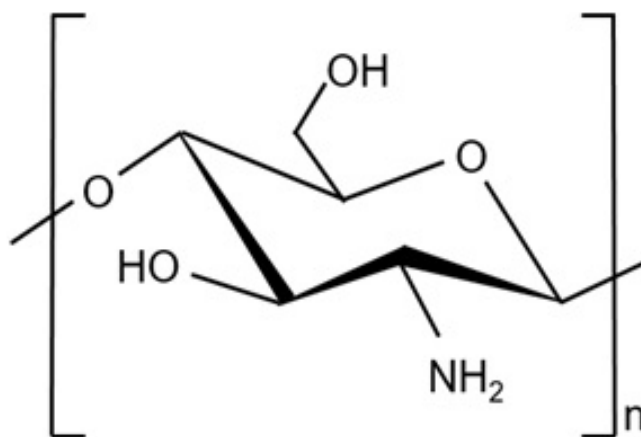


figura 1. Fórmula estrutural do monômero da quitosana.

Fonte: Adaptado de Assis e Silva (2003).

Muitos metais iônicos podem ser adsorvidos pela quitosana através dos grupos aminos por quelação em soluções neutras. Entretanto, para ânions em solução ácida, esta ocorre devido a forças eletrostáticas geradas pelos grupos amino (GUIBAL, 2004). Um dos fatores que interfere em suas propriedades de adsorção é o Grau Médio de Desacetilação (GMD), que mede o percentual de grupos amino disponíveis na cadeia, tendo em vista que quitosanas são obtidas pela substituição de 70% a 95% das acetilas presentes na cadeia de quitina. Sendo que, para reações de desacetilação menos extensivas, o polissacarídeo ainda é considerado



quitina (FATIBELLO-FILHO *et al.*, 2007). Este também é um dos principais interferentes no grau de cristalinidade e de hidrofobicidade da quitosana, devido às mudanças nas interações hidrofóbicas (VIEIRA, 2008).

De modo que, para aumentar a eficiência da quitosana em suas diferentes aplicações, podem ser realizadas a inserção de grupos funcionais nas cadeias do polímero. Estas modificações químicas, como a reticulação, têm por objetivo inviabilizar sua dissolução em meios ácidos (DIMA *et al.*, 2015) e melhorar as propriedades de adsorção e seletividade de íons metálicos (GONSALVES *et al.*, 2011), adquirindo a fórmula estrutural representada pela Figura 2 quando reticulada com 1,5-pentanodial, também denominado glutaraldeído.

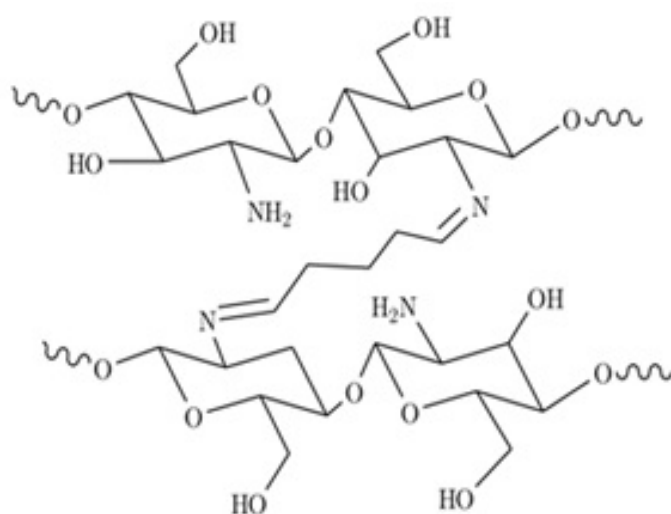


figura 2. Estrutura da quitosana reticulada com 1,5-pentanodial.

Fonte: Adaptado de Luk *et al.* (2014).

A associação da quitosana reticulada com magnetita faz-se preferível na forma de micropartículas, pois esta organização minimiza as limitações hidrodinâmicas que acarretam uma cinética de adsorção bastante lenta e ineficiente, além de fornecer uma maior relação entre área superficial e massa (VIEIRA, 2008).

As micropartículas são partículas cujo diâmetro pertencem à escala micrométrica (do 1 ao 1000 μm), e são obtidas pelo processo de microencapsulação, que consiste em revestir ou incorporar materiais ativos em camadas poliméricas. Conforme descrito por Matté e Rosa (2013), este processo resulta em estruturas que podem ser classificadas em duas subdivisões de acordo com suas morfologias: microcápsula, formada quando o material ativo compõe um núcleo que é revestido por uma membrana composta pelo agente de parede; ou microesfera, formada quando o material ativo está disperso por toda a matriz polimérica composta por uma matriz homogênea, na qual o material encapsulado pode ser incorporado, como mostra a Figura 3.

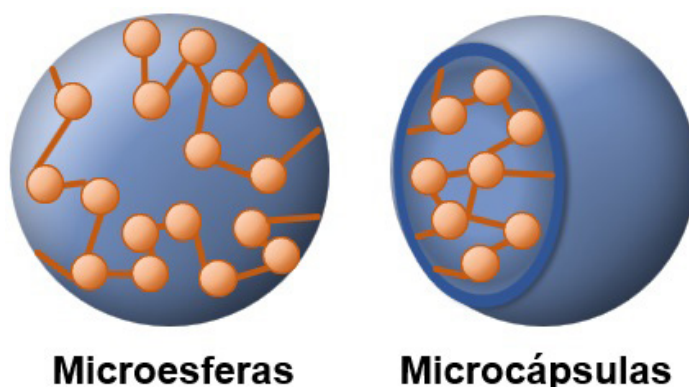


figura 3. Esquema ilustrativo diferenciando os tipos de micropartículas.

O processo de microencapsulação se faz extremamente eficiente, uma vez que possibilita a manutenção de características ideais de determinadas substâncias, pois estabiliza o produto, protegendo-o de meios adversos e aumentando sua vida útil, tornando assim, possível aplicar micropartículas no processo de adsorção de metais (MATTÉ; ROSA, 2013).

Segundo Vieira (2008), a adsorção é um fenômeno de superfície que ocorre devido a interações químicas entre o adsorvato e o adsorvente. No sistema de adsorção, é designado adsorvente o material sobre o qual ocorre o processo, enquanto é intitulado adsorvato as moléculas dissolvidas no meio que se ligam a superfície desse material (NOOROOZI; SORIAL, 2013).

A dessorção representa o inverso do processo de adsorção, podendo ser definida como a liberação do adsorvato de uma interface entre uma superfície adsorvente e uma solução (VINHAL-FREITAS *et al.*, 2010). Além disso, agentes quelantes bidentados, como a dimetilglioxima, e polidentados, como o EDTA, podem atuar na dessorção de metais (VALENTINI *et al.*, 2000).

Dessa forma, o uso de micropartículas de quitosana-magnetita é uma possível solução para que o níquel possa ser adsorvido de resíduos, recuperado por meio da dessorção e reinserido no mercado, consequentemente aliviando sua demanda. E, assim, diminuindo a necessidade de intensificar sua exploração e trazendo uma redução dos custos para as indústrias que o utilizam, além de contribuir com a preservação do meio ambiente, já que esses efluentes são tóxicos e corriqueiramente não tratados.

3 METODOLOGIA

Os reagentes utilizados durante os procedimentos, seguidos de suas purezas e fornecedores, estão descritos a seguir: ácido clorídrico (36,5 - 38,0 %) (Synth); ácido etilenodiamino tetra-acético (99,0 - 101,0 %) (Synth); ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico (ácido cítrico) (mínimo 99,5



%) (Merck); cloreto de ferro (III) hexahidratado (97,0 - 102,0 %) (Synth); hidróxido de sódio (mínimo 98,0 %) (Merck); nitrato de níquel hexahidratado (97 %) (Dinâmica Ltda); pentano-1,5-dial (25 %) (EMS); propanona (mínimo 99,5 %) (Synth); quitosana (Polymar) e sulfato de ferro (II) heptahidratado 99,0 % (Synth).

