

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

# SÍNTESE DE ESPINÉLIOS A PARTIR DO LODO DE GALVANOPLASTIA

ECSON GAMA BRAGA MESTRADO

> Manaus/AM Abril/2025

## ECSON GAMA BRAGA

# SÍNTESE DE ESPINÉLIOS A PARTIR DO LODO DE GALVANOPLASTIA

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Amazonas, como requisito parcial para a obtenção do título de mestre em Química, com ênfase na linha de Pesquisa Métodos Analíticos e Estudos Ambientais.

PROF. DR. GENILSON PEREIRA SANTANA Orientador

> Manaus/AM Abril/2025

### Ficha Catalográfica

Elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

## B813s Braga, Ecson Gama

Síntese de espinélios a partir do lodo de galvanoplastia / Ecson Gama Braga. - 2025.

115 f.: il., color.; 31 cm.

Orientador(a): Genilson Pereira Santana. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Amazonas, Programa de Pós-Graduação em Química, Manaus, 2025.

1. Resíduo do PIM. 2. Material magnético. 3. Economia circular. 4. Espinélios. I. Santana, Genilson Pereira. II. Universidade Federal do Amazonas. Programa de Pós-Graduação em Química. III. Título

#### **ECSON GAMA BRAGA**

## SÍNTESE DE ESPINÉLIOS A PARTIR DO LODO DE GALVANOPLASTIA

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Química – PPGQ da Universidade Federal do Amazonas - UFAM, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Química.

#### **BANCA EXAMINADORA**

Prof. Dr. Genilson Pereira Santana Presidente (DQ/UFAM)

Prof. Dr. Antonio Claudio Kieling Membro Externo (UEA)

Prof. Dr. Joab Souza dos Santos Membro Externo (IFAM)

**SUPLENTES** 

Prof. Dr. Raimundo Ribeiro Passos Membro Interno (PPGQ/UFAM)

Prof. Dr. Ézio Sargentini Júnior Membro Interno (PPGQ/UFAM)

Manaus-AM, 2 de abril de 2025.

# DEDICATÓRIA

Aos meus filhos Ágatha Estrella Nonato Braga e Arthur Estephan Nonato Braga, à minha esposa Adriana Nonato Braga e aos meus pais.

#### **AGRADECIMENTOS**

A Deus, por me conceder força, sabedoria e perseverança para trilhar essa jornada acadêmica, pois foi Ele que iluminou meus caminhos e sustentou minha fé nos momentos de desafios.

Aos amigos que, de forma direta ou indireta, contribuíram para a realização deste trabalho, seja pelo incentivo, pelas palavras de apoio ou pela colaboração técnica e científica.

Aos meus familiares, que sempre estiveram ao meu lado, que proporcionaram suporte emocional e incentivo incondicional. Ao meu pai, Edival e minha mãe, Maria de Fátima, por terem sido meus primeiros mestres e por sempre acreditarem no meu potencial. Aos meus irmãos, Erigreyce, Eric e Erigeyce, e ao meu cunhado, Marcos Daniel, pelo apoio. A minha tia Ediney que me ajudou em Manaus.

À minha esposa, Adriana Nonato Braga, minha eterna companheira, quero expressar minha profunda gratidão. Sei que estas são apenas algumas palavras, mas jamais seriam suficientes para agradecer tudo o que você representa para mim. Durante minha ausência, você foi incrivelmente forte, mesmo quando sei que as dificuldades se tornaram ainda maiores para você. Sua dedicação, paciência e amor incondicional foram e sempre serão um alicerce fundamental na minha vida. Quero que saiba que, apesar da distância em alguns momentos, meu carinho, respeito e admiração por você só crescem a cada dia. Você é e sempre será especial para mim, a pessoa que me inspira e me fortalece em todos os momentos. Obrigado por estar ao meu lado, por acreditar em mim e por ser essa mulher extraordinária que tanto amo. Que Deus abençoe nossa união e nos permita continuar trilhando essa caminhada juntos.

Aos meus filhos, Ágatha Estrella e Arthur Estephan, minha maior motivação e razão para seguir em frente, dedico todo o meu esforço e conquistas. Vocês são a luz que ilumina meu caminho e me impulsiona a continuar sempre.

Ao meu orientador e grande amigo, professor Dr. Genilson Pereira Santana. Sem sua orientação, dedicação e ensinamentos, nada disso teria sido possível. Sua influência não se limitou apenas à minha vida acadêmica, mas também ao meu crescimento pessoal e profissional. Tenho orgulho de ser seu orientando, aluno e amigo. Sou imensamente grato por tudo que fez por mim e por ter sido um verdadeiro mestre nesta jornada. Que Deus abençoe grandemente o senhor e sua família. Não há palavras suficientes para expressar minha gratidão, então, simplesmente, muito obrigado!

Ao meu amigo e professor Dr. Franklin Monteiro Brasil, pelo apoio e pelos inúmeros momentos de aprendizado que compartilhamos nessa trajetória.

Expresso minha profunda gratidão à Igreja Batista Fonte de Água Viva, onde tenho a alegria de congregar e compartilhar minha fé. Sou imensamente grato a Deus por essa comunidade acolhedora, onde encontro apoio, aprendizado e crescimento espiritual. Aos meus irmãos em Cristo, que caminham comigo na fé, deixo meu sincero reconhecimento por cada palavra de encorajamento, cada oração e cada gesto de amor e fraternidade. A comunhão que vivemos fortalece minha jornada e renova minha esperança a cada dia. Que Deus continue abençoando nossa igreja, nossa união e nossos propósitos, para que possamos seguir firmes na fé e no serviço ao Senhor.

À banca examinadora, na pessoa do Prof. Dr. Joab Souza dos Santos, cujas contribuições foram essenciais para a finalização desta dissertação. Ao Prof. Dr. Antonio Claudio Kieling, pelo suporte e auxílio nas análises. Meu reconhecimento também à banca suplente, que foi fundamental na qualificação deste trabalho, ao Prof. Dr. Raimundo Ribeiro Passos e ao Prof. Dr. Ézio Sargentini Júnior, pelos direcionamentos que ajudaram a estruturar esta dissertação de maneira sólida e coerente.

Ao Programa de Pós-Graduação em Química (PPGQ), pela oportunidade de aprendizado e crescimento acadêmico, bem como a todos os professores que ministraram aulas ao longo desses anos de mestrado na UFAM, cujos ensinamentos foram fundamentais para a construção deste trabalho.

Ao Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN), do Instituto Federal do Amazonas (IFAM) – Polo de Inovação (INOVA), pela realização das análises de DRX e FRX. Ao Laboratório de Química Analítica da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), pelo suporte. Ao Laboratório de Solos, localizado na Faculdade de Ciências Agrárias (FCA/UFAM), pela realização das análises químicas e físicas do solo. Ao Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos (CMABio) da Universidade do Estado do Amazonas (UEA), pela realização das análises de MEV.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo apoio financeiro.

Por fim, a todos os amigos, instituições, laboratórios e profissionais que, de alguma forma, contribuíram para a realização desta pesquisa, minha mais sincera gratidão.

## **EPÍGRAFE**

Deus nos presenteou com a natureza como um reflexo de Seu amor e perfeição, e é nosso dever cuidar dela com gratidão e responsabilidade. Que a curiosidade de buscar um mundo mais limpo e sustentável nos guie, para que as futuras gerações possam viver em harmonia, livres dos resíduos que hoje escolhemos evitar (Autoral).

#### **RESUMO**

Com o avanço da civilização, houve um aumento expressivo de resíduos industriais, como o Lodo de Galvanoplastia (LG), um subproduto sólido dos banhos de galvanização. No contexto atual, a preservação de recursos naturais, a redução de custos, a conscientização ecológica e a valorização de uma economia autossustentável têm reorientado as ações humanas. No Polo Industrial de Manaus (PIM), a produção de resíduos perigosos, incluindo os da galvanoplastia, atingiu 1.529,42 toneladas anuais. Este estudo propôs uma metodologia para sintetizar espinélios magnéticos a partir do LG do PIM. O reaproveitamento do LG alia a reciclagem de resíduos industriais e contribui para a economia circular (EC), alinhando-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da Organização das Nações Unidas (ONU), principalmente os ODS 9 e 12. Na condução deste estudo, uma empresa do PIM forneceu o LG, que foram secas à temperatura ambiente (TA) e transformadas em espinélio por meio do processo objeto de pedido de patente. A vantagem da transformação do LG é contribuir para a redução da quantidade de resíduos descartados pela indústria no PIM. Os materiais magnéticos (MM) obtidos apresentam potencial para diversas aplicações, como sensores magnéticos, catalisadores, tintas etc., além de beneficiar áreas como eletrônica, medicina e automação. Além disso, o processo impulsiona a EC no PIM, mitigando os problemas de contaminação associados ao LG. As amostras foram caracterizadas por técnicas como FRX, DRX (incluindo refinamento cristalográfico-estrutural pelo método Rietveld) e MEV. Os resultados do DRX indicaram a presença de calcita, quartzo, hematita, alumina e bornita, além de outros óxidos detectados pelo FRX. A avaliação da fertilidade do solo com a aplicação do SA-MM (solo com material magnético) apresentou resultados positivos em relação à CTC (Capacidade de Troca Catiônica) e outras análises químicas e físicas. O estudo de relação custo-benefício do reaproveitamento do LG para a produção de MM demonstrou viabilidade econômica e técnica, com perspectivas favoráveis para produção em larga escala.

Palavras-chave: Resíduo do PIM; Material magnético; Economia circular; e Espinélios.

#### **ABSTRACT**

With the advancement of civilization, there has been a significant increase in industrial waste, such as Electroplating Sludge (ES), a solid byproduct of galvanization baths. In the current context, the preservation of natural resources, cost reduction, ecological awareness, and the promotion of a self-sustaining economy have been reorienting human actions. At the Manaus Industrial Hub (MIH), the production of hazardous waste, including that from electroplating, has reached 1,529.42 tons annually. This study proposed a methodology to synthesize magnetic spinels from ES at the MIH. The reuse of ES combines the recycling of industrial waste, contributes to the circular economy (CE), and aligns with the United Nations' Sustainable Development Goals (SDGs), particularly SDGs 9 and 12. For this study, a company from the MIH provided ES samples, which were dried at room temperature (RT) and transformed into spinels through a patented process. The advantage of transforming ES lies in reducing the amount of waste discarded by the industry at the MIH. The obtained magnetic materials (MM) have potential for various applications, such as magnetic sensors, catalysts, paints, among others, benefiting fields like electronics, medicine, and automation. Furthermore, the process promotes CE at the MIH, mitigating contamination issues associated with ES. The samples were characterized using techniques such as XRF, XRD (including Rietveld structural-crystallographic refinement), and SEM. XRD results indicated the presence of calcite, quartz, hematite, alumina, and bornite, along with other oxides detected by XRF. The evaluation of soil fertility with the application of SA-MM (soil with magnetic material) showed positive results regarding CEC (Cation Exchange Capacity) and other chemical and physical analyses. The cost-benefit study of reusing ES for MM production demonstrated economic and technical viability, with favorable prospects for large-scale production.

**Key-words**: PIM waste; Magnetic material; Circular economy; and Spinels

## LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

2θ Ângulo de difração
3D Tridimensional
% Porcentagem
°C Grau Celsius

≈ Aproximadamente igual

μ**A** Microampere

ABTS Associação Brasileiro de Tratamento de Superfície

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Alumina

BSE Elétrons retroespalhados

CaCO<sub>3</sub> Calcita
Cu Cobre
Cr Cromo

CMABio Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos

CNI Confederação Nacional da Indústria CONAMA Conselho Nacional do Meio Ambiente

Cr(III) Cromo III
Cr(IV) Cromo IV
CN- Íon Cianeto
cm Centímetros
CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrita de Cobalto
CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrita de Cobre

Cu<sub>5</sub>FeS<sub>4</sub> Bornita

COr Composto Orgânico
CMC Campus Manaus Centro

CTC Capacidade de troca catiônica

**DRX** Difração de Raios X

DQODemanda Química de OxigênioDBODemanda Bioquímica de Oxigênio

EC Economia Circular

**FRX** Espectrômetro de Raios X

Fe Ferro Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Hematita

**FCA** Faculdade de Ciências Agrárias

HCl Ácido clorídrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Ácido sulfúrico HV Alto vácuo

**IFAM** Instituto Federal do Amazonas

kV Quilovolts
kg Quilo
kW Quilowatt
kWh Quilowatt-hora
LG Lodo Galvânico

**LSCN** Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais

 LG-A
 Amostra (20:0:1)

 LG-B
 Amostra (1:9:1)

 LG-C
 Amostra (1:7:3)

 LG-D
 Amostra (1:1:1)

**LG-Bruto** Amostra de LG in natura

MnAlC Carbeto de manganês-alumínioMPT Metais Potencialmente Tóxicos

MM Material Magnético

MEV Microscópio Eletrônico de Varredura

mm MilímetromL Mililitro

mg dm<sup>-3</sup> Miligramas por decímetro cúbico

**Ni** Níquel

NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrita de níquel NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Aluminato de níquel NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Ferrita de níquel NBR Norma Brasileira ND Não detectado

ODS Objetivos de Desenvolvimento Sustentável

**ONU** Organização das Nações Unidas

P Fósforo

PIM Polo Industrial de Manaus

PNRS Política Nacional de Resíduos Sólidos

**pH** Potencial Hidrogeniônico

**PPGQ** Programa de Pós-Graduação em Química

PE Polietileno

**RIR** Reference Intensity Ratio

R\$ Real SiO<sub>2</sub> Quartzo

SA-MM Mistura de Solo Amazônico com o material magnético

SA Solo Amazônico

SED Detectores de elétrons secundários

SS Sólidos Sedimentáveis SD Sólidos Dissolvidos

**ST** Sólidos Totais

**TA** Temperatura Ambiente

UFAM Universidade Federal do AmazonasUEA Universidade do Estado do Amazonas

W Tungstênio

**W** Watt

Z Número de unidades por célula

**Zn** Zinco

**ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>** Ferrita de Zinco **ZnCr<sub>2</sub>O<sub>4** Ferrita de zinco</sub>

**ZnAlFeO**<sub>4</sub> Ferrita de zinco-alumínio-ferro

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fluxograma do processo da indústria galvânica	26
Figura 2. LG: (a) LG-bruto, (b) LG seco e triturado	29
Figura 3. Fluxograma da rota de acumulação de MPT	29
Figura 4. MEV, espinélio proveniente do LG	30
Figura 5. LG calcinado e formação de espinélio	33
Figura 6. Pilares da sustentabilidade	37
Figura 7. LG-Bruto, em destaque o grão	39
Figura 8. Trituração do LG	39
Figura 9. Peneiramento do LG	39
Figura 10. Fluxograma da preparação da amostra de LG	40
Figura 11. Etapas experimental do processo de síntese do MM	41
Figura 12. Retirando as amostras da mufla	41
Figura 13. Amostras no dessecador	41
Figura 14. Solução sólida magnetizada	42
Figura 15. Armazenamento da solução sólida	42
Figura 16. Amostras rotulados para análise	42
Figura 17. Local da coleta do SA na UFAM	44
Figura 18. Bandeja plástica com SA	45
Figura 19. Peneiramento do SA	45
Figura 20. Béqueres para a preparação do SA-MM	45
Figura 21. Bandeja para a secagem do SA-MM	45
Figura 22. Amostras de solo: a) SA; e b) SA-MM	45
Figura 23. Difratogramas das amostras LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D	54
Figura 24. Refinamento Rietveld para a amostra LG-Bruto	58
Figura 25. Refinamento Rietveld para a amostra LG-A	59
Figura 26. Refinamento Rietveld para a amostra LG-B	61
Figura 27. Refinamento Rietveld para a amostra LG-C	63
Figura 28. Refinamento Rietveld para a amostra LG-D	66
Figura 29. Micrografias para a amostra LG-Bruto	69
Figura 30. Micrografias para a amostra LG-A	70
Figura 31. Micrografias para a amostra LG-B	73
Figura 32. Micrografias para a amostra LG-C	75
Figura 33. Micrografias para a amostra LG-D	78

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Limites de metais pesados em produtos galvanizados para água	28
Tabela 2. Custos de destinação de resíduo por tonelada	31
Tabela 3. Possibilidades de aplicações do MM produzido do LG	35
Tabela 4. Palavras-chave, volume de arquivos indexados e bases de dados científica	38
Tabela 5. Nomenclatura das amostras e proporções das misturas	40
Tabela 6. Massa das amostras depois do resfriamento e a presença de magnetização	41
Tabela 7. Composição química (%) das amostras por FRX	50

# LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Coloração das amostras	47
Quadro 2. Parâmetros cristalográficos das fases identificadas	67
Quadro 3. Resultado das análises Químico do SA e do SA-MM	79
Quadro 4. Resultado das análises Físico do SA e do SA-MM	84

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
2. OBJETIVOS	23
2.1 Geral	23
2.2 Específicos	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1. Processo da Galvanoplastia	24
3.1.1 Efluente líquido da Galvanização	27
3.1.2 Lodo Galvânico (LG)	28
3.2 Reaproveitamento do LG na produção de MM	32
3.3 Aplicações Potenciais do MM no Contexto da EC	34
3.4 MM e seu papel na Economia Circular (EC)	36
4. MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.1 Procedimentos Metodológicos	38
4.2 Amostragem do Lodo Galvânico (LG)	39
4.3 Amostragem do Composto Orgânico (COr)	40
4.4 Processo de Síntese do Material Magnético (MM)	40
4.5 Métodos Analíticos	42
4.5.1 Difração de Raios X (DRX)	42
4.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	43
4.5.3 Espectrometria por Fluorescência de Raios-X (FRX)	43
4.6 Avaliação da Fertilidade do Solo Amazônico (SA) com MM	44
4.6.1 Amostragem do SA	44
4.6.2 Preparação da amostra de SA-MM	45
4.7 Análise da Relação Custo-Benefício do LG na EC	46
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	46
5.1 Influência das Proporções nas Propriedades Cromáticas e Magnéticas	46
5.2 Efeito do Tratamento Térmico na Composição Química das Amostras	50
5.3 Transformações Cristalinas Induzidas por Tratamento Térmico	54
5.3.1 Refinamento Rietveld	57

5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	69
5.4.1 Micrografias para as amostras LG-Bruto, LG-A e LG-B	69
5.4.2 Micrografias das amostras LG-C e LG-D	75
5.5 Fertilização do Solo Amazônico (SA) com MM	79
5.5.1 Aplicação do MM na Melhoria da Fertilidade do SA	87
5.6 Estudo da relação custo-benefício do LG na EC	89
6. CONCLUSÃO	91
7. PERSPECTIVAS PARA PESQUISAS FUTURAS	92
8. REFERÊNCIAS	96
9. ANEXOS	109

## 1. INTRODUÇÃO

A galvanoplastia é um processo químico usado para proteger metais e outros materiais da corrosão e degradação<sup>1,2</sup>, por meio da deposição de uma camada metálica via eletrodeposição<sup>3,4</sup>. Esse método confere às peças metalizadas maior durabilidade, resistência a intempéries como ar, umidade e corrosão, além de proporcionar um excelente acabamento estético<sup>5-7</sup>. No entanto, a galvanização gera grandes quantidades de lodo galvânico (LG), um resíduo produzido durante a neutralização do banho de galvanoplastia<sup>8,9</sup>, que contém metais potencialmente tóxicos (MPT), como Cr, Zn e Ni. Quando lixiviados em sistemas hídricos, esses metais causam sérios impactos ambientais e à saúde humana<sup>4</sup>.