Para a realização das etapas foram utilizados os seguintes equipamentos: centrífuga, marca Nova Instruments® (São Paulo, Brasil); balança analítica, modelo AG200, marca Gehaka® (São Paulo, Brasil); Espectrofotômetro UV/Visível, modelo NI-1600 UV, marca Nova Instruments® (São Paulo, Brasil); agitador magnético, marca IKA® Color Squid; pHmetro digital, modelo PG1800, marca Gehaka® (São Paulo, Brasil) e Zetasizer Nano Series, marca Malvern Panalytical®.

3.1 DETERMINAÇÃO DO GRAU MÉDIO DE DESACETILAÇÃO DA QUITOSANA

No intuito de averiguar as características da quitosana a ser utilizada, realizou-se a determinação do GMD através de titulação potenciométrica. Para tal, adicionou-se 0,8113 g de quitosana seca em um béquer e 200 mL de HCl 0,05 mol.L⁻¹. Deixou-se a mistura em agitação magnética por 24 horas. Em seguida, retirou-se três frações de 30 mL da solução obtida, as quais foram diluídas a 50 % (v/v) e tituladas com NaOH previamente padronizado, possibilitando a obtenção de dados para o cálculo da porcentagem de grupos amino da quitosana.

O GMD da quitosana (% NH₂) é determinado através de volumetria de neutralização, contabilizando a diferença entre o volume de NaOH utilizado para neutralizar o excesso de quitosana protonada, em litros (V₂), e o volume de NaOH utilizado para neutralizar o excesso de HCl, em litros (V₁). A essa diferença, multiplica-se a concentração da solução de NaOH em mol.L⁻¹ (M_{NaOH}) e a massa molar da unidade monomérica de quitosana (161 g.mol⁻¹). O produto é então dividido pela massa, em gramas, da amostra de quitosana (m) conforme a Equação 1.

(Eq. 1):

$$\% NH_2 = \frac{M_{NaOH} \times (V_2 - V_1) \times 161}{m} \times 100$$

3.2 PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS

3.2.1 SÍNTESE DAS MICROPARTÍCULAS DE MAGNETITA

Para a síntese das micropartículas de magnetita, utilizou-se o método de co-precipitação descrito por Tomás, Silva e Condomitti (2016), realizando-se todo o procedimento a temperatura ambiente.

Adicionou-se, sob agitação magnética, 50 mL de uma solução de FeCl₃ 2,00 mol.L⁻¹ em um béquer contendo 50 mL de uma solução de FeSO₄ 1,00



mol.L⁻¹ e deixou-se o sistema em agitação por 5 minutos. Em seguida, aumentou-se a velocidade de agitação, adicionou-se, rapidamente, 100 mL de uma solução de NaOH 0,75 mol.L⁻¹ e deixou-se o sistema em agitação por 15 minutos e, então, ajustou-se o pH para 12 com a adição de NaOH sólido. Após esse processo, o sistema foi deixado em decantação magnética sobre um ímã por 24 horas.

Passado esse período, retirou-se o sobrenadante e adicionou-se 100 mL de uma solução de propanona a 50 % (v/v) para a lavagem das partículas, deixando o sistema novamente em decantação magnética por 24 horas. Para que essa lavagem se desse de maneira efetiva, repetiu-se esse processo três vezes.

Finalizado o último ciclo, retirou-se o sobrenadante, transferiram-se as partículas de magnetita para uma placa de Petri e colocou-a em estufa a 70 °C por 24 horas para a completa secagem das partículas, que foram transferidas para um almofariz e maceradas suavemente com um pistilo para separar os agregados formados durante o aquecimento. Por fim, armazenou-se a magnetita em um flaconete de vidro.

3.2.2 PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS DE QUITOSANA RETICULADA

Para o preparo das micropartículas de quitosana reticulada, utilizou-se o método *spraying*. A quitosana foi solubilizada em ácido 2-hidroxi-1,2,-3-propanotricarboxílico 5% (m/v) na proporção de 2,5% (m/v). Em seguida, aproximadamente, 120 mL desta solução foram transferidos para o interior de um borrifador e, então, pulverizados em um béquer contendo 200 mL de uma solução de NaOH 2,00 mol.L⁻¹.

O sistema foi mantido em agitação por 24 horas e, posteriormente, as micropartículas foram submetidas à filtração simples. Após pesagem das micropartículas, adicionou-se 1,5 mL de pentano-1,5-dial 3,5 % (v/v) para cada 1 g de micropartícula, e deixou-se o béquer em repouso por 24 horas. Após esse período, realizou-se novamente uma filtração simples, lavando as micropartículas já tratadas pelo processo de reticulação com água destilada. As micropartículas foram secas em estufa a 60 °C e armazenadas para os testes de adsorção.

3.2.3 PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS DE QUITOSANA RETICULADA ASSOCIADAS ÀS PARTÍCULAS DE MAGNETITA

Para o preparo das micropartículas magnéticas de quitosana, repetiu-se o mesmo procedimento descrito em 3.2.2, acrescentando-se 3 g de magnetita à solução de quitosana em ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico.



3.3 ENSAIOS DE ADSORÇÃO DE NÍQUEL

Para a análise de adsorção, pesou-se 0,5 g de cada micropartícula individualmente em três béqueres diferentes e, sob agitação, adicionou-se o volume de 30 mL da solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 3400 ppm em cada béquer. Essa concentração foi definida com base nos estudos de Hritcu, Dodi e Popa (2012) que observaram que esta concentração inicial foi a que permitiu uma maior adsorção pelas micropartículas.

O sistema foi mantido em agitação por 1 hora e foram recolhidas, com uma pipeta Pasteur, alíquotas de 1,5 mL nos intervalos de 0, 5, 10, 20, 30, 40, 50 e 60 minutos de cada béquer. As alíquotas foram centrifugadas imediatamente e foram recolhidos, com uma pipeta automática, alíquotas de 700 μL do sobrenadante que foram transferidas a balões volumétricos de 5 mL. Em todos os balões foram adicionados 1400 μL de EDTA $0,10 \text{ mol.L}^{-1}$ e completados com água até o menisco. Após os 60 minutos, a agitação foi interrompida e as micropartículas decantadas para posterior filtração.

As concentrações de Ni^{2+} nas diferentes alíquotas foram determinadas por espectrofotometria de absorção molecular no comprimento de onda de 598 nm. Assim, determinou-se o intervalo de tempo necessário para a adsorção máxima de íons Ni^{2+} .

3.4 ANÁLISE DIMENSIONAL, ÍNDICE DE POLIDISPERSÃO (IPD) E POTENCIAL ZETA (ζ)

Para análise dimensional e índice de polidispersão, as micropartículas foram analisadas através da técnica de espalhamento de luz dinâmico (DLS), utilizando um equipamento Malvern Zetasizer Nano Series pertencente à Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP).

O procedimento consistiu primeiramente em eliminar aglomerados de partículas, onde 0,05 g das partículas foram dispersas em 1,5 mL de água destilada em tubos cônicos tipo Eppendorf e centrifugadas. Em seguida, as leituras foram realizadas com o sobrenadante, em temperatura ambiente, em cubeta de vidro com 1 cm de caminho óptico. Quando o feixe de luz laser entra em contato com as micropartículas, há o espalhamento da luz em intensidades que variam de acordo com o movimento browniano das partículas. A velocidade do movimento browniano pode ser obtida por esta variação de intensidade, dada pelo coeficiente de difusão translacional. Através da relação de Stokes-Einstein, demonstrada na Equação 2, é possível calcular o diâmetro hidrodinâmico médio das partículas.

(Eq. 2):
$$d(H) = \frac{kT}{6\pi\eta D}$$



Onde:

$d(H)$: diâmetro hidrodinâmico

k : constante de Boltzmann

T : temperatura

D : coeficiente de difusão translacional

η : coeficiente de viscosidade

Já para o Potencial Zeta, os dados foram obtidos através de medidas da sua mobilidade eletroforética também pelo Malvern Zetasizer, conforme citado. A amostra passou pelo mesmo procedimento descrito acima para eliminação dos aglomerados de partículas. O sobrenadante foi acondicionado em uma cubeta de plástico, onde foi acoplado um eletrodo do tipo *Dip Cell* com duas placas de paládio (Pd). Todos os procedimentos foram realizados a temperatura ambiente. As medidas de mobilidade eletroforéticas são convertidas para valores de potencial zeta utilizando a equação de Helmholtz-Smoluchowski, demonstrada na Equação 3.

(Eq. 3):

$$\zeta = \frac{\eta \cdot U_{\epsilon}}{\epsilon}$$

Onde:

ζ : Potencial Zeta

η : coeficiente de viscosidade dinâmica

ϵ : permissividade elétrica do meio fluido

U_{ϵ} : mobilidade eletroforética

3.5 ENSAIOS DE DESSORÇÃO DE Ni^{2+}

As micropartículas utilizadas para os ensaios de dessorção de Ni^{2+} foram as mesmas utilizadas nos ensaios de adsorção, isto é, com os íons Ni^{2+} ainda adsorvidos.

Para a análise de dessorção pesou-se individualmente, em tubos de ensaio com tampa, cerca de 0,05 g de cada micropartícula e, sob agitação, adicionou-se 3 mL da solução de EDTA 0,10 mol.L⁻¹ em cada tubo. O sistema foi mantido em agitação por 72 horas e foram recolhidas, com uma pipeta Pasteur, alíquotas de 1 mL nos intervalos de 24 e 72 horas. As alíquotas foram centrifugadas imediatamente após terem sido recolhidas e, com uma pipeta automática, adicionou-se 700 µL do sobrenadante em balões volumétricos de 5 mL que foram completados com água até o menisco.



A análise da concentração de Ni^{2+} nas diferentes alíquotas foram determinadas por espectrofotometria de absorção molecular sob o mesmo comprimento de onda. Assim, determinou-se a influência do tempo para a recuperação máxima de íons Ni^{2+} .

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Todos os dados expressos a seguir foram conduzidos a partir do *OriginLab*. Exceto o GMD, todos os tratamentos estatísticos seguem a notação: média \pm desvio padrão.

4.1 DETERMINAÇÃO DO GRAU MÉDIO DE DESACETILAÇÃO DA QUITOSANA

A curva potenciométrica obtida a partir das titulações está expressa na Figura 4. Para uma melhor definição do ponto de inflexão, foi realizada a curva de segunda derivada, expressa na Figura 5.

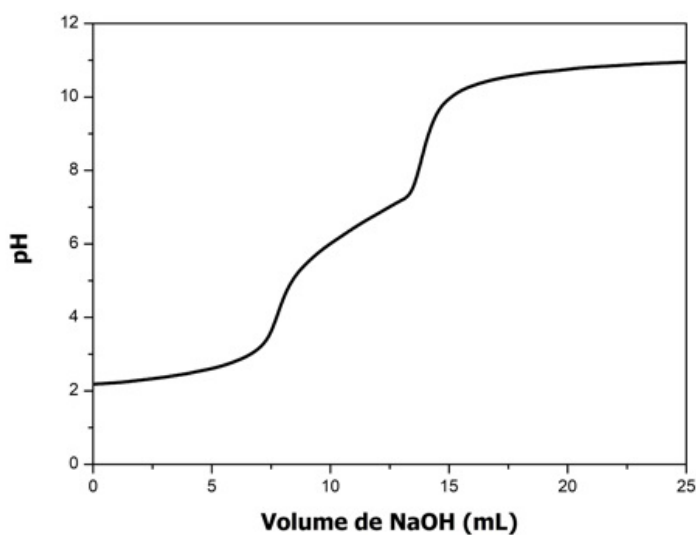


figura 4. Curva potenciométrica da quitosana.

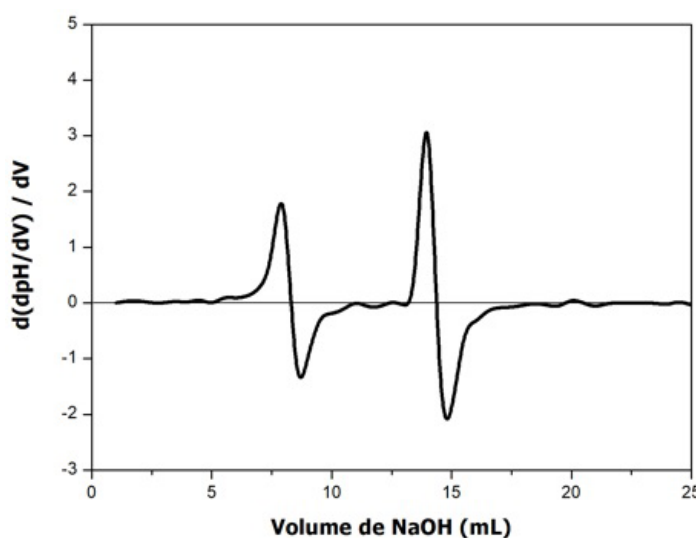


figura 5. Segunda derivada da curva potenciométrica da quitosana.



Após obtenção dos gráficos, nota-se dois pontos de inflexão: o primeiro (V_1) refere-se ao volume de NaOH necessário para neutralizar o excesso de HCl; o segundo (V_2) refere-se ao volume de NaOH necessário para neutralizar o excesso de quitosana protonada, cujos dados estão expressos na Tabela 1.

Titulação	V_1 (mL)	V_2 (mL)
1	8,28	14,31
2	8,29	14,30
3	8,29	14,34

tabela 1. Pontos de inflexão da curva potenciométrica da quitosana.

A massa de quitosana seca foi de 0,8113 g, sendo solubilizada em 200 mL de HCl 0,05 mol.L⁻¹. A padronização, em triplicata, do NaOH mostrou que a concentração do titulante era de 0,08799 ± 0,0031 mol.L⁻¹. Dessa forma, o GMD da quitosana está expresso na Tabela 2.

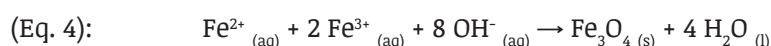
Titulação	GMD da quitosana (%)
1	70,19
2	69,96
3	70,42
Média	70,19 ± 0,57

tabela 2. Grau Médio de Desacetilação da Quitosana ($\bar{x} \pm IC$; NC = 95%; GL = 2).

O grau médio de desacetilação encontrado para a quitosana foi de 70,19 ± 0,57 %, demonstrando que, em média, 70 % da cadeia polimérica apresenta grupamentos amino disponíveis, o que indica que o composto é realmente quitosana e não quitina, já que seu GMD varia de 70 a 95 % (FATIBELLO-FILHO et al., 2007). Deste modo, confirmou-se a viabilidade da sua utilização no trabalho.

4.2 PREPARO DAS MICROPARTÍCULAS

Durante a síntese das micropartículas de magnetita, ao adicionar a solução de NaOH 0,75 mol.L⁻¹ ao béquer contendo as soluções de FeCl₃ 2,00 mol.L⁻¹ e FeSO₄ 1,00 mol.L⁻¹, observou-se uma mudança na coloração de alaranjado (devido ao cloreto de ferro III) para preto, indicando que as partículas estavam sendo formadas. Esta formação deve-se a precipitação concomitante dos óxidos de ferro (II) e (III), originários da reação entre os íons Fe²⁺ e Fe³⁺, e os íons de O²⁻ provenientes dos íons OH⁻ dissociados, conforme mostra a Equação 4.



Após a realização dos procedimentos descritos, obteve-se 15,3263 g de magnetita. Ao aproximar as partículas obtidas de um ímã, observou-se que estas respondiam ao campo magnético externo, conforme demonstrado na Figura 6.