A contaminação por MPT ocorre principalmente por meio da bioacumulação na cadeia alimentar<sup>10</sup>, o que afeta organismos aquáticos e terrestres, sendo progressivamente transferida para predadores de níveis tróficos superiores<sup>11</sup>. Além disso, a exposição aos MPT pode ocorrer por inalação, ingestão ou contato com a pele, o que causa riscos como câncer, doenças cardiovasculares, problemas neurológicos, complicações respiratórias, dificuldades no neurodesenvolvimento, danos renais e pulmonares<sup>12</sup>.

Embora manipular o LG seja desafiador, o lodo apresenta grande potencial de reaproveitamento<sup>13</sup>. Com alto teor de MPT, o LG é transformado em novos materiais, como ferritas<sup>14</sup>, materiais cerâmicos<sup>15</sup>, catalisadores<sup>16</sup>, adsorventes<sup>17</sup>, materiais de eletrodo<sup>18</sup> e pigmentos inorgânicos<sup>19</sup>. Essa reutilização promove a sustentabilidade e a eficiência econômica, especialmente quando aplicada em tecnologias de baixo custo<sup>20</sup>.

A produção de materiais provenientes do LG é promissora, pois trata-se de um resíduo que apresenta uma complexidade da química envolvida em sua formação<sup>6</sup>. Vale mencionar que a composição do LG ocorre em função das particularidades de cada processo industrial<sup>21</sup>. Cada tipo de galvanização, como cromagem, niquelagem<sup>15</sup>, ou outros revestimentos, gera LG com características químicas específicas, consequentemente MPT distintos<sup>22</sup>.

O LG considerado poluente, têm potencial para serem reutilizados de maneira sustentável, como na fabricação de espinélios. Wang et al.<sup>23</sup>, relatam que a alta concentração de Zn e Fe torna o LG eficiente para a síntese de espinélios como a ferrita de zinco (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>). A utilização do LG na produção de espinélios promove a sustentabilidade e contribui para a economia circular (EC), ao transformar subprodutos industriais em materiais de alto valor agregado, alinhando-se aos princípios da EC ao promover o uso racional de recursos naturais e a redução de impactos ambientais<sup>24</sup>.

O uso do LG na produção de espinélios destaca-se por suas propriedades físicas e químicas que viabilizam diversas aplicações. Entre elas estão o desenvolvimento de materiais cerâmicos<sup>25</sup>, pigmentos inorgânicos<sup>26</sup>, catalisadores<sup>27,28</sup> e materiais magnéticos<sup>29</sup>. Destaca-se, ainda, sua capacidade de adsorção, eficaz na remoção de poluentes e na remediação de contaminantes, especialmente MPT<sup>30</sup>. Combinando propriedades magnéticas e um alto potencial tecnológico<sup>31</sup>, a produção de materiais magnéticos (MM) a partir do LG surge como uma estratégia sustentável para a reutilização de resíduos industriais, o que contribui diretamente para a sustentabilidade global<sup>6</sup>.

Karami<sup>32</sup> observa que a adsorção de MPT por nanobastões magnéticos, aumento da capacidade de absorção de íons de MPT à medida que o pH da solução ou a concentração inicial de íons metálicos aumentaram. Portanto, a implementação da EC é viável em setores industriais capazes de reaproveitar ou reciclar o material produzido ou seus resíduos. Essa estratégia reformula o modelo de produção convencional da indústria da galvanização, em um sistema sustentável e eficiente<sup>33</sup>.

A produção de MM também está alinhada com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) 9 e 12 da Organização das Nações Unidas (ONU). O ODS 9 visa promover a industrialização inclusiva e sustentável e fomentar a inovação<sup>34</sup>, enquanto o ODS 12 busca garantir padrões de consumo e de produção sustentáveis<sup>35</sup>. Dantas et al.<sup>36</sup> ressaltam que os 17 ODS constituem uma estratégia interligada para promover práticas e soluções sustentáveis que abordam os principais desafios da sociedade contemporânea.

Embora autores como Zhang et al.<sup>37</sup>, Gunarathne et al.<sup>38</sup>, Stewart et al.<sup>39</sup>, Kim et al.<sup>40</sup>, Wang et al.<sup>41</sup> e Yuxin et al.<sup>42</sup> relatem a remediação do LG, eles não discutem a possibilidade de reutilização desse resíduo no contexto da EC. A produção de MM a partir do LG exemplifica essa abordagem, ao converter o lodo em um novo produto. O reaproveitamento do LG não só reduz o impacto ambiental, mas cria oportunidade econômica ao fechar o ciclo de produção e consumo<sup>33</sup>.

De acordo com a Confederação Nacional da Indústria (CNI), a EC tem ganhado relevância no Brasil, com 76,4% das empresas que adotam alguma prática relacionada a esse modelo. No caso da indústria galvânica, a EC se aplica diretamente pelo reaproveitamento do LG para a produção de materiais, como MM. Essa iniciativa não apenas contribui para o cumprimento dos ODS 9 e 12, mas também exemplifica a aplicação prática dos princípios da EC, o que promove a sustentabilidade e impulsiona a inovação industrial<sup>43</sup>.

Santana<sup>44</sup> relata que no estado do Amazonas, especificamente na cidade de Manaus, abriga o Polo Industrial de Manaus (PIM). Atualmente, há mais de 500 indústrias no PIM de destaque nos setores, duas rodas, eletroeletrônico, mecânico, naval, metalúrgico e termoplástico, entre outros<sup>45</sup>.

De acordo com o Inventário Nacional de Resíduos Sólidos de Manaus, em 2011, a produção de resíduos perigosos, incluindo os gerados pela galvanoplastia, foi de aproximadamente de 1.529,42 t/ano<sup>46</sup>. Esse dado é corroborado por Brasil<sup>47</sup> que relata que, em 2021, a produção de resíduos perigosos no Brasil atingiu cerca de 1,6 mil ton/ano. No PIM, a geração de resíduos sólidos ultrapassou 1,5 mil ton/anuais, com destaque para 44 empresas que produziram 173,76 ton/ano de LG.

O destino desses resíduos ainda é um desafio, visto que a maioria das empresas do PIM não adota o modelo de gestão de resíduos químicos estabelecido pela Lei nº 12.305/2010 da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS)<sup>48</sup>. A administração de resíduos industriais no PIM enfrenta questões desafiadoras, que demanda um período considerável para a resolução desses desafios<sup>49</sup>.

Brasil et al.<sup>50</sup> destacam que o LG do PIM apresenta MPT de Fe, Cr e Ni, sob esta perspectiva deve reconhecer seu potencial como matéria-prima para a produção de MM. Na região Amazônica, o MM pode ser considerado um insumo secundário para as indústrias do PIM, ou seja, sua utilização pode está alinhada com os princípios da EC, onde os resíduos são reintegrados ao ciclo produtivo. Essa prática não apenas reforçará a sustentabilidade, mas também demonstra um avanço em direção a uma utilização mais consciente do LG<sup>51</sup>.

A relevância desta proposta é evidenciada na literatura que abordam o uso do LG para recuperar e neutralizar MPT, estudos como de Wang et al.<sup>13</sup>, Kim et al.<sup>40</sup>, Gunarathne et al.<sup>38</sup>, Zhang et al.<sup>37</sup>, Qu et al.<sup>52</sup> e Gao et al.<sup>53</sup>, bem como a obtenção de espinélios magnéticos a partir do LG, relatados em trabalhos como os de Brasil et al.<sup>50</sup>, Dwitya et al.<sup>54</sup>, Jiabao et al.<sup>55</sup>, Li et al.<sup>56</sup>, Makarov et al.<sup>57</sup>, Mao et al.<sup>58</sup> e Xia et al.<sup>15</sup>. Dessa forma, a produção de MM a partir do LG tem potencial para beneficiar sustentavelmente no gerenciamento de resíduos da indústria na cidade de Manaus, especialmente para as empresas localizadas no PIM.

Além disso, o MM pode ser aplicado em distintas áreas, de forma que possa contribuir para a inovação tecnológica e a EC na região. Neste contexto, materiais com propriedades magnéticas têm distintas aplicações, como: agente de contraste em imagens de ressonância magnética; para imagens diagnósticas<sup>59,60</sup>; fluidos magnéticos<sup>61</sup>; em tratamentos de hipertermia terapia, ao utilizar o calor das partículas magnéticas, elimina células cancerígenas<sup>62,63</sup>. Na biomedicina, pode ser utilizada em biossensores, para a detecção de biomarcadores e realização de exames<sup>64</sup> e na administração de fármacos, garanti a entrega do medicamento para áreas específicas do corpo humano<sup>65</sup>.

Outro motivo, é em relação de ser empregados em catálise<sup>66</sup>, tintas magnéticas<sup>67</sup>, refrigeração magnética<sup>68</sup>, baterias<sup>69</sup>, armazenamentos e transferência de dados<sup>70</sup>, microeletrônica<sup>71</sup> e gravação magnética de alta densidade, para contribuir com o avanço da tecnologia e da informação<sup>72,73</sup>, de forma que possam corroborar como um material que apresenta uma ampla gama de aplicabilidades.

Na impressão 3D é possível produzir compósitos com o MM, através de filamentos para a fabricação de objetos tridimensionais. Ehrmann, Blachowicz e Ehrmann<sup>74</sup> relatam que compósitos magnéticos impressos em 3D, trata-se de um campo promissor. Makridis et al.<sup>75</sup>, descrevem a fabricação de filamento magnético, para impressão 3D a qual abre novas possibilidades para a confecção de objetos de baixo custo e rápida confecção.

Portanto, esta proposta de dissertação aborda aspectos da produção de MM relacionada as suas propriedades magnéticas, aplicações e os possíveis benefícios, pretende-se buscar não apenas compreender as propriedades do MM, mas lidar com o LG de forma a alcançar uma abordagem sustentável para a EC.

## 2. OBJETIVOS

#### 2.1 Geral

Sintetizar espinélios magnéticos (MM) a partir do lodo de galvanoplastia (LG) gerado no Polo Industrial de Manaus (PIM), demonstrando a viabilidade de reutilizar esse passivo ambiental de alto risco como matéria-prima, com potencial para aplicações industriais, contribuindo para a redução de impactos ambientais e a reintrodução do resíduo na economia circular (EC).

#### 2.2 Específicos

- Desenvolver o processo de síntese de espinélios para reaproveitamento do LG gerado no PIM, sob diferentes proporções;
- Realizar a caracterização estrutural, química e morfológica do LG proveniente do PIM e dos MM sintetizados, por meio de difração de raios X (DRX), com refinamento pelo método de Rietveld, espectroscopia de fluorescência de raios X (FRX) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Avaliar a fertilidade do Solo Amazônico (SA) de terra firme, com a mistura dos MM sintetizados;
- Realizar o estudo da relação custo-benefício do uso do LG na produção de MM, com foco na EC.

## 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 3.1. Processo da Galvanoplastia

A tecnologia de revestimento metálico remonta ao Império Romano, onde peças de Cu eram recobertas com Au e Ag<sup>76</sup>. Na Itália, foram descobertos artefatos antigos, com pontas de lanças douradas, também revestidas com Cu<sup>77</sup>. A galvanoplastia, como é conhecida hoje, recebeu esse nome em homenagem a Luigi Galvani (1757-1798), cujos estudos foram fundamentais para o entendimento dos princípios elétricos<sup>78</sup>. O processo da galvanoplastia oferece diversas vantagens, como o aumento da durabilidade, a melhoria estética e a proteção contra a corrosão<sup>79</sup>. Essa técnica permite o depósito controlado de camadas metálicas, sendo eficiente e economicamente viável<sup>80</sup>.

Atualmente, a galvanoplastia é amplamente utilizada na indústria para modificar as características superficiais das peças e proporcionar propriedades específicas desejadas<sup>81</sup>, como revestimento de placas de circuito eletrônico<sup>82</sup> e peças automotivas<sup>83</sup>. Segundo Albusalih<sup>84</sup>, a indústria automobilística faz uso da galvanoplastia, especialmente na cromagem, para melhorar a resistência à corrosão de suas peças. A escolha desse processo é motivada por fatores como economia, praticidade, eficácia e versatilidade em ambientes industriais<sup>1</sup>, a exemplo a cromagem é aplicada em peças na indústria de duas rodas, no motor, no quadro e as rodas.

Com o aumento das preocupações ambientais e de saúde pública, a percepção dos perigos associados aos resíduos industriais, como o LG, intensificouse. Classificado como Resíduo Sólido Industrial Perigoso, de classe I, conforme a Norma Brasileira (NBR) 10004:200485, o LG contém MPT e é uma fonte preocupante de contaminação ambiental<sup>12,86</sup>. Liu et al.<sup>22</sup>, relatam que esse resíduo, formado durante o tratamento de efluentes na indústria de galvanização e banhos de metalização, frequentemente é descartado em aterros de segurança. Por outro lado, Qu et al.<sup>52</sup> afirmam que o LG é um resíduo perigoso que contém MPT, convencionalmente destinado a aterros. No entanto, a gestão inadequada do LG pode resultar em danos aos ecossistemas, afetando a qualidade do solo, da água e

do ar <sup>10</sup>. A Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) nº 257/99 estabelece limites para os metais pesados como Cd, Pb e Hg, ressaltando a necessidade de estratégias de descarte e tratamento responsável, adequadas às exigências ambientais para minimizar os impactos desse resíduo<sup>87</sup>.

Segundo Ilić, Golubović e Bijelić<sup>88</sup> a toxidade dos MPT é uma preocupação ambiental e de saúde pública cada vez maior. Wang, Liu e Zhang<sup>7</sup> descrevem que o LG tem a capacidade de acumular ou reter uma quantidade significativa de materiais, com uma alta concentração de poluentes solúveis (metais pesados), o que pode prejudicar os ecossistemas e a saúde humana. Métodos responsáveis para o gerenciamento do LG incluem:

- Minimizar resíduos: Otimizar etapas para reduzir a produção de LG;
- Controle de produtos perigosos: Reduzir compostos prejudiciais no LG;
  - Eficiência na reutilização: Aumentar a reutilização do LG;
- Prevenção da contaminação: Implementar medidas de controle de efluentes, vazamentos e o descarte inadequadas; e
- Práticas sustentáveis: Buscar práticas que minimizem o impacto ambiental geral da galvanoplastia.

Melo<sup>89</sup> destaca que os efluentes líquidos gerados na galvanização variam conforme o tipo de revestimento metálico, o que resulta em efluentes com características distintas. Compreender o processo da galvanoplastia torna-se necessário para promover práticas sustentáveis no gerenciamento de resíduos industriais<sup>85</sup> (Figura 1). Durante as etapas como desengraxe, decapagem ácida e revestimento, ocorrem reações químicas que podem ser prejudiciais ao ambiente e a saúde pública, deve-se ter cuidados para minimizar seus impactos negativos.

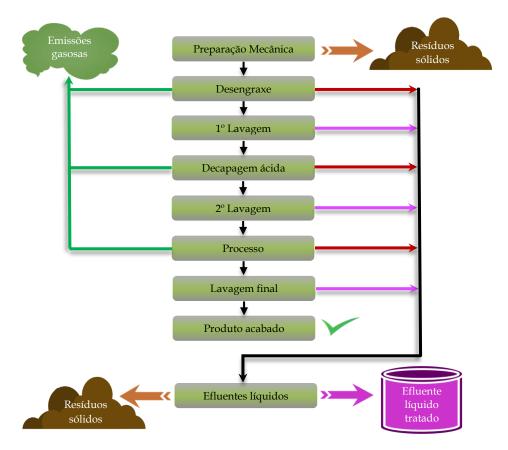


Figura 1. Fluxograma do processo da indústria galvânica.