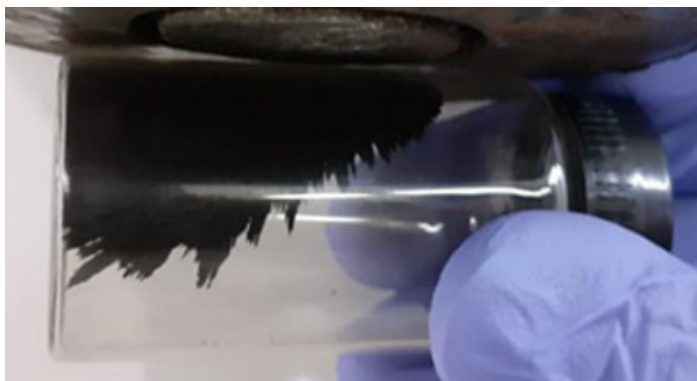


figura 6.
Micropartículas
de magnetita
sujeitas à um ímã.

Durante o preparo das demais micropartículas, ao borrifar as soluções de quitosana e de quitosana-magnetita na solução de hidróxido de sódio, foi possível observar a formação de flocos em suspensão. Após a filtração, pesagem, reticulação e secagem, obteve-se 5,9525 g de micropartículas de quitosana-magnetita que, ao serem aproximadas de um ímã, respondiam ao campo magnético externo, como mostrado na Figura 7. Obteve-se 4,1754 g de micropartículas de quitosana, que não respondiam ao campo magnético aplicado, visto que não possuem o material magnético em sua composição, como mostrado na Figura 8.



figura 7.
Micropartículas
de quitosana-
magnetita
submetidas
a um ímã.



figura 8.
Micropartículas
de quitosana
submetidas
a um ímã.



4.3 ENSAIOS DE ADSORÇÃO DE Ni^{2+}

Para que fosse possível mensurar a quantidade de Ni^{2+} adsorvido pelas micropartículas, fez-se necessário a quantificação do níquel não adsorvido, de modo a realizar uma análise indireta do processo de adsorção. Embora a solução de nitrato de níquel apresente coloração esverdeada, quando as alíquotas obtidas após a adsorção foram diluídas, aquelas de menor concentração resultaram em soluções praticamente translúcidas e, portanto, inaplicáveis a análise por espectrofotometria de absorção molecular na região do UV-visível. Dessa forma, com base nos estudos de Carpani, Scavetta e Tonelli (2004), complexou-se o níquel com EDTA (Y^{4-}) conforme a Equação 5, formando o complexo $[\text{Ni}(\text{EDTA})]^{-2}$ de intensa coloração azul, conforme mostrado na Figura 9.

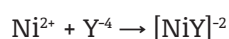


figura 9. Mudança da coloração da solução de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 3400 ppm para o complexo $[\text{Ni}(\text{EDTA})]^{-2}$.

Após a complexação, obteve-se o comprimento de máxima absorção do complexo $[\text{Ni}(\text{EDTA})]^{-2}$ em 598 nm, conforme expresso na Figura 10. Desta forma, foi possível efetuar a leitura das demais diluições e obter a curva de calibração, com sua respectiva equação da reta, expressa na Figura 11.

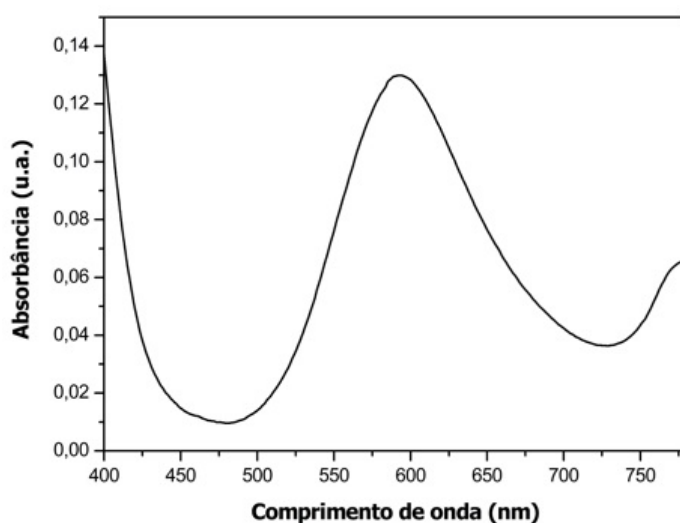


figura 10. Curva de absorção do complexo $[\text{Ni}(\text{EDTA})]^{-2}$.

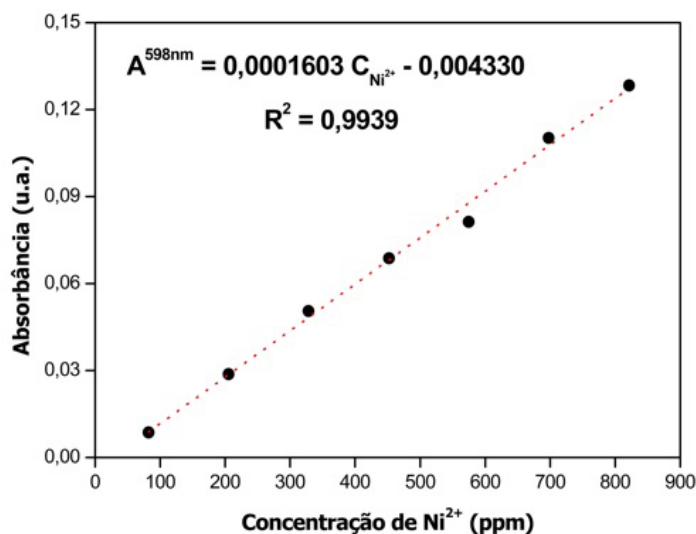


figura 11. Curva de calibração do complexo [Ni(EDTA)]²⁻.

A partir da linha de tendência com coeficiente de determinação (R^2) de 0,9939, observa-se que a correlação entre os eixos x e y é notável, obtendo-se, então, a equação da reta, expressa por: $A^{598nm} = 0,0001603 C_{Ni^{2+}} - 0,004330$, fato que torna possível determinar a concentração de Ni^{2+} no sistema e, conseqüentemente, a capacidade adsorptiva das micropartículas.

Sendo assim, obteve-se o gráfico indicado pela Figura 12. Nota-se que as três micropartículas adsorvem níquel, porém, em quantidades diferentes, entre as quais se destaca a partícula de quitosana-magnetita, que apresentou uma maior capacidade adsorptiva.

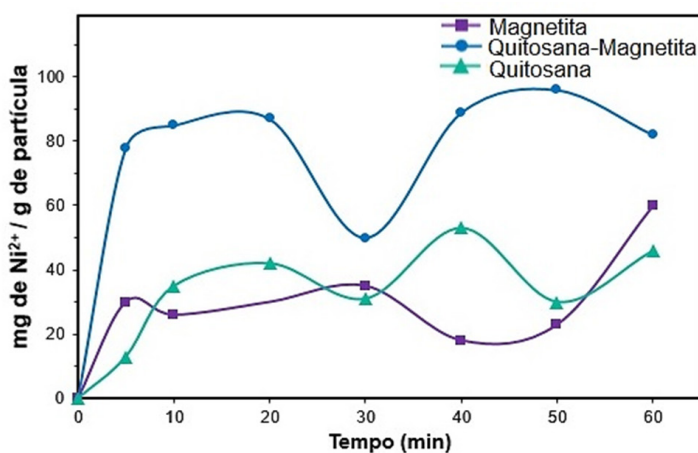


figura 12. Capacidade adsorptiva das micropartículas em função do tempo.

Ao analisar o gráfico, observa-se que nos três intervalos representados a micropartícula de quitosana-magnetita apresentou-se com a maior adsorção. Sendo que, após 50 minutos do processo houve a adsorção máxima de 96,51 mg de Ni^{2+} por grama de micropartícula, representando que cerca de 47,05 % deste íon foi removido da solução. Além disso, pode-se



observar que o ponto de 30 minutos para a micropartícula de quitosana-magnetita se mostra discrepante, o que provavelmente corresponde a erros experimentais aleatórios não identificados.

Dados da literatura mostram maior adsorção pelas micropartículas de quitosana-magnetita após 100 minutos de contato com a solução de Ni^{2+} em agitação, em que 90 % dos íons são adsorvidos (RANI *et al.*, 2020). Entretanto, RANI *et al.* (2020) realizou suas análises com 0,005 g de micropartículas em 100 mL de NiCl_2 , enquanto este trabalho analisou a adsorção de 0,5 g de micropartículas em 30 mL de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 3400 ppm, o que leva a necessidade de um futuro estudo que investigue a relação entre massa de micropartículas, volume e concentração dessas soluções, em maiores intervalos de tempo, uma vez que a concentração da solução de NiCl_2 não foi informada e as micropartículas possuem capacidade limite de adsorção medida por sua massa.

Quanto à análise do precipitado, após o teste de adsorção e filtração das micropartículas, notou-se uma mudança em suas colorações, conforme indica a Figura 13. A modificação mais evidente foi para a partícula de quitosana, cuja coloração passou de amarelo para esverdeado, o que comprova a ocorrência da adsorção dos íons Ni^{2+} , tendo em vista que estes apresentam coloração esverdeada. A percepção da mudança de coloração para as demais partículas é dificultada por apresentarem tonalidades mais escuras.

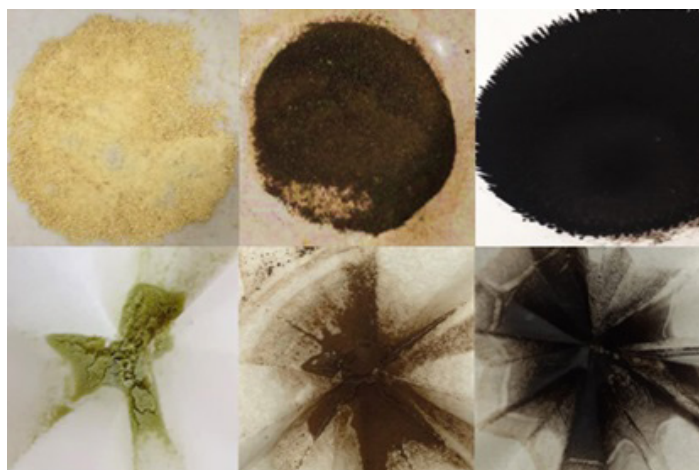


figura 13. Aspecto antes e depois da adsorção das micropartículas de quitosana, quitosana-magnetita e magnetita, respectivamente.

4.4 ANÁLISE DIMENSIONAL E ÍNDICE DE POLIDISPERSÃO

Através da Tabela 3, confirma-se a hipótese de que a produção das partículas resultou em associações de escala micrométrica, sendo a micropartícula de quitosana-magnetita a de menor diâmetro, desta forma fornecendo maior superfície de contato com a espécie a ser adsorvida.



tabela 3. Tamanho das partículas (μm) e índice de polidispersão (IPD) das partículas antes e depois da adsorção.

Leituras	Antes da adsorção de íons Ni^{2+}			Depois da adsorção de íons Ni^{2+}		
	Quitosana	Magnetita	Quitosana-magnetita	Quitosana	Magnetita	Quitosana-magnetita
1	1,525	1,421	1,006	3,646	1,439	1,031
2	1,410	1,349	1,210	4,337	1,501	1,214
3	1,364	1,460	0,719	4,222	1,437	1,123
Média	1,433 \pm 0,083	1,410 \pm 0,056	0,978 \pm 0,247	4,068 \pm 0,370	1,459 \pm 0,036	1,123 \pm 0,092
IPD	0,865 \pm 0,073	0,576 \pm 0,094	0,728 \pm 0,102	1,000 \pm 0,0	0,380 \pm 0,196	0,563 \pm 0,102

Tais dados do índice de polidispersão fornecem informações sobre a amplitude da distribuição de tamanho de uma população de partículas em uma amostra. Valores de índice de polidispersão maiores que 0,3 demonstram heterogeneidade entre os tamanhos das partículas. Diante disso, concluiu-se que as condições de realização do experimento, como pH, tempo, concentração da solução e combinação da mistura, influenciaram em uma menor estabilidade das partículas em suspensão, devido à repulsão eletrostática gerada (SOUZA, 2017).

Oposto a isso, no que concerne às partículas de magnetita, é possível averiguar um melhor grau de homogeneidade da distribuição dos tamanhos em virtude de seu arranjo, que é constituído por cristais com inúmeras e menores unidades estruturais, que estão distribuídas ordenadamente e se repetem tridimensionalmente, formando reticulados cristalinos (LEAL, 2006).

Após o processo de adsorção, os índices de polidispersão sofreram discretas alterações, possivelmente em razão de processos de agregação e desagregação de aglomerados devido à modificação da carga superficial com a adsorção de íons Ni^{2+} , desequilibrando as forças de atração e repulsão nesses aglomerados.

Ademais, após o processo de adsorção, todas as partículas tiveram seus tamanhos ampliados, sobretudo a quitosana, que praticamente triplicou de tamanho. Possivelmente, este fato ocorreu devido à alteração da carga superficial da partícula após a adsorção, fato que também acontece em seus poros, cujas forças de repulsão foram aumentadas, gerando uma expansão da partícula. Isso contribui para uma menor adsorção por obstruir sítios de adsorção em meio as partículas aglomeradas.



4.5 POTENCIAL ZETA

As partículas em meio líquido apresentam duas camadas iônicas que as envolvem: a mais interna, em que os íons, chamados de íons determinantes do potencial, estão em contato com a fase sólida da partícula e, portanto, sob maior interação com a mesma; e a mais externa, chamada de camada difusa, em que os íons possuem cargas opostas as da camada anterior e estão sob menor interação com a partícula, podendo se cisalharem da mesma, quando em um campo elétrico, a partícula se movimenta, enquanto íons mais fortemente ligados a ela são movimentados como uma unidade (CHAVES, 2013).

Assim, o potencial presente no plano de cisalhamento que separa a partícula estável dos íons de menor interação é chamado de Potencial Zeta, que mede, portanto, a carga superficial da unidade da partícula (fase sólida + íons circundantes) (CHAVES, 2013).

Para as micropartículas produzidas, esperava-se que seus Potenciais Zeta fossem negativos, haja visto que a reação de reticulação da quitosana com 1,5-pentanodiol ocorre nos grupos amino da quitosana, os quais são responsáveis por sua carga positiva em seu estado natural, de modo que a quitosana reticulada apresenta carga negativa, o que se corrobora através de seus valores de Potencial Zeta, expostos na Figura 14.

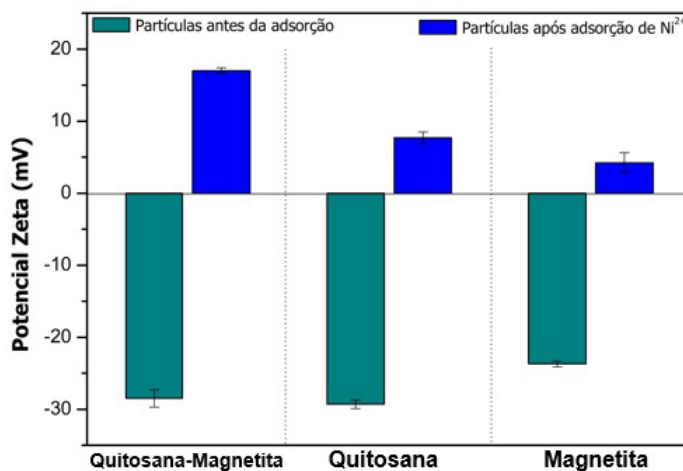


figura 14. Análise de Potencial Zeta das micropartículas antes e depois do contato com Ni²⁺.