A Associação Brasileira de Tratamento de Superfície (ABTS)<sup>90</sup> oferece diretrizes para a execução dos procedimentos de galvanoplastia, que incluem:

- **Desengraxe**: Utiliza soluções com detergentes, surfactantes ou solventes, a depender do contaminante. A água com a solução utilizada reage com os poluentes superficiais, como óleos e graxas, a qual forma emulsões que são removidas pela lavagem. Certos solventes ou detergentes reagem com os contaminantes orgânicos, que rompem e dissolve suas ligações químicas;
- **Decapagem ácida**: As peças são imersas em HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para remover os óxidos, impurezas e camada indesejada, seguidas de enxágue com água para eliminar resíduos ácido, a reação de neutralização pode ocorrer, o ácido reage com os óxidos metálicos na superfície. Além disso, não deve ser destacada a reação de dissolução, o ácido dissolver os óxidos metálicos, que forma sais solúveis na solução ácida;
- **Processo de revestimento**: A peça é imersa em um banho de íons metálicos. É realizado em célula eletroquímica, onde a peça atua como o cátodo, e

um ânodo geralmente composto pelo metal de revestimento, é conectado a uma fonte de corrente elétrica. Quando a corrente elétrica é aplicada à célula, ocorre a dissolução dos íons metálicos do ânodo no eletrólito, que forma uma solução com esses íons. Esses íons migram ao cátodo (a peça a ser revestida) devido ao potencial elétrico criado pela corrente. Na superfície da peça, os íons metálicos são reduzidos, a qual forma uma camada metálica; e

• Lavagem final: Aplicação de soluções neutralizantes para ajustar o pH e evitar a corrosão futura, removendo resíduos químicos.

## 3.1.1 Efluente líquido da Galvanização

A galvanização exige elevado consumo de recursos, como água, necessária para a limpeza das peças antes do processo<sup>91</sup>, o que gera custos operacionais e aumenta a demanda por água e energia<sup>89</sup>. Esse consumo resulta na geração de efluentes líquidos e LG<sup>86</sup>. Segundo Song<sup>92</sup>, é fundamental compreender o processo da galvanoplastia para lidar com o consumo excessivo de água e energia, além da emissão de produtos químicos tóxicos. Rajoria, Vashishtha e Sangal<sup>93</sup> destacam a necessidade de um tratamento adequado dos efluentes, recomendando técnicas como coagulação, floculação, precipitação química, troca iônica, filtração por membrana, adsorção, tratamento eletroquímico e processos de oxidação avançada para tratar a água utilizada no processo galvânico.

Outra preocupação é a presença de substâncias nocivas à saúde e ao meio ambiente, como MPT, presentes tanto no efluente líquido quanto no sólido<sup>94</sup>. O Cr, utilizado em processos de cromagem, é um exemplo de substância encontrada nos efluentes, especialmente nos estados de oxidação Cr(III) e Cr(VI)<sup>95</sup>, representando riscos para ecossistemas aquáticos<sup>10</sup> e para a saúde humana<sup>12</sup>. Wahaab e Alseroury<sup>96</sup>, apontam que as águas residuais industriais podem conter altas concentrações de cianeto (CN-), MPT, e apresenta alta demanda química de oxigênio (DQO). Para o tratamento desses efluentes, utilizam-se etapas como a cloração alcalina e a redução química para remover o CN- e o Cr<sup>6+</sup>. Além desses íons perigosos, as águas residuais da indústria de galvanoplastia também podem conter

óleos, gorduras, solventes orgânicos, demanda bioquímica de oxigênio (DBO), sólidos sedimentáveis (SS), sólidos dissolvidos (SD), sólidos totais (ST) e elevada turbidez<sup>96</sup>, o que torna as águas tóxicas e corrosivas<sup>93</sup>.

Quanto ao uso de produtos galvanizados para condução de água potável, a norma NBR 6323:2016 estabelece especificações para a galvanização por imersão a quente de produtos de aço e ferro fundido. A Tabela 1 a seguir define os limites máximos permitidos para elementos pesados em relação à água.

Tabela 1. Limites de metais pesados em produtos galvanizados para água.

Elementos	Porcentagem em massa (máximo)/mg.L <sup>-1</sup>
Al	0,1
Sb	0,01
As	0,02
Bi	0,01
Cd	0,01
Cu	0,1
Pb	0,1
Sn	0,1
Outros (máx.)	0,2

Fonte: ABNT<sup>97</sup>.

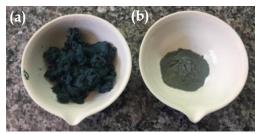
De acordo com análises físico-químicas, Melo<sup>89</sup> observa que o efluente proveniente da indústria de galvanoplastia não pode ser descartado sem tratamento prévio, pois parâmetros como pH e SS, não atingiram os valores aceitáveis estabelecidos pela legislação.

#### 3.1.2 Lodo Galvânico (LG)

O LG é um subproduto gerado no processo de revestimento de superfícies metalicas<sup>19</sup>, plásticos<sup>1</sup> e cerâmicas<sup>98</sup> com metais. Esse resíduo contém substâncias inorgânicas e MPT, como Cr<sup>6+</sup>, que exigem cuidados específicos no tratamento para evitar danos ambientais e a saúde pública<sup>23,33,99</sup>. Sua composição pode variar conforme o tipo de processo de revestimento utilizado<sup>100</sup>.

O LG apresenta coloração preto-esverdeada (Figura 2), devido à presença de MPT, óxidos e outros resíduos<sup>101</sup>. Segundo Zalyhina et al.<sup>5</sup>, a variação nas tonalidades do LG ocorre devido à presença de íons como os de Zn, Ni, Cu e

Cd. A presença de MPT, na forma de íons altamente reativos, torna o LG um resíduo perigoso, uma vez que esses íons podem interagir com compostos no ambiente, o que representa riscos à saúde humana e ao ambiente<sup>9,56,102</sup>. Segundo Gao et al.<sup>53</sup>, o LG é classificado como resíduo sólido perigoso, sendo um subproduto do tratamento de águas residuais da galvanoplastia.



**Figura 2.** LG: (a) LG-bruto, (b) LG seco e triturado. Adaptado de Camargo<sup>103</sup>.

Embora classificado como resíduo perigoso,<sup>51,104</sup>, o LG é uma fonte de metais como Cu, Zn, Ni, Cd e outros. Wahaab e Alseroury<sup>96</sup> relatam que a galvanoplastia é fundamental para o avanço industrial, porém gera poluentes inorgânicos, como CN-, Cr<sup>6+</sup>, fenóis e MPT, que podem ser liberados nos corpos d'água e lixiviados para o solo, agravando a contaminação ambiental e representa riscos à saúde humana<sup>28,42</sup>. A exposição aos MPT pode ocorrer por bioacumulação<sup>10</sup>, quando organismos, como peixes, acumulam esses metais em seus tecidos, afetando sua fisiologia, impactando os consumidores na cadeia alimentar<sup>11</sup>.



Figura 3. Fluxograma da rota de acumulação de MPT

O fluxograma da Figura 3 ilustra a rota dos MPT, mostrando como o LG pode liberar esses metais no ambiente aquático por lixiviação. Esses metais são absorvidos por microrganismos, iniciando a bioacumulação, que se intensifica à

medida que peixes maiores consomem os menores, culminando na biomagnificação. Assim, seres humanos que consomem esses peixes estão expostos aos MPT<sup>105</sup>.

O tratamento do LG se faz necessário para prevenir a contaminação dos ecossistemas e proteger a saúde humana. Medidas como a neutralização de MPT são fundamentais para reduzir os impactos ambientais e garantir a segurança dos recursos naturais<sup>12,95</sup>. Estudos como Jiabao et al.<sup>55</sup> e Li et al.<sup>56</sup>, destacam a importância de tratar o LG para assegurar o descarte seguro dos resíduos da galvanoplastia.

Os principais métodos de tratamento incluem o processo pirometalúrgico, que envolve o tratamento térmico em alta temperatura. Esse método é economicamente viável, pois é simples e exige menos investimento em equipamentos<sup>39,55</sup>, geralmente realizado em fornos. Segundo Jiabao et al.<sup>55</sup> a pirometarlúgica permite a reciclagem do espinélio provenientes do LG (Figura 4), facilitando a recuperação de Zn e a solidificação de MPT.

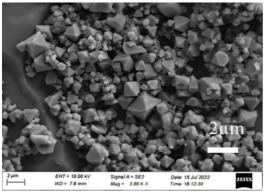


Figura 4. MEV, espinélio proveniente do LG. Adaptado de Jiabao et al.<sup>55</sup>

Outros métodos. como os hidrometalúrgico<sup>106</sup> biohidrometalúrgicos<sup>107</sup>, utilizam soluções químicas e microrganismos, respectivamente. Esses métodos são mais complexos e exigem maior controle e investimento, aumentando os custos operacionais 106,107. Métodos combinados também podem ser utilizados para recuperar elementos com alta pureza<sup>108</sup>, sendo uma opção viável, com a combinação de tratamento hidrotérmico com pirólise e calcinação<sup>56</sup>.

Segundo Mattos<sup>109</sup>, o LG é destinado de várias formas, incluindo estocagem, disposição em aterros industriais, incineração, coprocessamento, plasma térmico, microencapsulação e reciclagem. A Tabela 2 apresenta os custos de cada método por tonelada de resíduo.

Tabela 2. Custos de destinação de resíduo por tonelada

Destinação	Custo por tonelada de resíduo (R\$)
Estocagem	300,00
Aterro industrial	270,00
Incineração	3.500,00 a 10.000,00
Plasma térmico	1.800,00 a 2.000,00
Microencapsulamento (forno de cimento)	420,00
Reciclagem (transformação em óxidos e sais metálicos)	440,00

Fonte: Adaptado de Mattos<sup>109</sup>.

A estocagem do LG é uma opção comum, mas enfrenta desafios relacionados ao espaço e aos altos custos a longo prazo<sup>99</sup>. A destinação em aterros traz riscos ambientais, como a contaminação do solo e da água<sup>52</sup>, se não forem tomadas precauções. A incineração, embora eficaz, gera emissões atmosféricas e resíduos perigosos<sup>110</sup>. O coprocessamento, que reutiliza o LG em outros processos industriais, requer cuidados para garantir sua segurança<sup>111</sup>. O plasma térmico, que utiliza altas temperaturas para decompor o LG, é promissor, mas inviável financeiramente devido ao alto custo e à necessidade de equipamentos especializados<sup>112</sup>. A microencapsulação, que envolve encapsular o LG em materiais inertes como tijolos e cerâmica, ajuda a reduzir os riscos de contaminação, embora enfrente desafios de escalabilidade<sup>43</sup>. A reciclagem é uma solução sustentável, o que permite a reutilização de materiais do LG, o que contribui para a EC, embora possa ser dificultado pela qualidade dos materiais reciclados e pelos custos<sup>43,113</sup>.

Apesar das vantagens da galvanização, a manipulação do LG continua a ser um desafio para a sociedade e a indústria<sup>19</sup>. Portanto, é necessário a cooperação entre sociedade, indústria e pesquisadores para o desenvolvimento de tecnologias

sustentáveis e seguras, a fim de mitigar os impactos negativos dos efluentes da galvanoplastia e garantir um ambiente saudável e ecologicamente responsável<sup>40</sup>.

#### 3.2 Reaproveitamento do LG na produção de MM

O reaproveitamento do LG tem se intensificado na fabricação de diversos materiais, como cimento<sup>110,114</sup>, pigmentos inorgânicos<sup>5</sup>, reagentes de redução catalítica<sup>115</sup>, entre outros, alinhando-se com o conceito da EC e promovendo a sustentabilidade na indústria<sup>43</sup>. Segundo Cao et al.<sup>6</sup>, o tratamento do LG é complexo e apresenta custos elevados devido à presença de MPT e às características físico-químicas do material, como acidez e alta concentração de sólidos<sup>42,116</sup>.

Apesar disso, o LG é frequentemente destinado a aterros, mas sua utilização na produção de MM pode mudar este cenário. De acordo com Makarov et al.<sup>57</sup>, o LG contém íons de Cr, Zn, Cu e sulfato, tornando-se uma matéria-prima viável para a produção de magnetita, um componente magnético na fabricação de MM. Essa abordagem não só reduz a quantidade de resíduos em aterros, mas também promove a utilização eficiente de recursos e práticas sustentáveis na indústria, com potencial para aplicações como no tratamento de câncer <sup>7</sup>.

Włodarczyk et al.<sup>63</sup>, relatam que o uso de material magnético, como a magnetita, no tratamento do câncer pode melhorar métodos como a genoterapia. Já Miri, Khatami e Sarani<sup>62</sup> reportam resultados promissores com nanopartículas magnéticas contra células de câncer de cólon, com potencial biomédico para diagnóstico de câncer e doenças infecciosas<sup>64</sup>. Além disso, a ferrita de cobalto (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) revestida com polímero demonstrou eficácia antitumoral no câncer de fígado em camundongos<sup>54</sup>, enquanto espinélios mostraram ação citotóxica contra células de câncer de próstata e mama<sup>117</sup>. A magnetita também pode ser utilizada em terapias de hipertermia magnética, como agentes teranósticos em ressonância magnética e terapia de hipertermia<sup>60</sup>.

A produção de MM a partir do LG pode trazer benefícios para a sustentabilidade e para o tratamento de doenças complexas. O LG contém componentes viáveis para a produção de espinélios, como CuCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, ZnCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> e

NiCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, por meio de tratamento térmico<sup>56,118</sup>, o que transforma substâncias tóxicas, como o Cr<sup>6+</sup>, em formas menos nocivas. Jiabao et al. <sup>55</sup> e Shen et al. <sup>28</sup>, demonstraram que o tratamento térmico do LG para obter espinélios (Figura 7), tem mostrado ser eficaz, o que contribui para a redução de resíduos e o aproveitamento sustentável de materiais.

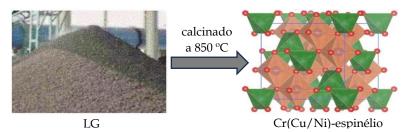


Figura 5. LG calcinado e formação de espinélio. Adaptado de Shen et al.28

Uma estratégia adicional para o tratamento do LG envolve a reciclagem de espinélio rico em Zn, estabilizando o Zn em vidro metassilicato de Ca através da pirometalurgia. Jiabao et al.<sup>55</sup> relatam que, após calcinação a 1200°C, é possível recuperar parte do Zn presente no LG formando o espinélio ZnAlFeO<sub>4</sub>. Além disso, Mao et al.<sup>58</sup> observaram que o tratamento térmico do LG reduz a porosidade e incorpora MPT no espinélio, tornando-os menos nocivos e ampliando as possibilidades de aplicação do espinélio.

Brasil et al.<sup>50</sup> também investigaram a formação de espinélios durante a calcinação do LG, observaram a criação de NiO e espinélios de Fe/Ni/Cr a 1200 °C, semelhantes às ferritas. Segundo Xia et al.<sup>15</sup> a estabilização do Ni por sinterização, gera espinélios de NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ou NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> a 1200 °C, tem se mostrado uma estratégia eficaz no aproveitamento do LG.

A produção de MM a partir do LG requer processos como calcinação e sinterização, fundamentais para transformar o lodo em espinélios estáveis quimicamente e com a estrutura adequada para aplicações magnéticas<sup>103</sup>. A calcinação elimina impurezas e forma óxidos, enquanto a sinterização compacta os grãos e cria uma estrutura sólida<sup>57</sup>. O controle térmico se faz necessário para otimizar as propriedades magnéticas e garantir o desempenho adequado nas aplicações desejadas<sup>44</sup>.

### 3.3 Aplicações Potenciais do MM no Contexto da EC

O MM produzido a partir do LG apresenta grande potencial em diversas áreas, como a fabricação de ímãs permanentes para dispositivos eletrônicos, sistemas de energia e aplicações na indústria automotiva<sup>119,120</sup>. Além de reduzir resíduos e conservar recursos, sua produção promove a sustentabilidade. Na medicina, o MM pode ser empregado em diagnósticos, ressonância magnética, sensores magnéticos e dispositivos de segurança<sup>60,62,64,67,121,122</sup>.

A reutilização do LG é uma abordagem eficiente para transformar resíduo em produtos inovadores. Kolchanov et al.<sup>67</sup> destacam a impressão de estruturas magnéticas em polímeros, resultando em compósitos flexíveis, condutores e magnéticos, utilizados em dispositivos de segurança com filmes de magnetita. Ehrmann, Blachowicz e Ehrmann<sup>74</sup> incorporam nanopartículas magnéticas em polímeros, criando compósitos flexíveis, condutores e magnéticos para impressão 3D. Palmero et al.<sup>123</sup> descrevem a produção de um compósito de ímã permanente sem terras raras, que combina MnAlC disperso em polietileno (PE) para a fabricação de filamentos flexíveis destinados à impressão 3D, com aplicações em sistemas microeletromecânicos, energia e transporte. Grujić et al.<sup>124</sup> enfatizam o potencial dos ímãs poliméricos para a indústria e engenharia, destacando que, apesar de seu grande potencial, ainda é pouco explorado.

A integração de MM derivados do LG em matriz polimérica pode gerar aplicações em diversos campos da ciência, incluindo industriais e biomédicas. Radushnov, Solovyova e Elfimova<sup>125</sup> relatam que esses compósitos podem ser utilizados em motores, geradores, equipamentos de separação magnética que fomenta a EC e contribui para a sustentabilidade. Além disso, o uso de espinélios, como a magnetita, promove o desenvolvimento de produtos tecnológicos inovadores<sup>36,119,126</sup>.

Liu et al. <sup>22</sup> ressaltam que, embora o LG seja considerado um resíduo indesejado, o LG possui potencial para gerar materiais de maior valor, como os MM. Esses materiais podem ter diversas aplicações, desde ímãs simples até componentes para foguetes e satélites<sup>127,128</sup>. Romero-Fierro et al. <sup>128</sup> destacam aplicações

aeroespaciais de nanocompósitos magnéticos em foguetes e satélites. A Tabela 3 resume as principais possíveis aplicações dos MM obtidos a partir do LG.