Contudo, após o processo de adsorção, pôde-se observar uma mudança da carga superficial das micropartículas de negativa para positiva, o que ratifica a ocorrência da adsorção, uma vez que a espécie adsorvida (Ni²⁺) é catiônica e, assim, responsável pelos novos valores de Potencial Zeta.

Assim, vale observar que, as micropartículas de quitosana-magnetita apresentaram o maior valor de Potencial Zeta após a adsorção, evidenciando, então, a maior quantidade de Ni²⁺ adsorvido e, conseqüentemente, sua eficácia com relação às demais.



Como a espécie adsorvida possui carga positiva, e a adsorção ocorre por atração de cargas opostas entre os íons e as micropartículas, a micropartícula de quitosana-magnetita apresenta os melhores resultados, pois possui mais grupos negativos externos em relação às demais partículas. Tal fato pode ser explicado por uma provável organização de microcápsula, isto é, a magnetita é totalmente englobada pela quitosana que, por repulsão de cargas iguais, tem suas regiões negativas voltadas para o externo da partícula, enquanto suas regiões positivas (grupos aminos que não reagiram com o 1,5-pentanodial) são voltadas para o lado interno da partícula, de frente com a micropartícula de magnetita em uma interação eletrostática, conforme indica a Figura 15. Com relação às micropartículas de quitosana, estas possuem sítios positivos e negativos que são aleatoriamente distribuídos entre a parede externa e interna da partícula, o que diminui as zonas de interação com o níquel e torna a adsorção menor.

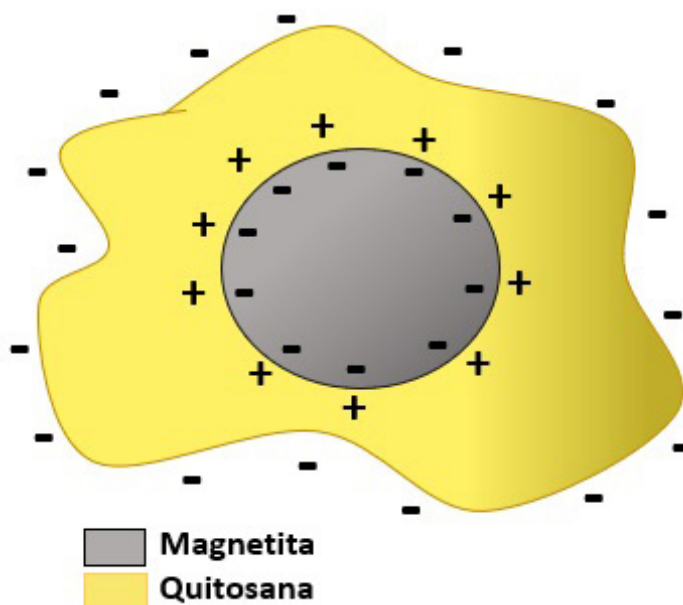


figura 15. Esquema representativo da micropartícula de quitosana-magnetita.

Os resultados de Potencial Zeta para as micropartículas de quitosana e de quitosana-magnetita antes da adsorção mostram-se extremamente próximos, o que confirma a hipótese de formação de microcápsula, tendo em vista que a análise mede apenas a carga superficial e não interna e, deste modo, os resultados próximos das cargas demonstram que ambas as superfícies das partículas se constituem de quitosana. Após a adsorção, essas mesmas micropartículas apresentam valores divergentes para a análise, o que pode ser justificado pelo fato de este teste analisar estritamente a superfície da micropartícula, não alcançando a análise dos poros presentes no revestimento polimérico de quitosana.



Possivelmente são as cargas desses poros que atribuem uma maior eficiência às micropartículas de quitosana-magnetita em relação às outras, já que esta superfície porosa apresentará mais sítios negativos em que o íon adsorvido possa interagir.

4.6 ENSAIOS DE DESSORÇÃO DE Ni^{2+}

Os ensaios de dessorção foram realizados apenas com as partículas de quitosana e quitosana-magnetita, pois a magnetita sofre desagregação e dissolução quando colocada em sistemas com agitação contínua por mais de 6 horas, como indica Ortiz *et al.* (2003). Dessa forma, os resultados obtidos estão apontados pela Figura 16, que indica a quantidade de Ni^{2+} dessorvido em miligrama de Ni^{2+} por grama de partícula.

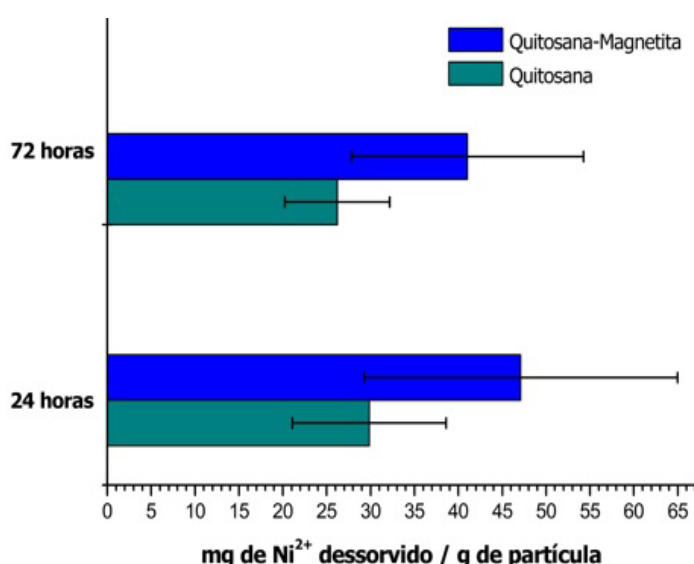


figura 16. Dessorção das micropartículas em 24 e 72 horas.

Nota-se que, em 24 horas a partícula de quitosana dessorveu $29,85 \pm 8,75$ mg de Ni^{2+} por grama de partícula, representando cerca de 65,80 %. Este valor é acima do encontrado para a partícula de quitosana-magnetita, que dessorveu $47,11 \pm 17,87$ mg de Ni^{2+} por grama de partícula, valor correspondente a cerca de 58,54 %. Visto que a partícula de quitosana-magnetita adsorveu mais, esperava-se que o tempo para que ocorresse a dessorção do íon, na mesma extensão que ocorreu na partícula de quitosana, também fosse um pouco maior, o que demonstra concordância com os dados de adsorção. Porém, há discordância com os dados da literatura, que indicam dessorção de 90 % após contato com EDTA $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ por 24 horas (RANI *et al.*, 2020).

Conforme pode ser observado, a dessorção de ambas partículas se mostra maior no período de 24 horas do que em 72 horas, entretanto, também



pode ser observado um alto desvio padrão amostral, que pode ser explicado devido a interferências ao longo do procedimento, como a adesão das micropartículas à parede do tubo de ensaio que, conseqüentemente, não entraram em contato com o EDTA. Isto também dificultou a comparação da eficiência de dessorção entre as partículas, assim como justifica a divergência da extensão da dessorção em relação aos resultados obtidos por Rani *et al.* (2020), gerando a necessidade de futuros estudos sob controle mais rigoroso das variáveis do processo, dentre elas, a relação entre a massa de micropartículas e o volume de EDTA, uma vez que esta não foi especificada pela literatura para uma comparação confiável. Também, caberia um estudo mais aprofundado acerca da verificação do ponto de máxima dessorção, comportando menores intervalos de tempo, pois as micropartículas, atingido o seu ponto de máxima dessorção em um período, poderiam passar a adsorver novamente, havendo uma alternância entre adsorção e dessorção.

Por fim, vale ressaltar que após a dessorção, a solução com o complexo Ni-EDTA pode ser submetida ao processo de eletrólise, para obtenção do Ni⁰, sendo uma forma de separação e purificação do metal. Entretanto, avaliar as condições, viabilidade e parâmetros deste processo são perspectivas para futuros estudos.

5 CONCLUSÃO

Diante das problemáticas apresentadas e discutidas, concluiu-se que o método empregado é eficiente para a finalidade em questão, tendo em vista que a micropartícula magnética associada à quitosana reticulada adsorveu a maior quantidade de níquel (96,51 mg de Ni²⁺ por grama de micropartícula) em comparação com as partículas constituídas apenas do polímero em questão ou somente de magnetita. A recuperação dos íons de Ni²⁺, por sua vez, mostrou-se possível, já que após 24 horas em contato com EDTA foi dessorvido 47,11 ± 17,87 mg de Ni²⁺ por grama de partícula, sendo uma recuperação média de 58,54 %. Ademais, a vantagem do material magnético como método de separação comprovou-se eficaz durante todo o processo.

Portanto, este projeto possui grande relevância quanto as urgências ambientais e industriais decorrentes do novo quadro comercial mundial de níquel, posto que perante as conseqüências do futuro automobilístico iminente, se faz necessário a criação de métodos e tecnologias que recuperem o níquel já utilizado, entre os quais o uso de micropartículas mostra-se com um futuro promissor na recuperação de níquel e outros metais pesados.

Assim, dentre as perspectivas do trabalho, estão realizar mais análises de adsorção e dessorção em diversos intervalos de tempo no intuito de



verificar o momento exato do ápice destes processos. Espera-se também realizar diversos ciclos de adsorção-dessorção com a mesma micropartícula para avaliar quantos ciclos o adsorvente possibilita fazer sem diminuir sua capacidade adsorptiva. Além disso, pretende-se utilizar as micropartículas de quitosana-magnetita para a adsorção e recuperação de outros metais pesados, que também são de extrema importância para a sociedade atual e exigem responsabilidade ambiental sobre sua extração e descarte.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AZEVEDO, V. V; CHAVES, S. A; BEZERRA, D. C; FOOK, M. V; COSTA, A. C. F. M. Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 2, n. 3, p. 27-34, 2007. Disponível em: https://www2.ibb.unesp.br/Museu_Escola/4_diversidade/alimentacao/Textos/Quitina_Quitosana.pdf. Acesso em: 31 maio 2021.
- ASSIS, O.; SILVA, V. Caracterização estrutural e da capacidade de absorção de água em filmes finos de quitosana processados em diversas concentrações. **Polímeros: Ciência e Tecnologia, São Carlos**, v. 13, n. 4, p. 223-228, dez. 2003. DOI <https://doi.org/10.1590/S0104-14282003000400006>. Acesso em: 15 maio 2019.
- BROCATO, J.; COSTA, M. Nickel Toxicity and Carcinogenesis. In: ZAMBLE, D.; ROWIŃSKA-ŻYREK, M; KOZŁOWSKI, H. (ed.). **The Biological Chemistry of Nickel**. London: Royal Society of Chemistry, 2017. p. 27-42. ISBN 978-1-78262-498-1.
- BURTON, M. Nickel Is New Headache for Automakers as Cobalt Fears Abate. **Bloomberg**, London, 24 July. 2018. Disponível em: <https://www.bloomberg.com/news/articles/2018-07-24/nickel-is-new-headache-for-automakers-as-cobalt-fears-abate>. Acesso em: 1 maio 2019.
- CARPANI I.; SCAVETTA, E.; TONELLI, D. Spectrophotometric determination of aluminium and nickel. **Annali Di Chimica**, v. 94, n. 5-6, p. 365-372, May-June. 2004. DOI <https://doi.org/10.1002/adic.200490046>. Acesso em: 15 maio 2019.
- CHAVES, L. **Nanopartículas de quitosana e carragenanas: produção, caracterização e avaliação preliminar como sistema de liberação controlada de 5-fluorouracil**. 2013. 136 p. Tese (Doutorado em Bioquímica) - Universidade Federal do Ceará, Ceará, 2013.
- CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE (CONAMA). **Resolução nº 397, de 3 de abril de 2008**. Diário Oficial da União, n. 66, 7 abr. 2008, p. 68-69.



- DENKHAUS, E; SALNIKOW, K. Nickel essentiality, toxicity, and carcinogenicity. **Critical Reviews in Oncology/Hematology**, v. 42, n. 1, p. 35-56, Apr. 2002. [https://doi.org/10.1016/s1040-8428\(01\)00214-1](https://doi.org/10.1016/s1040-8428(01)00214-1)
- DIMA, J. B; SEQUEIROS, C; ZARITZKY, N. E. Hexavalent chromium removal in contaminated water using reticulated chitosan micro/nanoparticles from seafood processing wastes. **Chemosphere**, v. 141, p. 100 - 111, dez. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2015.06.030>
- FATIBELLO-FILHO, O. et al. Desenvolvimento de um método empregando quitosana para remoção de íons metálicos de águas residuárias. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 4, p. 879-884, jul./ago., 2007. <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422007000400022>
- FILIPEK, T.; HARASIM P.; Nickel in the environment. **Journal of Elementology**. Olsztyn, v. 20, n. 2, p. 525-534, 2015. <http://dx.doi.org/10.5601/jelem.2014.19.3.651>.
- GONSALVES, A. d; ARAÚJO, C. R; SOARES, N. A; GOULART, M. O; ABREU, F. C. Diferentes estratégias para a reticulação de quitosana. **Química Nova**, v. 34, n. 7, p. 1215-1223. 1 abril 2011. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/k3GqvpJJx4jqmNzNQZQV3Mw/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 29 abr. 2021.
- GUIBAL, E. Interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: a review. **Separation and purification technology**, v. 38, p. 43-74. 15 July. 2004. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2003.10.004>
- HENRIQUES, A. **Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: hematita, goethita e magnetita**. 2012. 208 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, 2012.
- HRITCU, D.; DODI, G.; POPA, M. Heavy Metal Ions Adsorption on Chitosan-Magnetite Microspheres. **International Review of Chemical Engineering (I.RE.CH.E.)**, v. 4, n. 3, p. 364-368, 2012. ISSN 2035-1755. Disponível em: http://www.hristov.com/jordan/pdfs/Heavy%20Metal%20Ions%20Adsorption%20on%20Chitosan-Magnetite%20Microspheres-IRECHE_VOL_4_N_3-17.pdf. Acesso em: 15 maio 2019.
- INSTITUTO ESTADUAL DO AMBIENTE. Rio de Janeiro (Estado). Perez, I.; Corrêa, R.; Pires, J. (org.). **Galvanoplastia: Orientações para o controle ambiental**. 2. ed. Rio de Janeiro: INEA, 2014.



- JIMÉNEZ, V. A.; HERNÁNDEZ-MONTOYA, V.; RAMÍREZ-MONTOYA, L. A.; CASTILLO-BORJA, F.; TOVAR-GÓMEZ, R.; MONTES-MORÁN, M. A. Adsorption of impurities from nickel-plating baths using commercial sorbents to reduce wastewater discharges. **Journal of Environmental Management**, v. 284, 15 abril 2021. <https://doi-org.ez69.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.jenvman.2021.112024>
- LEAL, R. **Estudo da magnetita como material adsorvedor de íons urânio**. 2006. 73 p. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.
- LUK, C. *et al.* A Comprehensive Study on Adsorption Behaviour of Direct, Reactive and Acid Dyes on Crosslinked and Non-crosslinked Chitosan Bead<<https://search.proquest.com/docview/2309268276?accountid=14643>>s. **Journal of Fiber Bioengineering and Informatics**, v. 7, n. 1, p 35-52, July. 2014. <https://doi.org/10.3993/jfbi03201404>
- MATTÉ, G.; ROSA, S. A tecnologia da microencapsulação através das microesferas de quitosana. **Revista Ibero-americana de Polímeros**, [s. l.], v. 14, n. 5, p. 206-219, ago. 2013. Disponível em: <https://reviberpol.files.wordpress.com/2019/07/2013-matte.pdf>. Acesso em: 7 abr. 2019.
- MUNHOZ, L. The Brazilian Brumadinho Mining Disaster: Environmental Regulation on Debate. **Natural Resources & Environment**, Chicago, v. 34, ed. 2, p. 37-41, 2019.
- NOOROOZI, B; SORIAL, G. A. Applicable models for multi-component adsorption of dyes: A review. **Journal of environmental sciences**, v. 25, p. 419 - 429. 1 março 2013. Disponível em: <https://www-sciencedirect.ez69.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S1001074212601946?via%3Dihub>. Acesso em: 29 maio 2021.
- ORTIZ, N. *et al.* Estudo da estabilidade química da magnetita utilizada como adsorvedor na remoção de compostos orgânicos de soluções. **Cerâmica**, São Paulo, v. 49, n. 312, p. 216-222, dez. 2003. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132003000400004>
- RANI, P.; JOHAR, R.; JASSAL, P. Adsorption of nickel (II) ions from wastewater using glutaraldehyde cross-linked magnetic chitosan beads: isotherm, kinetics and thermodynamics. **Water Science e Technology**, v. 82, ed. 10, p. 2193-2002, 15 nov. 2020. <https://doi.org/10.2166/wst.2020.459>.]
- RIBEIRO, K.; RODRIGUES, S. Uso de Zeólitas na Redução do Teor do Cátion Níquel de Efluentes Galvânicos. **Cerâmica Industrial**, p. 42 - 46, dez. de 2010. Disponível em: <http://host-article-assets.s3.amazonaws.com/ci/587657447f8c9d6e028b4797/fulltext.pdf>. Acesso em: 24 mai. 2021