Tabela 3. Possibilidades de aplicações do MM produzido do LG

Possibilidade de aplicações do MM	Referências	
Dispositivos eletrônicos, motores elétricos, geradores, alto-	Kochetov et al. <sup>29</sup>	
falantes, sistemas de armazenamento de energia, equipamentos	Alexandros <sup>119</sup>	
de separação magnética em processos industriais e fechaduras	Tohry et al. <sup>122</sup>	
magnéticas.	Yatskov et al. <sup>126</sup>	
Indústria automotiva, em sistemas de freios, sensores e	Schmid <sup>120</sup>	
atuadores magnéticos.	Liao et al. <sup>121</sup>	
Audiana and a manadisina and a dia améntina mada audan and a da	Soleymani et al.60	
Aplicações na medicina, como diagnóstico molecular avançado	Chircov et al.64	
e ressonância magnética.		
Aplicações médicas em diagnóstico e tratamento.	Miri et al. <sup>62</sup>	
Fabricação de estruturas magnéticas para impressão por jato de		
tinta, segurança, codificação e criação de microantenas.	Kolchanov et al.67	
	T1 D1 1 '	
Incorporação em matriz de polímero para impressão 3D, para	Ehrmann, Blachowicz e	
obter compósitos magnéticos condutores e flexíveis. Ehrmann <sup>74</sup>		
Produção de ímã para aplicações tecnológicas, como		
armazenamento de dados. E estudo de ímãs poliméricos para	Grujić et al. <sup>124</sup>	
aplicações na indústria e engenharia.	Grafic et ai.	
apricações na maasana e engermana.		
TTOTAL TO A STATE OF THE STATE	Radushnov, Solovyova	
Utilização em tecnologias industriais e biomedicina.	e Elfimova <sup>125</sup>	
4 4	<del></del>	
Ímãs de geladeiras	Erhart e Hejsková <sup>127</sup>	
Nanocompósitos de polímeros magnéticos, aplicação em	Romero-Fierro et al. <sup>128</sup>	
foguetes e satélites.	Nomero-Pierro et al. 120	

Fonte: Próprio autor

Portanto, utilizar o LG que seria descartado em aterros integra-o ao ciclo produtivo, promovendo a EC, o que reduz impactos ambientais e aproveitando melhor os recursos. Segundo Matović et al.<sup>129</sup> a conversão do LG com Cr em pigmento inorgânico, destacando que os produtos obtidos não são tóxicos e de menor volume. Isso reforça a importância do reaproveitamento do LG no gerenciamento sustentável de resíduos, diminuindo a ocupação de aterros e otimizando a recuperação de recursos<sup>33</sup>.

### 3.4 MM e seu papel na Economia Circular (EC)

Segundo Caneghem et al.<sup>129</sup>, a EC é um conceito inovador que busca maximizar o valor de produtos, materiais e recursos, reduzindo a geração de resíduos. Baseia-se nos princípios de redução, reutilização, recuperação e reciclagem, promovendo uma gestão mais sustentável e eficiente. Dantas et al.<sup>36</sup> destacam que a integração da EC com a Indústria 4.0 potencializa a contribuição para os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), como ODS 9 e 12, ao reutilizar o LG na produção de MM. Este processo reduz o envio de resíduos a aterros, minimiza impactos ambientais e otimiza a recuperação de recursos ao criar um sistema fechado que promove o uso eficiente de materiais<sup>24,43,129</sup>.

A produção de MM a partir do LG atende ao ODS 9, que incentiva a industrialização sustentável e a inovação<sup>130</sup>, e ao ODS 12, que promove padrões responsáveis de produção e consumo. Além de contribuir para a sustentabilidade, os MM são fundamentais para dispositivos eletrônicos, motores e geradores, tecnologias indispensáveis para a transição para uma economia verde<sup>43</sup>. Cao et al.<sup>6</sup> ressaltam que a gestão do LG é um desafio persistente, tanto econômico quanto ambiental. O descarte atual é caro, ambientalmente insustentável e apresenta problemas de espaço e lixiviação, sem agregar valor ao resíduo.

Os desafios para a reciclagem sustentável do LG incluem o alto consumo de recursos no processo pirometalúrgico, que não atende aos princípios da EC, e a complexidade operacional da hidrometalurgia, que, embora eficiente na recuperação de metais, exige a integração de várias etapas. A ausência de produção em larga escala também dificulta o manejo de grandes volumes descartados. Neste contexto, a reutilização do LG para a produção de MM de alto valor agregado, surge como uma solução viável, reduzindo impactos ambientais e conservando recursos naturais. Os MM podem ser essenciais na promoção de um ciclo de vida sustentável para produtos e materiais, contribuindo para a EC<sup>6</sup>.

Ingaldi e Ulewicz<sup>131</sup> enfatizam que a EC é indispensável para o uso responsável dos recursos naturais e para o cumprimento da Agenda de Desenvolvimento Sustentável até 2030. Shava et al.<sup>132</sup> destacam que a Agenda 2030

é um plano global voltado para enfrentar questões urgentes, com base nos três pilares da sustentabilidade: ambiental, econômico e social (Figura 6), que são interligados. A aplicação do LG na produção de MM apresenta-se como estratégia eficaz para alcançar os ODS da ONU, promovendo a redução de resíduos, o uso eficiente de recursos e práticas industriais responsáveis<sup>133</sup>.

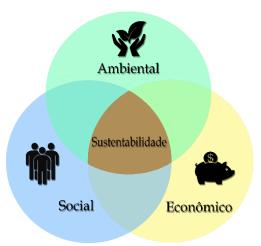


Figura 6. Pilares da sustentabilidade

Costa<sup>134</sup> aponta que a integração entre a indústria e o ODS 9 representa uma mudança significativa, rompendo com paradigmas tradicionais para promover inovação e sustentabilidade em escala global<sup>34</sup>. No entanto, desafios como altos custos iniciais e a ausência de normas globais de sustentabilidade precisam ser enfrentados<sup>135</sup>. O reaproveitamento do LG, geralmente destinado a aterros industriais, é uma estratégia importante para a EC, ao evitar a contaminação ambiental causada por MPT presente no LG.

Bonfante et al. destacam que os MM produzidos a partir do LG não apenas contribuem para a EC e para o cumprimento dos ODS, mas também oferecem benefícios em outras áreas indiretamente como a saúde e bem-estar (ODS 3), ao serem aplicados em tratamentos médicos. Assim, a reutilização do LG vai além de vantagens industriais e tecnológicas, o que promove um futuro mais sustentável e saudável ao reduzir resíduos, conservar recursos e mitigar impactos ambientais<sup>125,136-138</sup>.

# 4. MATERIAIS E MÉTODOS

# 4.1 Procedimentos Metodológicos

A primeira etapa da pesquisa consistiu na realização de uma pesquisa bibliográfica, para compreender a reutilização do LG. Além de analisar os aspectos econômicos, ambientais e tecnológicos envolvidos no reaproveitamento do LG, explorando suas aplicações como matéria-prima. Para isso, a pesquisa foi conduzida em bases de dados científicas confiáveis, palavras-chave foram selecionadas por sua relação direta com o tema do estudo, conforme a Tabela 4.

Tabela 4. Palavras-chave, volume de arquivos indexados e bases de dados científica

Palavras-chave	Wiley	ArXiv	SciELO	Google Acadêmico	Periódicos Capes	Science Direct	Springer Open	Scopus
"Lodo galvânico"	0	0	0	59	3	1	0	0
"Galvanic sludge"	2	0	0	620	60	66	1	52
"Economia circular"	9	0	2	985	780	44	16	161
"Circular economy" "Reciclagem de	2.475	54	2	1.000	62.970	36.145	451	28.978
resíduos industriais"	1	0	0	106	24	0	0	1
"Industrial waste recycling"	10	19	0	727	7.710	121	449	44
"Reaproveitamento de resíduos"	0	0	0	3.740	240	121	0	2
"Waste reutilization"	14	1	0	570	480	178	12	80
"Gestão de resíduos perigosos"	0	0	0	143	30	0	0	0
"Hazardous waste management"	111	6	0	9.030	3.540	711	241	193
"Custo-benefício ambiental"	0	0	0	32	30	0	0	0
"Environmental cost- benefit"	15	125	0	893	840	98	198	24
"Sustentabilidade industrial"	0	0	0	202	300	0	2	0
"Industrial sustainability" "Material	56	525	0	4.010	18.270	596	1.079	239
magnético de resíduo"	0	0	0	0	0	0	0	0
"Waste magnetic material"	0	4	0	5	1.650	8	372	0
"Impacto ambiental do lodo galvânico"	0	0	0	0	0	0	0	0
"Environmental impact of galvanic sludge"	0	0	0	0	8	0	0	0
"Processamento do lodo galvânico"	0	0	0	0	0	0	0	0
"Galvanic sludge processing"	0	0	0	9	15	1	1	1

Fonte: Próprio autor

Para garantir a qualidade e a diversidade dos resultados, foram definidos critérios de inclusão e exclusão, como a remoção de artigos duplicados identificados nas bases de dados. Além disso, priorizou-se a seleção de artigos publicados no período entre 2020 e 2024, assegurando a relevância e a atualidade das fontes consultadas.

# 4.2 Amostragem do Lodo Galvânico (LG)

Uma das empresas de veículos de duas rodas, localizada no PIM, forneceu aproximadamente 5,94 kg de LG-Bruto (Figura 7).

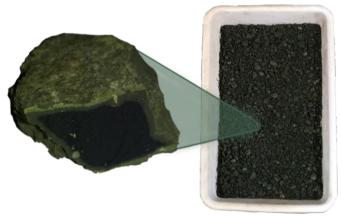


Figura 7. LG-Bruto, em destaque o grão

Após uma semana de secagem ao ar para eliminar a umidade, a amostra de LG foi reduzida sua massa para 3,02 kg. Em seguida, o material foi triturado em um almofariz com pistilo (Figura 8) e, posteriormente, peneirado para obter uma granulometria de 325 *mesh* (Figura 9).



Figura 8. Trituração do LG



Figura 9. Peneiramento do LG

O LG foi armazenado em um frasco plástico, rotulado para análise posterior. Todas as etapas envolvidas no processo de preparação da amostra do LG estão detalhadas de maneira sucinta no fluxograma abaixo (Figura 10):

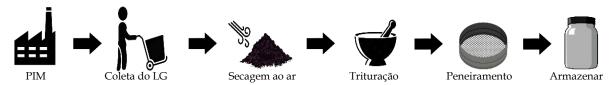


Figura 10. Fluxograma da preparação da amostra de LG

# 4.3 Amostragem do Composto Orgânico (COr)

As amostras dos diferentes compostos orgânicos (COr) foram secas e maceradas em almofariz até atingirem uma consistência homogênea, sendo posteriormente acondicionadas em embalagens rotuladas.

# 4.4 Processo de Síntese do Material Magnético (MM)

Na condução da parte experimental, o LG e o COr tiveram suas massas medidas separadamente, com o auxílio de um vidro de relógio, conforme apresentado na Tabela 5, utilizou-se uma balança analítica da marca Shimadzu®, modelo ATY224. Optou-se por selecionar apenas essas amostras, pois as demais, descritas no Anexo 1, apresentaram difratogramas semelhantes (Anexo 2). Assim, foram escolhidas as amostras com essas proporções por utilizarem menor quantidade de COr — ou seja, menos recurso — e por promoverem a reutilização do LG, alinhando-se a uma abordagem mais econômica e sustentável.

Tabela 5. Nomenclatura das amostras e proporções das misturas

Amostras	LG	COr
LG - A	20	1:0
LG - B	9	1:1
LG - C	7	3:1
<u>LG - D</u>	1	1:1

Fonte: Próprio autor

Cada proporção foi transferida e homogeneizada em um cadinho de porcelana. Foram preparadas quatro misturas, cada uma com massa total de 20 g. Em seguida, as misturas foram submetidas ao aquecimento a 600 °C por 2 horas, em um forno tipo mufla da marca Quimis®, modelo Q318M25T. A escolha dessa

temperatura e tempo de síntese baseou-se no estudo de Brasil<sup>47</sup>, que obteve MM a 1200 °C durante 3 horas. No presente trabalho, com a adição do COr, foi possível reduzir significativamente tanto a temperatura quanto o tempo de tratamento térmico. As etapas do processo estão ilustradas no fluxograma da Figura 11.



Figura 11. Etapas experimental do processo de síntese do MM

Após realizar o tratamento térmico, a mufla foi desligada e aguardou-se por 1 hora com os cadinhos no interior. As amostras foram cuidadosamente retiradas do mufla (Figura 12) e deixadas no dessecador até atingirem a temperatura ambiente (TA) (Figura 13).



Figura 12. Retirando as amostras da mufla



Figura 13. Amostras no dessecador

Todas as amostras depois de resfriadas, foram novamente pesadas para avaliar as mudanças de massa decorrentes do processo (Tabela 6).

Tabela 6. Massa das amostras depois do resfriamento e a presença de magnetização

Amostras	Perda da massa (%)	Magnetização
LG - A	33,35	Não
LG - B	40,30	Sim
LG - C	53,70	Sim
LG - D	60,35	Sim

Fonte: Próprio autor

Para verificar a presença de propriedades magnéticas (Tabela 6), utilizou-se um ímã tipo ferrita (Figura 14). As amostras foram transferidas para microtubos tipo Eppendorf de 2,0 mL com auxílio de uma espátula (Figura 15).



Figura 14. Solução sólida magnetizada



Figura 15. Armazenamento da solução sólida

Cada tubo foi rotulado com informações de acordo com suas nomenclaturas, bem como o LG-Bruto conforme Figura 16.



Figura 16. Amostras rotulados para análise

### 4.5 Métodos Analíticos

### 4.5.1 Difração de Raios X (DRX)

Os Difratogramas das cinco amostras foram realizados na Central Analítica do Instituto Federal do Amazonas (IFAM) do Campus Manaus Centro (CMC), através de um Difratômetro de Raios X (DRX), marca Shimadzu, modelo XRD-7000. A caracterização do LG-Bruto, seco à TA do estado do Amazonas é de aproximadamente 32 °C, como medida comparativa com as amostras submetidas a tratamento térmico, método do pó.

Para a análise dos dados, utilizou-se o *software* X'pert HighScore Plus (versão 3.0), que foi empregado para indexar os padrões de difração e identificar as fases cristalinas presentes nas amostras. Além disso, também foi utilizado o *Software* FullProf Suite (versão de maio de 2021), uma ferramenta cristalográfica voltada para

refinamentos de Rietveld, correspondência de perfil e análise integrada de intensidades de dados de raios X e/ou nêutrons.

# 4.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias eletrônicas foram obtidas no Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos (CMABio) da Universidade do Estado do Amazonas (UEA). As análises foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca JEOL, modelo JSM-IT5000HR, equipado com detectores de elétrons secundários (SED) e elétrons retroespalhados (BSE). As condições operacionais do MEV foram configuradas com uma tensão de aceleração de 5,0 kV, uma corrente da sonda de 40 e operação em modo de alto vácuo (HV). As imagens foram capturadas em diferentes magnificações, incluindo 100x, 1.000x, 2.000x e 5.000x, permitindo a caracterização morfológica das amostras em diversas escalas. A utilização dos detectores SED e BSE proporcionou contraste e informações complementares sobre a topografia e a composição das amostras, garantindo uma análise abrangente e de alta qualidade.

As amostras analisadas, denominadas LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D, foram preparadas por meio de trituração manual em almofariz cerâmico e posterior peneiramento em malha de 325 *mesh*. Para a análise no MEV, as amostras foram submetidas a um processo de metalização com ouro de baixa espessura, utilizando fita condutora para garantir a dissipação de carga e evitar artefatos durante o imageamento.

#### 4.5.3 Espectrometria por Fluorescência de Raios-X (FRX)

A composição química elementar das amostras LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D foi determinada no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN) do Instituto Federal do Amazonas (IFAM) - Polo de Inovação (INOVA). Para as análises, utilizou-se um Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X (FRX), marca Fischer, modelo XAN 250, equipado com um tubo de raios-X de microfoco e ânodo de tungstênio (W). Este equipamento permite a

identificação quantitativa de elementos com números atômicos entre 13 (alumínio) e 92 (urânio). Os parâmetros operacionais foram configurados com tensão aplicada de 50 kV, filtro primário de níquel (Ni) com espessura de 10  $\mu$ m, colimador 4 com diâmetro de 2,00 mm e corrente do ânodo de 128  $\mu$ A. O objetivo da análise foi avaliar o efeito do tratamento térmico na composição química das amostras, identificando possíveis alterações nas concentrações elementares.

#### 4.6 Avaliação da Fertilidade do Solo Amazônico (SA) com MM

A avaliação do solo foi conduzida na Universidade Federal do Amazonas (UFAM), na Faculdade de Ciências Agrárias (FCA), no Laboratório de Solos, com o objetivo de investigar o potencial do MM em melhorar as propriedades químicas do Solo Amazônico (SA), como a retenção de nutrientes e a capacidade de troca catiônica (CTC), além de outras análises química e física. O estudo teve como foco avaliar os efeitos do MM, sintetizado a partir do LG, na fertilidade do SA.

### 4.6.1 Amostragem do SA

A coleta do SA foi realizada em terra firme na UFAM (coordenadas: 3° 05' 18" S, 59° 57' 52" W), próxima do prédio da Central Analítica (Figura 17), em uma área com vegetação. Foram coletadas aproximadamente 2 kg de SA na profundidade de 0-20 cm, utilizando uma cavadeira articulada (boca de lobo).



Figura 17. Local da coleta do SA na UFAM. Adaptado do Google Earth

Após a coleta, o SA foi seco à temperatura ambiente por 24 horas. Em seguida, foi triturado em uma bandeja plástica (Figura 18) e peneirado com abertura

de 2 mm (Figura 19). Após a peneiração, a amostra de SA foi armazenada e devidamente rotulada.



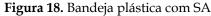




Figura 19. Peneiramento do SA

# 4.6.2 Preparação da amostra de SA-MM

Para a preparação da amostra de SA-MM, foi utilizada uma proporção de 1:1 entre SA e o MM. O MM utilizado foi a amostra LG-C, selecionado por apresentar maior atração ao ímã. A mistura foi realizada em um béquer de 500 mL, com adição de 100 mL de água destilada para garantir homogeneização (Figura 20).