ROLIM, A. *et al.* Arcabouços de Quitosana - Propriedades Físico-Químicas e Biológicas para o Reparo Ósseo. **Revista Virtual de Química**, [s. l.], v. 10, n. 2, p. 211-228, abr. 2018. <http://dx.doi.org/10.21577/1984-6835.20180018>

SCHWAB, K. **A Quarta Revolução Industrial**. 1. ed. São Paulo: Edipro, 2016. 160 p.

SOBREIRA, T. G.; SILVA, L. A.; MENEZES, F. D.; FRANÇA, E. J.; AQUINO, K. A. Aspectos estruturais de esferas de quitosana/PVA reticuladas com glutaraldeído submetidas a diferentes tratamentos térmicos. **Química Nova**, v. XY, n. 00, p. 1 - 7, 20 agosto 2020. Disponível em: <http://static.sites.sbq.org.br/quimicanova.sbq.org.br/pdf/AR2020-0211.pdf> Acesso em: 28 maio 2021.

SOUZA, J. R. **Estudo da desacetilação da quitosana e obtenção de suas nanopartículas para aplicação em Engenharia de Tecidos**. 2017. 144 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade de São Paulo, São Paulo, São Paulo, 2017.

TOMÁ, H.; SILVA, D.; CONDOMITTI, U. **Nanotecnologia Experimental**. 1. ed. São Paulo: Blucher, 2016. 168 p.

UNITED STATES GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Mineral Commodity Summaries 2019**. Reston, U.S. Geological Survey, 2019. *E-book* (200 p.). DOI <https://doi.org/10.3133/70202434>. Disponível em: <https://www.usgs.gov/centers/nmic/mineral-commodity-summaries>. Acesso em: 20 maio 2019.

VALENTINI, A; LARANJEIRA, M. C; FIORI, S; FÁVERE, V. T; KLUG, M. Processo alternativo para remoção de cobre (II) e níquel (II) de soluções aquosas utilizando cápsulas de quitosana - Álcool Polivinílico. **Química Nova**, v. 29, p. 12-15. fev. 2000. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/5pftCP7vGzSbLj3N-QkTt7WF/?lang=pt>. Acesso em: 29 maio 2021.

VIEIRA, R. **Adsorção competitiva dos íons cobre e mercúrio em membranas de quitosana natural e reticulada**. 2008. 162 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Estadual De Campinas, Campinas, São Paulo, 2008.

VINHAL-FREITAS, I. *et al.* Adsorção e dessorção de metais no solo e coeficientes de isotermas de Freundlich e Langmuir. **Agropecuária Técnica**, [s. l.], v. 31, n. 2, p. 153-163, 2010. Disponível em: <https://periodicos.ufpb.br/index.php/at/article/view/4516>. Acesso em: 10 abr. 2019.

YUREKLI, Y. Remoção de metais pesados em águas residuais usando membranas de polissulfona impregnadas de nanopartículas de zeólita. **Journal of Hazardous Materials**. v. 309, p. 53-64, 15 de maio de 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.ez69.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0304389416300644>. Acesso em: 23 maio 2021.



ISADORA FERRER DO NASCIMENTO

Formada no Ensino Médio Integrado ao Técnico em Química pela Escola Técnica Estadual Irmã Agostina (2017-2019). Participou da III Semana de Ciência, Educação e Tecnologia Junior do Instituto Federal de São Paulo (2019). Atualmente é graduanda em Química pela Universidade Federal de São Paulo.

IZABELLY FELIPE SANTOS

Formada no Ensino Médio Integrado ao Técnico em Química pela Escola Técnica Estadual Irmã Agostina (2017-2019). Participou da III Semana de Ciência, Educação e Tecnologia Junior do Instituto Federal de São Paulo (2019). Atualmente é graduanda em Engenharia Química pela Universidade de São Paulo.

MARCOS VINÍCIUS CAETANO

Formado no Ensino Médio Integrado ao Técnico em Química pela Escola Técnica Estadual Irmã Agostina (2017-2019). Participou da III Semana de Ciência, Educação e Tecnologia Junior do Instituto Federal de São Paulo (2019) e foi finalista nacional do Prêmio Jovem da Água de Estocolmo (2020). Atualmente é graduando em Ciências Fundamentais para a Saúde na Universidade de São Paulo.

VICTÓRIA CAVALCANTE SOUSA

Formada no Ensino Médio Integrado ao Técnico em Química pela Escola Técnica Estadual Irmã Agostina (2017-2019). Participou da III Semana de Ciência, Educação e Tecnologia Junior do Instituto Federal de São Paulo (2019) e foi finalista nacional do Prêmio Jovem da Água de Estocolmo (2020). Atualmente é graduanda em Farmácia pela Universidade de São Paulo.

KLAUSS ENGELMANN

Bacharel e Licenciado em Química pelo Centro de Ciências e Humanidades da Universidade Presbiteriana Mackenzie (2008) e Técnico em Química pela Escola Técnica Walter Belian (2002). Mestre em Ciências – Tecnologia Nuclear/ Materiais pelo Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/USP (2013). Doutor em Biologia Molecular pela Universidade Federal de São Paulo - Escola Paulista de Medicina - UNIFESP/EPM (2018). Atualmente é Professor do curso Técnico em Química no Centro Paula Souza (ETEC Irmã Agostina). Com experiência em Química, com foco em Nanotecnologia, Polímeros, Química Analítica e Bioquímica.

Contribuição de autoria. Isadora Ferrer do Nascimento, Izabelly Felipe Santos, Marcos Vinícius Caetano e Victória Cavalcante Sousa participaram da elaboração do estudo, da investigação de dados, do levantamento bibliográfico e da redação do artigo. Klauss Engelmann orientou todas as etapas e participou da revisão final e da edição do artigo.



submetido
29.07.2020

reapresentado
19.07.2021

aprovado
10.09.2021

Agradecimentos. A Lais Andrade, por sua contribuição fundamental ao desenvolvimento deste trabalho; à Escola Técnica Estadual Irmã Agostina (ETEC Irmã Agostina) pela infraestrutura e recursos fornecidos, assim como a todo o corpo docente do curso Técnico em Química, em especial às professoras Dra. Aline Alves Ramos e Thais Taciano dos Santos pelo auxílio durante toda execução deste estudo. Por fim, ao Departamento de Biofísica da Escola Paulista de Medicina (EPM) da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) por nos conceder o uso de seus laboratórios e equipamentos para análises específicas.

Licença de uso. Este artigo está licenciado sob a Licença Creative Commons CC-BY. Com essa licença você pode compartilhar, adaptar, criar para qualquer fim, desde que atribua a autoria da obra.