Figura 20. Béqueres para a preparação do SA-MM

Após agitação manual por 10 minutos, a mistura foi transferida para uma bandeja plástica (Figura 21) e seca em TA por 24 horas. Em seguida, foi peneirada com abertura de 2 mm, armazenada e etiquetada para posterior análise química e física no Laboratório de Solos da FCA (Figura 22).



**Figura 21.** Bandeja para a secagem do SA-MM **Figura 22.** As

**Figura 22.** Amostras de solo: a) SA; e b) SA-MM

### 4.7 Análise da Relação Custo-Benefício do LG na EC

Este estudo tem como objetivo avaliar a viabilidade técnica e econômica da utilização do LG na confecção de MM, com foco em uma produção em grande escala. Para isso, a análise foi conduzida com base em resultados analíticos e experimentais, deste estudo, complementados pela pesquisa bibliográfica, tendo a EC com pilares centrais da investigação.

A avaliação da relação custo-benefício considerou os custos associados ao processamento e à aplicação do LG, comparando-os com os benefícios ambientais, econômicos e tecnológicos gerados pela sua reutilização. Além disso, foram analisados os impactos da produção em larga escala, como a redução de resíduos industriais, a diminuição de custos com matéria-prima e o potencial de aplicação do LG em MM.

#### 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

# 5.1 Influência das Proporções nas Propriedades Cromáticas e Magnéticas

Após a secagem ao ar do LG, observou-se uma redução de massa de 5,94 kg para 3,02 kg, uma perda de 49% de umidade. Esses resultados confirmam os valores de teor de umidade elevados mencionados na literatura, que se situam em média em torno de  $\approx 50\%$ . Quimicamente, essa redução está associada à perda de água presentes no material.

O LG contém água, tanto na forma livre (adsorvida) quanto na forma ligada quimicamente (água de hidratação). Quando exposto à 32 °C (TA de Manaus/AM na época da secagem), a água livre tende a evaporar gradualmente. A secagem ao ar livre é uma condição que favorece a evaporação da água, mas não é suficientemente alta para causar a decomposição térmica de substâncias mais estáveis ou a perda de MPT presentes no LG. Isso significa que a maior parte da redução de peso é atribuída à perda de água e não à perda de constituintes minerais.

Outro ponto é destacado por Marcus et al.<sup>19</sup> que descrevem a síntese de pigmentos cerâmicos a partir de LG ricos em íons metálicos, que demonstra a viabilidade de obtenção de pigmentos com distintas colorações. Neste estudo, o

processo de síntese foi conduzido a 600 °C para quatro amostras, com exceção da amostra LG-Bruto, que foi seca à TA. As proporções específicas das misturas e as colorações obtidas são apresentadas no Quadro 1.

Quadro 1. Coloração das amostras

Nomenclatura	<b>Quadro 1.</b> Coloração das amo Amostras	Proporções	Coloração
LG-A		1:20:0	Castanho- avermelhado
LG-B		1:9:1	Marrom Escuro
LG-C		1:7:3	Marrom
LG-D		1:1:1	Preto
LG-Bruto		-	Musgo Esverdeado

Fonte: Próprio autor

A coloração das amostras está atribuída à decomposição térmica do COr introduzido no processo de síntese, bem como à interação química dos íons metálicos presentes no LG. O COr promove a redução parcial dos metais, o que influencia a formação de óxidos, consequentemente, impacta a tonalidade final.

No LG-A, resultou em uma coloração marrom-avermelhada, essa característica é explicada pelo papel do Fe presente no material, como relatado por Santana<sup>44</sup>, que destaca que o teor de Fe não apenas atua como fundente, mas também confere a tonalidade avermelhada após o processo de queima. Além disso, o Fe contribui para a redução da refratariedade do material. Essa observação sugere que a composição química do resíduo tem sua relevância na definição de suas propriedades térmicas e cromáticas.

A complexidade e variabilidade do LG, relatado por Matović et al.<sup>33</sup>, refletem-se na composição heterogênea dominada por Cr, seguida por Fe, P, Zn, Ni e Cu, permitindo a síntese de pigmentos inorgânicos, como observado por Becker et al.<sup>86</sup>, que destaca Fe, Ni, Cr e Zn como principais constituintes. Neste estudo, as amostras apresentaram colorações variadas devido à formação de óxidos metálicos. Esses resultados reforçam o potencial do LG para o desenvolvimento de pigmentos.

A influência das proporções no processo de síntese é evidente, sendo a quantidade do COr fatores determinantes na formação das tonalidades. A redução térmica promoveu a geração de óxidos metálicos, o que resulta em colorações específicas para cada amostra. Esses resultados reforçam o potencial do reaproveitamento do LG para a produção de pigmentos cerâmicos, o que contribui para o desenvolvimento, alinhadas à EC e aos ODS.

A magnetização das amostras após o processo de síntese a 600 °C é explicada com base na composição química e na estrutura cristalina formada durante o tratamento térmico. A magnetização está diretamente relacionada à presença de fases magnéticas, como óxidos de ferro (por exemplo, magnetita - Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), que são comuns em espinélios e exibem propriedades ferromagnéticas.

A amostra LG-A apresentou uma perda de massa de 33,35% e não demonstrou magnetização, o que sugere a formação de fases não magnéticas ou a

decomposição térmica dos compostos magnéticos durante o processo. A perda de massa indica uma decomposição possivelmente de alguns componentes inorgânicos do LG. Além disso, a falta do COr nesta amostra foi um dos fatores que contribuiu para a não formação de MM, o que resulta em uma estrutura cristalina diferente ou em uma fase dominante não magnética.

Por outro lado, as amostras LG-B, LG-C e LG-D, apresentaram magnetização, ou seja, a formação de fases magnéticas. A perda de massa nessas amostras foi maior (40,30%, 53,70% e 60,35%, respectivamente), o que sugere uma decomposição mais eficiente dos COr e uma possível redução dos óxidos de Fe presentes no LG para formar fases magnéticas. A maior perda de massa está associada à maior quantidade do COr nessas amostras, que atuou como agente redutor durante o processo térmico, o que favorece a formação do MM.

A ausência de magnetização na amostra LG-A pode estar relacionada à não formação de magnetita devido a condições inadequadas durante o processo. Isso pode ocorrer por uma proporção inadequada entre o LG e o COr, o que causa uma decomposição incompleta ou formação de fases não magnéticas. Além disso, a temperatura e o tempo de calcinação podem ter sido insuficientes para a completa redução dos óxidos de Fe, ou pode ter havido a formação predominante de hematita, que é termodinamicamente estável em condições oxidantes e não é magnética. Em contraste, as amostras magnetizadas (LG-B, LG-C e LG-D) atingiram as condições necessárias para a formação de MM.

Para confirmar essas hipóteses, foi necessário realizar a análises de DRX para identificar as fases cristalinas presentes em cada amostra, bem como análises de outras técnicas de caracterização que possam corroborar esses dados. Além disso, ajustar as proporções de LG e o COr, bem como o tempo e a temperatura de calcinação, pode ajudar a otimizar a formação de MM, mas terá um maior consumo de energia. Portanto, a diferença no comportamento magnético das amostras está diretamente relacionada às condições de síntese e à formação de fases específicas durante o processo térmico.

### 5.2 Efeito do Tratamento Térmico na Composição Química das Amostras

A Tabela 7 apresenta a composição química, expressa em forma de óxidos das cinco amostras analisadas por Fluorescência de Raios-X (FRX). As amostras incluem as submetidas a tratamento térmico (LG-A, LG-B, LG-C e LG-D) e uma amostra de referência, LG-Bruto, mantida à TA sem adição de COr.

Tabela 7. Composição química (%) das amostras por FRX

Amostra	CaO	C1	HgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Tl <sub>2</sub> O	PbO	CuO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	NiO
LG-A	24,40	0,89	0,01	4,72	0,02	0,26	0,26	9,14	17,90	5,10	0,14	37,16
LG-B	23,18	1,20	0,01	4,51	0,01	0,24	0,23	8,54	17,12	9,05	0,11	35,79
LG-C	22,45	0,86	ND	4,29	0,01	0,24	0,23	8,38	21,12	6,87	0,09	35,46
LG-D	22,83	1,14	0,02	4,52	0,02	0,24	0,25	8,61	19,11	7,08	0,12	36,07
LG-Bruto	18,94	0,89	ND	4,00	0,02	0,23	0,23	7,91	25,22	9,35	0,09	33,12

ND = não detectado

Fonte: Próprio autor

A análise das composições químicas indica variações nos óxidos formados nas amostras sintetizadas em relação à amostra LG-Bruto, mantida à TA, sem adição de COr ou aquecimento. Os resultados mostram que o LG-Bruto apresenta predominância dos metais Ni, Al, Fe, Cr e Ca. Esses dados estão em concordância com os obtidos por Brasil<sup>47</sup>, que identificou esses elementos por FRX.

A amostra LG-Bruto apresentou uma concentração alta de NiO (33,12%), atribuída ao processo de niquelação, amplamente utilizado na indústria automobilística para conferir resistência à corrosão e melhorar o acabamento de peças metálicas no PIM. Segundo Santana<sup>44</sup>, o LG está associado a esse setor industrial, onde sais de Ni são utilizados em banhos químicos ou eletroquímicos durante a niquelação, o que explica a presença predominante de Ni no LG. Essa alta concentração de NiO é uma característica do processo de niquelagem, visto que o Ni é frequentemente um dos elementos mais representativos no LG.

Observa-se um aumento nas concentrações de CaO nas amostras sintetizadas (LG-A à LG-D) em comparação com o LG-Bruto. Esse aumento é atribuído às reações químicas ocorridas durante o aquecimento a 600 °C na presença de diferentes proporções de COr. O COr atuou como agente redutor, promovendo

a decomposição térmica de carbonatos e sulfatos de cálcio presente no LG. A composição química da amostra LG-Bruto também apresenta outros elementos, como CaO (18,94%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (25,22%), e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (7,91%), o que indica a presença de resíduos de outros processos industriais, como o uso de agentes abrasivos, decapantes ou fundentes.

O processo de síntese, promoveu um aumento relativo de  $Fe_2O_3$ , especialmente no LG-A (9,14%) e LG-D (8,61%), indicando que o aquecimento favorece a oxidação do Fe presente no LG. O  $Cr_2O_3$ , presente em menor concentração na LG-Bruto (4,00%), também apresentou aumento em todas as amostras sintetizadas, um percentual de 4,72% em LG-A. Esse aumento sugere que a sintetização estabilizou os  $Cr_2O_3$ , devido à redistribuição dos elementos e à formação de compostos mais cristalinos e estáveis. Assim, a adição do COr, ao promover essas alterações químicas, contribui para o aumento do teor de  $Cr_2O_3$  nas amostras tratadas.

A diminuição dos teores de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub> nas amostras está atribuída à volatilização ou redistribuição dos elementos em outras fases não detectadas pelo FRX. Essa redução é consistente com o efeito do tratamento térmico, que pode alterar a estrutura e a composição das fases presentes no material. Já o NiO apresenta uma concentração relativamente constante em todas as amostras, sugerindo que o Ni é menos afetado pelo tratamento térmico em termos de oxidação. Elementos como Cl, HgO, Tl<sub>2</sub>O, PbO, CuO e TiO<sub>2</sub> apresentam concentrações baixas e relativamente constantes em todas as amostras, isso significa que esses elementos são menos afetados pelo tratamento térmico. A presença de HgO e Tl<sub>2</sub>O em traços pode estar relacionada a impurezas residuais.

Embora o COr nas amostras não seja detectado diretamente pela técnica de FRX, sua presença e subsequente decomposição durante o tratamento térmico impactam na formação dos óxidos. O efeito do aquecimento é evidente na modificação das proporções de óxidos metálicos, o que contribui para as alterações na composição química e nas propriedades das amostras. Esses resultados corroboram a relevância do tratamento térmico como método para modificar a

composição química do LG, bem como seu reaproveitamento, permitindo sua aplicação em síntese de MM.

A decomposição do COr durante o aquecimento libera substâncias redutoras que alteram as condições químicas do sistema, o que favorece a oxidação de metais como Fe e Cr e a formação de óxidos mais estáveis, como Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Além disso, o aumento nas concentrações de CaO nas amostras tratadas (LG-A à LG-D) em relação ao LG-Bruto demonstra a importância da sinergia entre o tratamento térmico e a presença de um agente redutor orgânico para maximizar a concentração de CaO.

De acordo com Brasil<sup>47</sup>, o Ni, Cr, Ca e Fe em temperaturas superiores a 550 °C resulta na formação de outros óxidos metálicos. Esse comportamento explica o aumento das concentrações de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nas amostras tratadas em relação ao LG-Bruto. Quando o LG é aquecido com a adição do COr a temperaturas superiores a 600 °C, como nos casos de LG-A, LG-B, LG-C e LG-D, os compostos metálicos presentes, como o Cr e o Fe, passam por reações de oxidação, formando óxidos mais estáveis, como Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. O aumento gradual desses óxidos nas amostras está atribuído ao efeito do aquecimento combinado com o COr, que ao decompor-se, libera substâncias redutoras, o que altera as condições químicas e favorece a oxidação de metais como o Cr e o Fe. O resultado é o aumento da concentração desses óxidos nas amostras aquecidas (LG-A a LG-D), com destaque para os valores mais elevados de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A formação de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> evidencia a estabilidade térmica desses óxidos metálicos em condições de altas temperaturas. Esse fenômeno indica que as amostras aquecidas passaram por uma transformação química, resultante do tratamento térmico e da interação com os compostos presentes no LG.

Os resultados demonstram que o tratamento térmico é um método eficaz para modificar a composição química do LG, pois leva a formação de óxidos metálicos estáveis e altera as proporções dos elementos presentes. Essas mudanças são particularmente relevantes para aplicações em síntese de MM, onde a estabilidade e a composição química são fatores críticos. A presença de NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CaO em concentrações elevadas nas amostras sugere que o LG é uma fonte

valiosa de metais para a produção de materiais funcionais, desde que submetido a processos adequados de tratamento térmico e redução química.

Com base nos resultados por FRX, observa-se a presença de NiO em todas as amostras analisadas, com variações que refletem a influência do tratamento térmico e da proporção entre o LG e o COr. A amostra LG-A, composta exclusivamente por LG (1:20:0), apresentou a maior concentração de NiO (37,16%), enquanto a amostra LG-Bruto, que não foi submetida ao tratamento térmico, apresentou o menor teor de NiO (33,12%).

Quimicamente, o NiO é um composto inorgânico que pode ser formado por processos de oxidação térmica de sais ou outros compostos contendo Ni. O aquecimento favoreceu a transformação dos compostos de Ni presentes no LG em sua forma mais estável e cristalina, o NiO. A elevação da cristalinidade após o tratamento térmico é um resultado esperado, pois o calor promove a reorganização dos átomos na estrutura sólida, reduzindo defeitos estruturais. Esse efeito pode ser correlacionado indiretamente com os valores mais elevados de NiO observados nas amostras calcinadas.

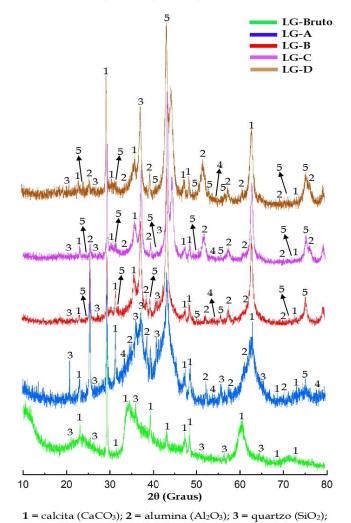
A adição do COr, embora tenha efeito redutor em atmosferas com pouco oxigênio, atuou também como um agente auxiliar de transformação térmica, promovendo a liberação de gases (CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O) durante a decomposição térmica e contribuindo para a porosidade e possível oxidação controlada dos metais pesados. Apesar disso, os teores de NiO nas amostras LG-B, LG-C e LG-D (com proporções crescentes de COr) foram ligeiramente menores que o da amostra LG-A, sugerindo que a presença de carbono orgânico pode ter influenciado no equilíbrio redox durante o processo, reduzindo parte do Ni<sup>2+</sup> antes da completa oxidação a NiO.

A variação do COr, em determinadas proporções, pode alterar o rendimento da conversão de compostos de níquel em NiO. A tendência geral, no entanto, mostra que todas as amostras tratadas termicamente apresentaram maior teor de NiO em comparação com a amostra *in natura*, confirmando que o tratamento térmico foi eficaz para promover a oxidação e formação da fase cristalina de NiO.

Essas transformações químicas estão diretamente relacionadas às transformações cristalinas estimuladas por tratamento térmico, que alteram a estrutura e as propriedades dos materiais, conferindo-lhes características adequadas para aplicações específicas.

# 5.3 Transformações Cristalinas Induzidas por Tratamento Térmico

As transformações cristalinas observadas após o tratamento térmico das amostras LG-A, LG-B, LG-C, LG-D e o LG-Bruto foram também analisadas por DRX. Os difratogramas mostraram mudanças na estrutura cristalina dessas amostras, o que indica que o tratamento térmico resultou em modificações nas fases presentes e na organização atômica dos materiais. A Figura 23 apresenta os padrões de DRX das amostras LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D.



4 = bornita (Cu<sub>5</sub>FeS<sub>4</sub>); e 5 = hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Figura 23. Difratogramas das amostras LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D

Os resultados sugerem que o tratamento térmico a 600 °C por 2 horas induziu transformações cristalinas no LG-A, influenciadas tanto pela decomposição térmica de compostos preexistentes quanto pela formação de novas fases estáveis em altas temperaturas. A presença de CaCO<sub>3</sub>, por exemplo, estar associada à decomposição parcial de carbonatos, enquanto a formação de óxidos como Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CuO indica processos de oxidação dos metais presentes no LG durante o tratamento térmico.

A presença do SiO<sub>2</sub> (quartzo) e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumina) no difratograma está em concordância com os dados de FRX, que indicaram porcentagens expressivas de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esses óxidos são comumente encontrados na literatura como termicamente estáveis, conforme relatado por Brasil<sup>47</sup>. Essa estabilidade térmica explica sua persistência mesmo após o tratamento térmico aplicado à amostra. A CaCO<sub>3</sub> (calcita), identificado no difratograma, está associado à decomposição parcial de carbonatos presentes na amostra, que, sob aquecimento, tendem a se decompor em CaO (óxido de cálcio) e CO<sub>2</sub>. No entanto, a presença residual de CaCO<sub>3</sub> sugere que a decomposição não foi completa, possivelmente devido às condições específicas de temperatura e tempo de tratamento térmico aplicadas.

A identificação de Cu<sub>5</sub>FeS<sub>4</sub> (bornita) no difratograma indica a presença de sulfetos metálicos na amostra, que podem ter se oxidado parcialmente durante o tratamento térmico, formando óxidos como CuO e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ambos detectados pelo FRX. A formação desses óxidos é consistente com a oxidação de sulfetos em atmosfera oxidante, processo que libera enxofre na forma de SO<sub>2</sub> e favorece a estabilização de óxidos metálicos.

A aparente discrepância entre a detecção de CuO e  $Fe_2O_3$  no FRX e a identificação de  $Cu_5FeS_4$  (bornita) no DRX na amostra LG-A pode ser explicada pela natureza complementar das técnicas e pelos processos químicos envolvidos. O FRX quantificou a composição elementar, atribuindo Cu e Fe a formas oxidadas estáveis (CuO e  $Fe_2O_3$ ), sem distinguir fases cristalinas específicas. Já o DRX identificou fases cristalinas ordenadas, como a bornita, que gerou picos de difração característicos. A coexistência de  $Cu_5FeS_4$  e óxidos na mesma amostra é plausível, pois a bornita pode

estar presente como fase residual, enquanto os óxidos resultam de processos oxidativos durante o tratamento térmico.

Os difratogramas das amostras LG-Bruto, LG-A, LG-B, LG-C e LG-D apresentam informações importantes sobre a estrutura cristalina e as transformações que ocorrem nas amostras quando submetidas a diferentes condições. Ao observar o pico  $2\theta = 43,0^{\circ}$ , identifica-se a presença da hematita, um óxido de ferro com estrutura cristalina definida. Esse pico é um indicativo da formações dessa fase mineralógica e sua evolução ao longo das amostras fornece informações sobre o efeito do tratamento térmico e da adição do COr.

No difratograma do LG-Bruto, não há evidência do pico correspondente à hematita, o que sugere que, na sua forma inicial, o material não contém essa fase. No entanto, quando o material é submetido a tratamento térmico (amostra LG-A), o pico começa a aparecer, indicando que o processo de aquecimento promove a formação de hematita. Esse fenômeno está relacionado à transformação de outras fases de óxidos de ferro ou à reorganização da estrutura cristalina devido ao aumento da temperatura.

Com a adição do COr na amostra LG-B, o pico correspondente à hematita começa a se tornar mais definido. Isso sugere que o COr atua como um agente facilitador na cristalização da hematita, possivelmente por meio de mecanismos como a redução da energia de ativação necessária para a formação da fase cristalina ou pela criação de sítios nucleação mais favoráveis. O COr influencia a morfologia e o tamanho dos cristais de hematita, tornando o pico mais intenso e bem definido no difratograma.

À medida que a proporção do COr aumenta nas amostras LG-C e LG-D, a definição do pico de hematita se torna ainda mais evidente. Isso indica que o COr apresenta uma relevância na formação e no crescimento dos cristais de hematita. A presença do COr altera as condições termodinâmicas e cinéticas do sistema, o que favorece a formação de hematita em detrimento de outras fases. Além disso, o COr atua como um agente estabilizador, o que impede a formação de fases amorfas ou outras estruturas cristalinas menos estáveis.

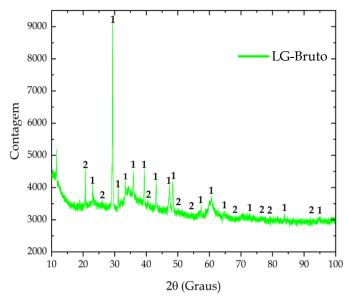
Portanto, a definição do pico de hematita nos difratogramas das amostras LG-B, LG-C e LG-D é diretamente influenciada pela adição do COr. O COr promove a cristalização da hematita, tornando o pico mais intenso e bem definido à medida que sua proporção aumenta. Esse efeito está atribuído à capacidade do COr de modular as condições de nucleação e crescimento dos cristais, bem como de estabilizar a fase de hematita. Diante de tudo, a análise dos difratogramas demonstra que o COr é um dos fatores na formação e na cristalinidade da hematita nas amostras.

#### 5.3.1 Refinamento Rietveld

O refinamento Rietveld foi aplicado nas amostras LG-A, LG-B, LG-C, LG-D e LG-Bruto com o objetivo de confirmar a composição mineralógica das fases formadas e avaliar a cristalinidade dos materiais. Esse método, que utiliza dados de DRX, é reconhecido como uma técnica eficaz para a obtenção de parâmetros estruturais, tais como coordenadas atômicas, parâmetros de rede, tamanho de cristalito, densidade e deformação da rede cristalina. Além disso, é uma ferramenta para a estimativa quantitativa das fases presentes em materiais multifásicos, o que permiti uma análise precisa e confiável da estrutura cristalina<sup>47</sup>.

A análise do refinamento Rietveld da amostra LG-Bruto (Figura 24), que não foi submetida a tratamento térmico nem à adição de COr, demonstrou uma composição mineralógica composta por 54% de calcita (CaCO<sub>3</sub>) e 46% de quartzo (SiO<sub>2</sub>), ambas fases cristalinas. Esse resultado confirma que o material é predominantemente formado por esses dois minerais, isso significa que o LG do PIM possui uma estrutura cristalina baseada em calcita e quartzo.

A presença desses minerais no LG-Bruto, sugere que o LG do PIM é naturalmente rico em carbonatos e silicatos. A ausência de outras fases minerais indica que a amostra não sofreu transformações significativas devido a processos térmicos ou químicos, mantendo sua composição natural. Isso reforça a ideia de que a calcita e o quartzo são os componentes principais da matriz mineralógica do LG-Bruto em seu estado natural, assim como é demonstrado no DRX.



1 = 54% de calcita (CaCO<sub>3</sub>) e 2 = 46% de quartzo (SiO<sub>2</sub>) **Figura 24.** Refinamento Rietveld para a amostra LG-Bruto

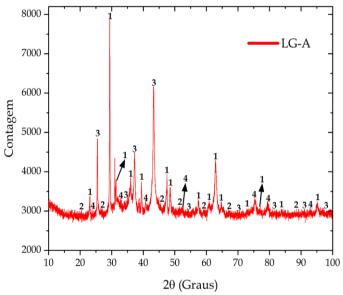
O pico de difração observado em 2θ = 29,07° corresponde ao plano cristalino mais intenso da calcita, que é o plano (104). Esse pico é característico da calcita e é frequentemente utilizado como referência para identificar esse mineral em análises de DRX. A intensidade e a posição deste pico confirmam a presença da calcita na amostra, pois ele está associado à sua estrutura cristalina romboédrica.

Portanto, o LG do PIM apresenta predominância das fases cristalinas de calcita e quartzo, identificadas por meio de DRX e refinamento de Rietveld, os quais confirmaram suas respectivas estruturas: romboédrica para a calcita e hexagonal para o quartzo. No entanto, essa configuração cristalina sofre alterações quando o LG é submetido à síntese com o COr. A introdução do COr promoveu transformações nas fases cristalinas existentes, seja pela formação de novos compostos, pela modificação da estrutura cristalina ou até mesmo pela amorfização de parte do material. Essas mudanças foram influenciadas por fatores como temperatura, pressão e interações químicas durante o processo de síntese. Portanto, a combinação do LG com o COr tem o potencial de gerar um material com propriedades distintas, o que altera não apenas sua composição química, mas também sua organização estrutural e, consequentemente, suas aplicações.

As fases cristalinas predominantes no LG-Bruto, CaCO<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub>, são consistentes com a ausência de magnetismo, uma vez que esses minerais não

possuem propriedades magnéticas. No entanto, a tonalidade esverdeada observada na amostra sugere a presença de outros elementos que não foram detectados pelo DRX. A presença desses elementos foi confirmada pelo FRX, pois é uma técnica que detecta elementos independentemente de sua organização cristalina.

Para o LG-A (Figura 25), o refinamento de Rietveld apresentou uma composição mineralógica composta por 42% de calcita, 25% de quartzo, 27% de alumina e 6% de hematita. Esses valores estão em concordância com as reflexões observadas no DRX, o que confirma a presença dessas fases cristalinas na amostra. A calcita e o quartzo são os principais componentes, representando juntos 67% da composição, enquanto a alumina e a hematita, embora em menores proporções, têm seu papel na estrutura mineralógica do material. A presença da hematita, está associada a propriedades magnéticas e à coloração castanho-avermelhado da amostra, dependendo de sua distribuição e interação com as outras fases.



1 = 42% de calcita (CaCO<sub>3</sub>); 2 = 25% de quartzo (SiO<sub>2</sub>); 3 = 27% de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); e 4 = 6% de hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Figura 25. Refinamento Rietveld para a amostra LG-A

O pico em  $2\theta$  = 24,1° está relacionado ao plano (012) da hematita, um plano característico desse mineral. Já o pico em  $2\theta$  = 33,1° corresponde ao plano (104) da hematita, outro plano intenso e típico dessa fase, reforçando sua identificação. O pico em  $2\theta$  = 40,8° pode estar associado ao plano (113) da hematita ou a planos de outras fases, como a alumina ( $Al_2O_3$ ), que cristaliza no sistema

romboédrico e pode contribuir para reflexões nessa região, embora com menor intensidade. Já, o pico em  $2\theta = 75,4^{\circ}$  está relacionado a planos de alta ordem, como o (300) da hematita, típicos de reflexões de planos cristalinos mais compactos e associados a distâncias interplanares menores.

Quimicamente, a hematita e a alumina compartilham a mesma estrutura cristalina romboédrica e grupo espacial, o que sugere uma similaridade na organização atômica. No entanto, as diferenças nos parâmetros de rede e densidades refletem as distinções entre os íons Fe³+ e Al³+. O Fe, com maior raio iônico, resulta em uma célula unitária maior e mais densa na hematita, enquanto o alumínio, com menor raio iônico, leva a uma estrutura mais compacta e menos densa na alumina. Fisicamente, essas diferenças influenciam propriedades como dureza, estabilidade térmica e comportamento magnético. A hematita, embora antiferromagnética, pode exibir fraco magnetismo em condições específicas, enquanto a alumina é diamagnética e não magnética. A presença dessas fases na amostra LG-A, com suas características cristalográficas distintas, contribui para a complexidade e as propriedades do material.

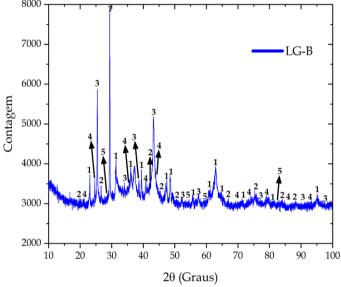
Apesar da presença de hematita na amostra LG-A, a ausência de comportamento magnético pode ser explicada por fatores químicos e estruturais relacionados à quantidade e à forma como esse óxido de ferro está presente no material. A hematita é um óxido de ferro que, em sua forma pura e em grandes quantidades, exibe um fraco magnetismo, conhecido como antiferromagnetismo, que é muito menos intenso do que o magnetismo de outros óxidos de ferro, como a magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>). No entanto, na amostra LG-A, a hematita está presente em apenas 6%, uma concentração relativamente baixa que pode não ser suficiente para manifestar propriedades magnéticas detectáveis. Além disso, a distribuição da hematita na matriz do material pode estar dispersa, o que reduz ainda mais a possibilidade de interações magnéticas significativas.

Outro fator é a presença de alumina ( $Al_2O_3$ ), que representa 27% da composição da amostra. A alumina é um óxido não magnético e pode atuar como uma fase diluente, isolando as partículas de hematita e impedindo a formação de

uma rede magnética contínua. Essa interação entre a hematita e a alumina suprimir ainda mais o comportamento magnético que a hematita pudesse apresentar.

A análise de FRX, que detectou a presença de alumina, reforça a ideia de que a hematita, mesmo presente, está em uma concentração insuficiente e em um ambiente químico que não favorece o magnetismo. A alumina, sendo um óxido estável e não magnético, pode estar envolvida em interações químicas ou físicas que limitam a expressão das propriedades magnéticas da hematita. A combinação da baixa concentração de hematita, a presença de alumina e as condições do tratamento térmico explica a ausência de comportamento magnético na amostra LG-A.

Para o LG-B (Figura 26), o refinamento de Rietveld demonstrou uma composição constituída por 47% de calcita, 8% de quartzo, 24% de alumina, 4% de bornita e 17% de hematita. Esses valores estão em concordância com as reflexões observadas no DRX. A calcita, como fase majoritária, demonstra a influência do processo de síntese na formação dos compostos, já a presença de bornita e hematita indica a ocorrência de reações de oxidação e redução durante o tratamento térmico.



1 = 47% de calcita (CaCO<sub>3</sub>); 2 = 8% de quartzo (SiO<sub>2</sub>); 3 = 24% de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 4 = 17% de hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); e 5 = 4% de bornita (Cu<sub>5</sub>FeS<sub>4</sub>) **Figura 26.** Refinamento Rietveld para a amostra LG-B

Ao compara o LG-B com o LG-A, observa-se uma composição distinta, com percentuais diferentes e sem a presença de bornita. Essa diferença na composição mineralógica está atribuída à adição do COr durante o processo de

síntese. O COr influenciou as reações químicas e promoveu a formação de fases específicas, como a hematita, enquanto inibiu a formação de bornita. A redução no percentual de calcita e o aumento na proporção de quartzo e alumina também sugerem que o COr modificou as condições termodinâmicas do processo, o que favorece a transformação de certos compostos e a estabilização de outros.

A presença da bornita no LG-B, mesmo sem picos bem definidos no difratograma, é explicada pela sobreposição de picos ou pela baixa intensidade dos sinais característicos dessa fase. Os picos da bornita, localizados nas posições 2θ de 28,2°, 55,6°, 59,8° e 83,3°, estão presentes, mas podem não ser claramente distinguíveis devido a fatores como a baixa concentração da fase, a sobreposição com picos de outras fases cristalinas (como calcita, quartzo, alumina e hematita) ou a presença de um fundo difuso no padrão de difração.

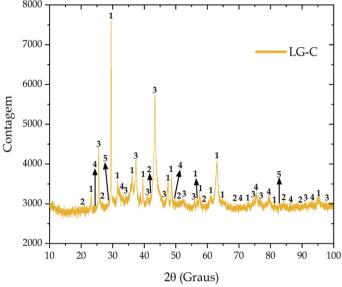
A identificação desses picos, indica que a bornita está presente na amostra, ainda que em menor quantidade ou em uma forma que não gera sinais intensos no DRX. Isso pode ocorrer porque a bornita pode estar parcialmente amorfa, mal cristalizada ou distribuída de forma não homogênea na amostra, o que dificulta a detecção de picos bem definidos. A confirmação da presença da bornita na amostra LG-B, mesmo com picos pouco definidos, foi possível graças ao refinamento de Rietveld, que utiliza um modelo matemático para ajustar o padrão de difração e identificar fases cristalinas, mesmo quando os picos não são claramente visíveis. Portanto, a detecção da bornita, embora não seja evidente no difratograma, é confirmada pela análise refinada e pela correspondência dos picos nas posições esperadas para essa fase. No DRX da mesma amostra LG-B, foi possível identificar apenas um pico, o que reforça a importância do refinamento de Rietveld para a confirmação da presença de fases minoritárias ou mal cristalizadas.

O aumento no percentual de hematita de 6% na amostra LG-A (sem adição do COr) para 17% na amostra LG-B (com adição do COr) pode ser explicado pelas transformações químicas e termodinâmicas que ocorreram durante o processo de síntese, influenciadas pela presença do COr como agente redutor. O COr, quando submetido a altas temperaturas, decompõe-se e atua como um agente

redutor, liberando gases como CO e o CO<sub>2</sub>. Esses gases reagem com os óxidos metálicos presentes no LG, o que promove reações de redução. No caso da hematita, o COr facilita a formação deste óxido a partir de outros compostos de Fe presentes no LG, como a magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ou hidróxidos de Fe.

Na amostra LG-B, com a adição do COr, o aumento da hematita para 17% ocorreu porque o COr promoveu a redução de outros compostos de Fe, liberando íons de ferro (Fe²+ e Fe³+) que, em seguida, se recombinam para formar hematita durante o resfriamento. A presença do COr criou um ambiente redutor inicial, mas, ao final do processo, a reoxidação parcial dos produtos da redução levou à formação de hematita. A hematita é uma fase termodinamicamente estável em condições oxidantes moderadas, o que explica sua maior proporção na amostra LG-B. Portanto, o aumento da hematita é resultado direto da adição do COr, que atuou como agente redutor e modificou as reações químicas durante o processo de síntese.

Para a amostra LG-C (Figura 27), o refinamento de Rietveld apresentou a composição composta por 23% de calcita, 27% de quartzo, 29% de alumina, 3% de bornita e 18% de hematita. A presença da calcita e do quartzo em proporções indica que esses minerais, permaneceram estáveis durante o processo de síntese.



1 = 23% de calcita (CaCO<sub>3</sub>); 2 = 27% de quartzo (SiO<sub>2</sub>); 3 = 29% de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 4 = 18% de hematita (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); e 5 = 3% de bornita (Cu<sub>5</sub>FeS<sub>4</sub>) **Figura 27.** Refinamento Rietveld para a amostra LG-C

A alumina, com 29%, destaca-se como uma das fases majoritárias nessa amostra, indicando que os compostos de alumínio presentes no resíduo foram transformados em óxidos estáveis durante o tratamento térmico. A hematita, com 18%, confirma a ocorrência de reações de oxidação, possivelmente influenciadas pelas condições de síntese, enquanto a bornita, presente em 3%, indica a formação de sulfetos metálicos, provavelmente resultantes da interação entre cobre e enxofre durante o processo. Essa composição mineralógica reflete as transformações químicas e termodinâmicas que ocorreram na amostra LG-C, destacando a influência das condições experimentais na formação das fases cristalinas.

A calcita e o quartzo, com reflexões próximas a 28,9° e 27,5°, respectivamente, indicam a estabilidade desses minerais no resíduo, enquanto a alumina, dominante (29%), reflete a oxidação de compostos de Al durante o tratamento térmico. A hematita, identificada em picos como por exemplo no 24,4° e 33,4°, confirma reações oxidativas, e a bornita, detectada em 48,8°, sugere formação de sulfetos metálicos em condições redutoras. A sobreposição de picos (ex.: 36,12° e 37,37°) foi resolvida pelo refinamento, evidenciando a capacidade do método em descrever fases mesmo com baixa resolução ou intensidade. A presença de alumina e hematita em proporções significativas destaca a influência das condições termodinâmicas na formação de óxidos estáveis, enquanto a bornita, embora minoritária, aponta para interações entre cobre, ferro e enxofre. Esses resultados demonstram a eficácia do refinamento de Rietveld na caracterização de materiais heterogêneos, permitindo a quantificação precisa de fases cristalinas e a elucidação de mecanismos reacionais, como processos redox e decomposições térmicas, essenciais para compreender a transformação do resíduo em materiais com potencial aplicação.

Outro ponto a mencionar é a diminuição na altura dos picos observada no difratograma da amostra LG-C em comparação com a LG-B está diretamente relacionada às alterações nas condições de síntese, especialmente ao aumento da quantidade do COr utilizado como agente redutor. Quimicamente, isso reflete mudanças na cinética das reações, na formação de fases cristalinas e na morfologia dos materiais.

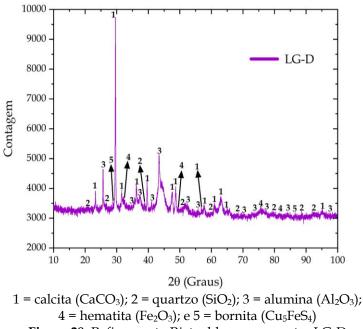
Na amostra LG-B, a menor quantidade de agentes redutores limitou a eficiência das reações de redução, o que resulta em fases cristalinas menos definidas e possivelmente em maior desordem estrutural. Isso se reflete em picos de difratograma menos intensos e mais alargados, indicando uma cristalinidade reduzida. A formação de fases como hematita e bornita pode ter sido parcial, com cristais menores ou com maior presença de defeitos, o que contribui para a menor intensidade dos picos.

Por outro lado, na amostra LG-C, o aumento na quantidade do COr proporcionou um ambiente redutor mais eficiente, promovendo reações mais completas e a formação de fases cristalinas mais bem definidas. Isso resulta em picos mais intensos e estreitos, indicando maior cristalinidade e tamanho de cristalitos. A hematita e a bornita, por exemplo, tendem a se formar de maneira mais ordenada e em maior proporção, refletindo-se em picos mais pronunciados.

A altura dos picos está correlacionada à quantidade e à qualidade cristalina das fases presentes. A redução observada na LG-B em relação à LG-C indica que a menor proporção do COr limitou a eficiência dos processos redutores, o que resulta em fases menos cristalinas, menor tamanho de cristalitos e maior heterogeneidade composição possivelmente na mineralógica. Analiticamente, esse comportamento reforça a sensibilidade do DRX às condições de síntese e a importância do refinamento de Rietveld para descrever sistemas complexos, onde múltiplas fases coexistem com graus variados de ordem estrutural. Esses resultados destacam a necessidade de otimizar a proporção de agentes redutores para obter materiais com propriedades cristalográficas desejáveis, como alta cristalinidade e homogeneidade.

Para a amostra LG-D (Figura 28), o refinamento de Rietveld apresentou a composição mineralógica composta por 16% de calcita, 29% de quartzo, 32% de alumina, 3% de bornita e 20% de hematita. Essa distribuição de fases reflete as condições específicas de síntese, em que foi utilizada uma proporção de 1:1:1. A

proporção equilibrada entre o resíduo e o agente redutor promoveu um ambiente reacional intermediário, permitindo a formação de fases cristalinas bem definidas, mas com características distintas em comparação às amostras anteriores.



**Figura 28.** Refinamento Rietveld para a amostra LG-D

A proporção de 1:1:1 de LG e COr criou um equilíbrio entre a disponibilidade de agentes redutores (provenientes da decomposição do COr) e a quantidade de óxidos metálicos presentes no LG. Essa condição permitiu reações de redução e oxidação mais controladas, resultando em uma distribuição equilibrada das fases cristalinas. A alumina, com 32%, tornou-se a fase dominante, indicando que o alumínio presente no LG foi eficientemente oxidado a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A hematita, com 20%, também se destacou, confirmando a formação de óxidos de ferro estáveis.

Em comparação com as amostras anteriores, como LG-B (1:9:1) e LG-C (1:7:3), a LG-D (1:1:1) apresentou um aumento na intensidade dos picos, especialmente para as fases de alumina e hematita. Esse aumento está relacionado à maior cristalinidade dessas fases, resultante da proporção equilibrada do COr, que favoreceu a formação de cristais maiores e mais ordenados. A calcita e o quartzo, embora presentes em menores proporções (16% e 29%, respectivamente), também

apresentaram picos mais definidos, o que indica uma melhor organização cristalina em comparação com amostras onde o COr estava em menor quantidade.

O LG-D, apresentou uma composição mineralógica equilibrada, com dominância de alumina (32%) e hematita (20%), além de quantidades de quartzo (29%) e calcita (16%). O aumento na intensidade dos picos, em comparação com amostras anteriores, demonstra a maior cristalinidade das fases formadas, resultante das condições controladas de síntese. As posições de 2θ confirmam a presença das principais fases cristalinas e destacam a importância do refinamento de Rietveld para a caracterização precisa de materiais complexos, como o LG. Esses resultados reforçam a viabilidade do reaproveitamento de resíduos industriais para a produção de materiais com propriedades controladas e valor agregado.

A análise realizada pelo *software* X'Pert HighScore Plus, com dados do refinamento de Rietveld, permitiu a determinação dos parâmetros cristalográficos das fases presentes nas amostras, como a calcita, alumina, quartzo, hematita e bornita. Esses parâmetros, como sistema cristalino, grupo espacial, parâmetros de rede (a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ), densidade calculada e medida, volume da célula unitária, número de unidades por célula (Z) e o fator de referência de intensidade relativa (RIR), são importantes para a caracterização estrutural dos materiais. Abaixo, os dados são organizados no Quadro 2:

Quadro 2. Parâmetros cristalográficos das fases identificadas

Parâmetro	Calcita	Alumina	Quartzo	Hematita	Bornita
Sistema Cristalino	Romboédrico	Romboédrico	Hexagonal	Romboédrico	Cúbico
Grupo Espacial	R-3c	R-3c	P3221	R-3c	F23
Número do grupo	167	167	154	167	196
a (Å)	4,9890	4,7580	4,9134	5,0356	5,4700
b (Å)	4,9890	4,7580	4,9134	5,0356	5,4700
c (Å)	17,0620	12,9910	5,4052	13,7489	5,4700

a (°)	90,0000	90,0000	90,0000	90,0000	90,0000
β (°)	90,0000	90,0000	90,0000	90,0000	90,0000
γ (°)	120,0000	120,0000	120,0000	120,0000	120,0000
Densidade calculada (g/cm³)	2,71	3,99	2,65	5,27	5,09
Densidade Medida (g/cm³)	2,71	4,05	2,66	5,26	-
Volume da Célula (10 <sup>6</sup> pm³)	367,78	254,70	113,01	301,93	163,67
Z	6,00	6,00	3,00	6,00	1,00
RIR	2,00	1,00	3,41	2,40	5,85

**LEGENDA**: **Grupo Espacial**: Notação que descreve a simetria espacial da estrutura cristalina. **Número do Grupo**: Código numérico associado ao grupo espacial, conforme a tabela internacional de cristalografia. **a** (Å), **b** (Å), **c** (Å): Comprimentos dos vetores da célula unitária nos eixos x, y e z, respectivamente, em angstroms (Å). **a** (°), β (°), γ (°): Ângulos entre os vetores da célula unitária (α entre b e c, β entre a e c, γ entre a e b), em graus. **Densidade Calculada (g/cm³)**: Densidade teórica da fase cristalina, calculada com base nos parâmetros da célula unitária e na massa atômica dos elementos. **Densidade Medida (g/cm³)**: Densidade experimental obtida por métodos analíticos, quando disponível. **Volume da Célula (10<sup>6</sup> pm³)**: Volume da célula unitária, expresso em picômetros cúbicos (pm³). **Z**: Número de unidades de fórmula por célula unitária. **RIR (Reference Intensity Ratio**): Fator de intensidade relativa, que compara a intensidade do pico da fase com a de um padrão de referência, utilizado para quantificação em análises de difração.

Fonte: Próprio autor

O Quadro 2 apresenta os parâmetros cristalográficos das fases identificadas, que fornecem informações sobre suas estruturas e propriedades. A calcita, alumina e hematita cristalizam no sistema romboédrico, enquanto o quartzo é hexagonal e a bornita é cúbica. Os parâmetros de rede (a, b, c) e ângulos ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) variam conforme a fase, com volumes de célula unitária e densidades calculadas e medidas que refletem a organização atômica de cada material. O número de unidades por célula (Z) e o RIR (*Reference Intensity Ratio*) indicam a contribuição relativa de cada fase no padrão de difração, o que evidencia a precisão do refinamento pelo método de Rietveld. Esses resultados demonstram a eficácia do método ao fornecer informações sobre a estrutura e as propriedades das fases cristalinas analisadas.

### 5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) permitiu a análise da superfície e da distribuição das partículas, o que possibilitou a observação detalhada da textura, do formato e da organização dos grãos com alta resolução. Essa técnica viabilizou a comparação da morfologia das amostras e forneceu dados sobre suas características estruturais.

### 5.4.1 Micrografias para as amostras LG-Bruto, LG-A e LG-B

As micrografias obtidas por MEV para a amostra LG-Bruto (Figura 29), apresentam uma morfologia heterogênea, com partículas de diferentes tamanhos e formas, além de superfícies irregulares. A presença dessas características estruturais corrobora os achados de Brasil<sup>47</sup>, que descreveu materiais com morfologias similares ao analisar o LG sem tratamento térmico ou modificação química.

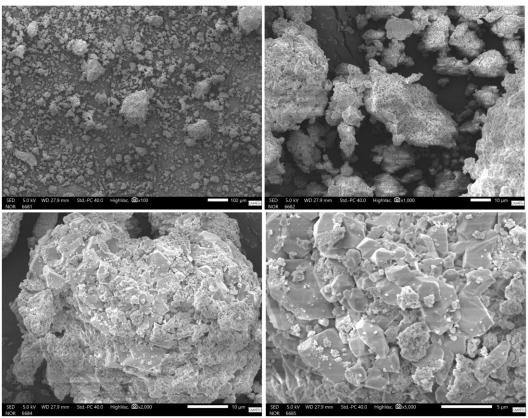


Figura 29. Micrografias para a amostra LG-Bruto

A análise das micrografias permite identificar a presença de cristais de calcita e quartzo, evidenciada por suas geometrias típicas, conforme relatado em

estudos anteriores<sup>47</sup>. A ausência de tratamento térmico na amostra LG-Bruto sugere que sua composição estrutural permanece inalterada, ou seja, uma superfície não uniforme, caracterizada por rugosidade e a presença de poros. Essa disposição estrutural pode influenciar diretamente as propriedades físico-químicas do material, como sua reatividade e comportamento frente a processos de modificação térmica ou química.

Além disso, a morfologia observada nesta pesquisa está em conformidade com os trabalhos de Brasil<sup>47</sup>, Santana<sup>44</sup> e Brasil et al.<sup>50</sup>, que também investigaram LG do PIM. Os resultados desses estudos indicam que a morfologia irregular e a heterogeneidade das partículas são características comuns desse tipo de resíduo industrial. Na análise das micrografias da amostra LG-A (Figura 30), é possível observar uma série de características morfológicas e microestruturais que apresentam a composição química e o processamento térmico ao qual a amostra foi submetida. A amostra LG-A, apresenta uma microestrutura heterogênea, com a presença de fases cristalinas e amorfas, conforme detectado no DRX.

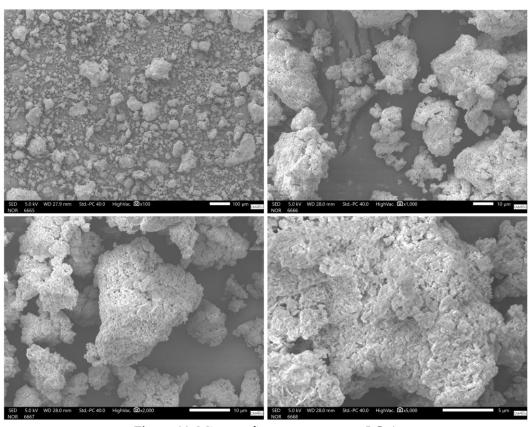


Figura 30. Micrografias para a amostra LG-A

As fases identificadas na amostra LG-A, como calcita, quartzo, alumina e hematita, apresentam definição fundamentais na morfologia observada nas micrografias. No entanto, é importante destacar que, embora essas substâncias estejam presentes e possam ser visualizadas, suas estruturas não estão completamente cristalizadas. Isso significa que, apesar de serem fases cristalinas, o processo de aquecimento ao qual a amostra foi submetida, sem a adição do COr, não permitiu a formação de cristais bem definidos ou a completa ordenação atômica característica desses materiais.

A calcita, por exemplo, que corresponde a 42% da composição da amostra de acordo com o refinamento do DRX, é uma fase que, em condições ideais, apresenta uma estrutura cristalina romboédrica bem definida. No entanto, nas micrografias da amostra LG-A, os grãos de calcita não exibem uma morfologia cristalina clara. Isso ocorre porque o aquecimento promoveu uma sinterização parcial dos grãos, o que leva à formação de uma estrutura mais compacta e menos ordenada. Além disso, a interação da calcita com outras fases, como o quartzo e a alumina, pode ter inibido o crescimento cristalino ideal, resultando em uma morfologia irregular e pouco definida. A presença de impurezas ou a formação de interfaces entre as fases também contribui para a desordem estrutural observada.

O quartzo, que representa 25% da composição de acordo com o refinamento do DRX, é uma fase que normalmente exibe uma estrutura cristalina hexagonal bem definida. Nas micrografias, é possível identificar partículas de quartzo com bordas relativamente nítidas, mas a cristalinidade não é perfeita. Isso é atribuído ao fato de que o quartzo, ao interagir com outras fases durante o aquecimento, sofreu deformações ou restrições ao crescimento cristalino. Além disso, a aglomeração de partículas, um fenômeno comum em materiais derivados de lodo galvânico, pode ter dificultado a formação de cristais bem definidos, resultando em uma morfologia mais irregular.

A alumina, que corresponde a 27% da composição de acordo com o refinamento do DRX, é uma fase que, em condições normais, apresenta uma estrutura cristalina bem definida, como a do coríndon. No entanto, nas micrografias

da amostra LG-A, as partículas de alumina aparecem com formatos irregulares e tamanhos variados, o que indica uma cristalinidade incompleta. Isso pode ser explicado pelo fato de que o aquecimento sem a adição de COr não proporcionou as condições ideais para a formação de cristais bem ordenados. A interação da alumina com outras fases, como a calcita e o quartzo, também pode ter contribuído para a desordem estrutural observada.

A hematita, é uma fase que geralmente exibe uma estrutura cristalina bem definida, com morfologia granular ou laminar. No entanto, nas micrografias, as partículas de hematita aparecem dispersas e com formatos irregulares, sugerindo uma cristalinidade incompleta. Isso é resultado do processo de aquecimento ou a falta do COr, que não permitiu a formação de cristais bem definidos, ou da interação da hematita com outras fases presentes na amostra.

A aglomeração de partículas observada nas micrografias é outro fator que contribui para a desordem estrutural. Conforme Brasil<sup>47</sup>, a imobilização dos MPT presentes no LG leva à formação de aglomerados compactos durante o processamento térmico. Esses aglomerados, embora visíveis, não apresentam uma estrutura cristalina bem definida, pois são formados por partículas de diferentes fases que interagem entre si de forma desordenada. A presença de poros na microestrutura, resultantes da liberação de gases durante o aquecimento ou da formação de interfaces entre as fases, também contribui para a desordem observada.

Embora as fases presente na amostra LG-A, possam ser visualizadas nas micrografias, suas estruturas não estão completamente cristalizadas. Isso ocorre devido ao processo de aquecimento sem a adição do COr, que não proporcionam as condições ideais para a formação de cristais bem definidos. A interação entre as diferentes fases, a aglomeração de partículas e a formação de poros também contribuem para a desordem estrutural observada.

As micrografias da amostra LG-B (Figura 31), que recebeu a adição do COr, apresentou uma microestrutura diferente daquela observada na amostra LG-A, que não tem o COr. A presença do COr, mesmo em proporção reduzida, demonstrou ser eficaz na promoção de uma maior cristalinidade e organização das

fases presentes na amostra. Isso é evidenciado pela presença de grãos maiores e mais bem definidos na micrografia da LG-B, em comparação com a LG-A, onde os grãos eram menores e menos organizados. Essa melhoria na cristalinidade é atribuída ao papel do COr como agente facilitador da reorganização atômica durante o processo de aquecimento, permitindo uma maior difusão dos átomos e a formação de estruturas cristalinas mais ordenadas.

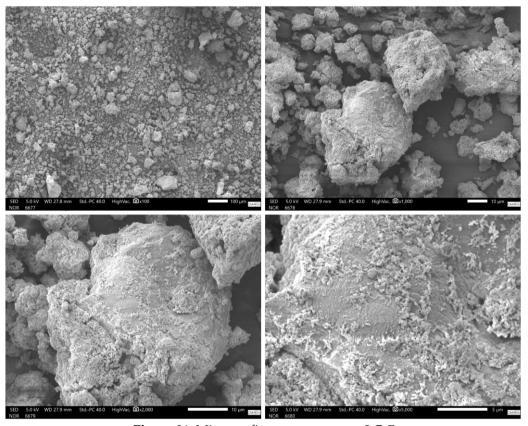


Figura 31. Micrografias para a amostra LG-B

Na micrografia da LG-B, é possível observar que os grãos maiores, que correspondem principalmente à calcita e a alumina, estão recobertos por pequenos aglomerados de outras substâncias, como a hematita e a bornita. Esses aglomerados menores, que se depositam sobre os grãos maiores, são resultado da interação entre as diferentes fases durante o processo de aquecimento, mediado pelo COr. A calcita, por exemplo, que é uma fase carbonatada, pode ter reagido com o COr para formar intermediários orgânicos que atuaram como sítios de nucleação para a formação de cristais maiores e mais organizados. A alumina, por sua vez, que é uma fase refratária, manteve sua integridade estrutural, mas a presença do COr facilitou a

formação de interfaces mais definidas entre os grãos, resultando em uma morfologia mais homogênea.

A hematita, uma fase óxida do ferro, possui uma estrutura cristalina do tipo romboédrica. A presença do COr parece ter favorecido a formação de cristais de hematita mais bem definidos, com uma morfologia granular ou laminar. A bornita, também apresenta uma estrutura cúbica e é identificada nas micrografias como pequenos aglomerados dispersos sobre os grãos maiores. A formação da bornita é explicada pela reação entre o Cu presentes no LG, mediada pelo COr, que atuou como agente redutor e facilitador da difusão atômica.

Quimicamente, a adição do COr promoveu reações que contribuíram para a melhoria da cristalinidade da amostra. Durante o aquecimento, o COr pode ter se decomposto, liberando gases redutores, como CO e H<sub>2</sub>, que reagiram com os óxidos metálicos presentes no LG, reduzindo-os a metais ou sulfetos.

Apesar da melhoria na cristalinidade, a amostra LG-B não apresenta uma magnetização significativa. Isso pode ser explicado pela presença predominante de fases não magnéticas, como a calcita e a alumina, que não contribuem para a magnetização do material. Além disso, mesmo as fases magnéticas, como a hematita e a bornita, estão presentes em proporções relativamente baixas e podem não estar suficientemente organizadas para gerar uma magnetização efetiva. A hematita, por exemplo, é um material antiferromagnético em temperatura ambiente, o que significa que seus momentos magnéticos estão alinhados de forma antiparalela, o que resulta em uma magnetização quase nula. A bornita, é paramagnético, que só exibe magnetização na presença de um campo magnético externo.

É importante destacar que, embora a amostra LG-B não seja tão magnética quanto poderia ser, a adição do COr foi eficaz na formação de cristais magnéticos, como a hematita e a bornita, que não estavam presentes na amostra LG-A. Isso sugere que o COr foi eficiente na formação dessas fases magnéticas, mesmo que sua contribuição para a magnetização total da amostra seja limitada. A ausência de magnetização na amostra LG-A, que não continha o COr, pode ser atribuída à

falta de formação dessas fases magnéticas, bem como à desordem estrutural observada nas micrografias.

## 5.4.2 Micrografias das amostras LG-C e LG-D

A análise da micrografia da amostra LG-C (Figura 32) apresenta uma microestrutura altamente cristalina e bem definida, o que é atribuído à eficiência da adição do COr durante o processamento térmico. Em comparação com a amostra LG-B, que apresentava aglomerados de partículas menores e uma morfologia menos homogênea, a LG-C exibe grãos maiores, com superfícies lisas e uma redução na quantidade de poros e fendas superficiais. Essa melhoria na morfologia é resultado direto da ação do COr, que atuou como um agente cimentante e fundente, o que promove a reorganização atômica e a formação de estruturas cristalinas mais estáveis e compactas durante o tratamento térmico.

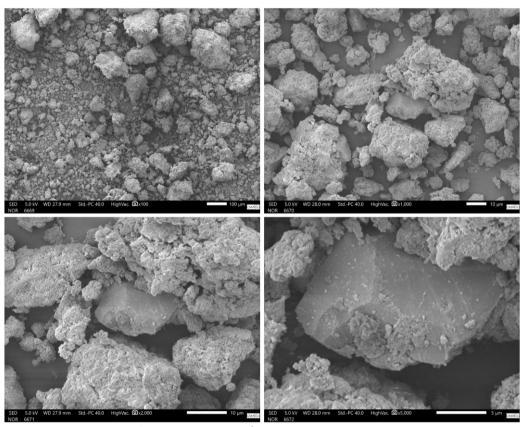


Figura 32. Micrografias para a amostra LG-C

A presença de grãos bem definidos e aplainados na micrografia da LG-C sugere que o COr proporcionou um ambiente mais eficiente para a difusão atômica

e a nucleação de cristais. Durante o aquecimento a 600 °C, o COr decompôs-se, liberando gases redutores, que reagiram com os óxidos metálicos presentes no LG. Essas reações de redução foram responsáveis pela formação de fases cristalinas bem definidas, como a hematita e a bornita. A presença dessas fases magnéticas, aliada à redução de defeitos estruturais, como poros e fendas, contribuiu para a melhoria das propriedades magnéticas da amostra LG-C.

A alumina, que é uma fase refratária, manteve sua integridade estrutural durante o tratamento térmico, mas a presença do COr facilitou a formação de interfaces mais definidas entre os grãos, o que resulta em uma microestrutura mais compacta e homogênea. A presença da alumina foi confirmada tanto pelo DRX e pelo FRX, que identificaram picos bem definidos correspondentes a essa fase.

Quimicamente, a adição do COr promoveu uma série de reações para a formação das fases cristalinas observadas na micrografia. A eficiência do COr na formação de estruturas cristalinas bem definidas também pode ser atribuída ao seu papel como agente fundente. Durante o tratamento térmico, o COr promoveu a formação de uma fase líquida transitória, que facilitou a difusão atômica e a reorganização das fases cristalinas. Essa fase líquida atuou como um meio de transporte para os átomos, permitindo a formação de grãos maiores e mais compactos, com menor quantidade de poros e fendas superficiais.

A melhoria nas propriedades magnéticas da amostra LG-C pode ser explicada pela presença de fases magnéticas bem definidas, como a hematita e a bornita, que foram formadas de maneira mais eficiente devido à ação do COr. A hematita, embora seja antiferromagnética em temperatura ambiente, pode apresentar propriedades magnéticas significativas quando presente em uma microestrutura bem organizada e compacta. A bornita, por sua vez, é um material paramagnético que contribui para a magnetização total da amostra na presença de um campo magnético externo. Além disso, a redução de defeitos estruturais, como poros e fendas, também contribuiu para a melhoria das propriedades magnéticas, uma vez que esses defeitos podem atuar como barreiras para a magnetização.

Outro aspecto importante a ser destacado é a eficiência energética do processo de tratamento térmico utilizado para a amostra LG-C. Enquanto estudos anteriores, como o de Brasil<sup>47</sup>, relata a necessidade de temperaturas de 1200 °C por 3 horas para obter materiais magnéticos (MM) com propriedades semelhantes, a amostra LG-C alcançou uma magnetização comparável com um tratamento térmico a 600 °C por apenas 2 horas. Essa redução na temperatura e no tempo de processamento pode ser atribuída à ação do COr, que atuou como um catalisador, o que acelera as reações químicas e a formação de fases cristalinas.

A micrografia da amostra LG-C apresentou uma microestrutura altamente cristalina e bem definida, com grãos maiores, superfícies lisas e uma redução na quantidade de poros e fendas. Essa melhoria na morfologia e nas propriedades magnéticas pode ser atribuída à ação eficiente do COr. A presença da alumina como fase cimentante contribuiu para a formação de uma microestrutura compacta e homogênea. A eficiência energética do processo, que permitiu a obtenção de um material magnético com propriedades superiores em condições menos severas, destaca o potencial do COr como um agente facilitador na síntese de materiais avançados.

A análise da micrografia da amostra LG-D (Figura 33), apresentou um comportamento magnético semelhante ao da amostra LG-C, porém com uma atração magnética mais intensa. Esse resultado demonstra que a presença do COr é fundamental no processo de síntese a seco para a produção de materiais magnéticos, pois na amostra LG-D utilizou-se 1:1:1. A proporção equilibrada entre LG e COr na amostra LG-D permitiu uma otimização na organização estrutural, ou seja, grãos maiores e uma morfologia mais homogênea em comparação com as outras amostras. Isso evidencia que uma quantidade maior de COr não apenas melhora a qualidade do magnetismo do material sintetizado, mas também influencia diretamente a morfologia e a estrutura das substâncias presentes.

Na micrografia da LG-D, observa-se que os grãos são maiores e mais bem definidos do que nas amostras anteriores, como a LG-C. Essa melhoria na morfologia pode ser atribuída ao COr, que promoveu uma maior difusão atômica

durante o tratamento térmico, acarretando na formação de cristais maiores e mais compactos. A superfície dos grãos apresenta-se mais lisa e com uma redução acentuada na quantidade de poros, o que indica uma maior densificação do material. Essa densificação é resultado da ação do COr, que atuou como um meio de transporte para os átomos, permitindo a formação de interfaces mais definidas entre as fases cristalinas e a redução de defeitos estruturais, como fendas e poros.

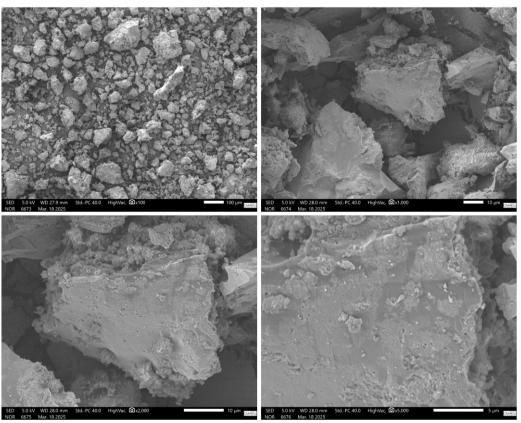


Figura 33. Micrografias para a amostra LG-D

A presença de uma quantidade maior de COr também influenciou a formação de fases vítreas na amostra LG-D. Essas fases vítreas, que são relativas à presença de óxidos de metais alcalinos e alcalinos terrosos presentes no LG, contribuíram para a formação de uma microestrutura mais compacta e homogênea. Quimicamente, a ação do COr na amostra LG-D pode ser explicada por uma série de reações que ocorreram durante o tratamento térmico. A formação dessas fases magnéticas, aliada à redução de defeitos estruturais, como poros e fendas, contribuiu para a melhoria das propriedades magnéticas da amostra LG-D.

Dessa forma, a micrografia da amostra LG-D apresenta uma microestrutura altamente cristalina e bem definida, com grãos maiores, superfícies lisas e uma redução significativa na quantidade de poros e fendas. Essa melhoria na morfologia e nas propriedades magnéticas pode ser atribuída à ação eficiente do COr, que atuou como agente redutor durante o tratamento térmico. As reações químicas mediadas pelo COr, como a redução da hematita e a formação de bornita, foram fundamentais para a formação de fases magnéticas bem definidas. Além disso, a presença de fases vítreas, formadas a partir da reação entre os óxidos de metais alcalinos e alcalinos terrosos presentes no LG e o COr, contribuiu para a formação de uma microestrutura compacta e homogênea. A melhoria nas propriedades magnéticas da amostra LG-D, em comparação com as amostras anteriores, destaca o potencial do COr como um agente facilitador na síntese de materiais magnéticos avançados.

## 5.5 Fertilização do Solo Amazônico (SA) com MM

De acordo com os resultados das análises, foi elaborado o Quadro 3, que apresenta de forma organizada os dados comparativos entre o SA e o SA-MM. Esse quadro apresenta detalhadamente as mudanças nos parâmetros químicos do solo, facilitando a interpretação dos efeitos da aplicação do MM. A seguir, são apresentados os resultados de forma comparativa:

Quadro 3. Resultado das análises Químico do SA e do SA-MM

Análise Química					
D	terminações Unidades Valor	SA		SA-MM	
Determinações		Classe	Valor	Classe	
<b>pH</b> - Acidez ativa (CaCl <sub>2</sub> )	-	4.05	Muito alta	8,01	Muito Baixa
<b>H+Al</b> - Acidez potencial (SMP)	cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	7,94	Alta	0,61	Muito Baixa
Al - Alumínio (KCl)	cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	1,90	Alto	0,02	Muito Baixo
<b>Ca</b> - Cálcio (KCl)	cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	0,30	Muito Baixo	31,50	Muito Bom
<b>Mg</b> - Magnésio (KCl)	cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	0,15	Muito Baixo	5,10	Muito Bom

<b>K</b> - Potássio (Mehlich-1)	mg dm-3	23,00	Baixo	70,00	Médio
<b>P</b> - Fósforo (Mehlich-1)	mg dm-3	4,00	Baixo	170,00	Muito Bom
SB - Soma de bases	cmol <sub>c</sub> dm-3	0,54	Muito Baixo	39,30	Muito Bom
T – Cap. de troca cátions a pH 7	cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup>	8,48	Médio	39,91	Muito Bom
t - Cap. de troca cátions efetiva	cmol <sub>c</sub> dm-3	2,44	Médio	39,32	Muito Bom
V - Saturação por bases	%	6,37	Muito Baixo	98,47	Muito Bom
<b>m</b> – Saturação por alumínio	%	77,87	Muito Alta	0,05	Muito Baixo
<b>pHSMP</b> – (tampão SMP)	-	5,40	-	7,84	-
Na - (Sódio)	mg dm-3	6,00	-	580,00	-

Fonte: próprio autor

A análise química do SA evidenciou características típicas de solos ácidos e de baixa fertilidade, com um pH em CaCl<sub>2</sub> de 4,05, o que indica uma alta acidez ativa. Esse valor de pH está associado à presença de íons H<sup>+</sup> em concentrações elevadas, o que pode limitar a disponibilidade de nutrientes essenciais para as plantas, como fósforo (P), cálcio (Ca) e magnésio (Mg). Na amostra SA-MM, o pH de 8,01 é classificado como muito baixo, ou seja, um solo alcalino. Esse aumento no pH é atribuído à presença de calcita, que atua como um corretivo natural da acidez do solo, liberando íons de cálcio (Ca<sup>2+</sup>) e carbonatos (CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) que neutralizam a acidez. A calcita, identificada nos difratogramas de todas as amostras, têm seu papel na regulação do pH do solo. Sua capacidade de neutralizar a acidez é evidenciada pelo aumento do pH na amostra SA-MM, onde a calcita parece ter sido mais efetiva.

A acidez potencial (H+Al) de 7,94 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> confirma a presença de uma alta reserva de íons de hidrogênio e alumínio trocáveis, que são liberados gradualmente no solo, mantendo-o ácido. A concentração de alumínio (Al) de 1,90 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> é particularmente preocupante, pois o Al<sup>3+</sup> em solução causa toxicidade às plantas, inibindo o crescimento radicular e a absorção de nutrientes. Esse fenômeno é comum em solos ácidos, onde o Al se solubiliza em formas tóxicas,

competindo com cátions como Ca<sup>2+</sup> e Mg<sup>2+</sup> pelos sítios de troca no complexo coloidal do solo.

O alto teor de óxido de cálcio (CaO – 23,18%, evidenciado pelo FRX) no MM (LG-B) é um dos principais responsáveis pelo aumento do pH do solo de 4,05 para 8,01. O CaO reage com a água e os íons H<sup>+</sup> presentes no solo, liberando íons Ca<sup>2+</sup> e OH<sup>-</sup>, que neutralizam a acidez e elevam o pH. Esse processo também contribui para a redução da concentração de alumínio trocável (Al<sup>3+</sup>), que caiu de 1,90 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> para 0,02 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>. A neutralização da acidez e a imobilização do Al são essenciais para eliminar a toxicidade do solo e criar condições favoráveis ao desenvolvimento das plantas.

Os baixos teores de cálcio (0,30 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>) e magnésio (0,15 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>) da análise do solo, trata-se uma deficiência crítica desses nutrientes, que são essenciais para a estruturação do solo e o metabolismo das plantas. O potássio (K), com 23,00 mg dm<sup>-3</sup>, e o fósforo (P), com 4,00 mg dm<sup>-3</sup>, também estão em níveis insuficientes, o que limita a capacidade produtiva do solo. A soma de bases trocáveis (SB) de 0,54 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> é muito baixa, indicando uma escassez de cátions básicos (Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>) no complexo de troca. A capacidade de troca catiônica (CTC) a pH 7 (T) de 8,48 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> e a CTC efetiva (t) de 2,44 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> são classificadas como médias, mas ainda insuficientes para sustentar uma agricultura produtiva. A saturação por bases (V) de 6,37% confirma a predominância de elementos ácidos no solo, enquanto a saturação por alumínio (m) de 77,87% reforça a toxicidade do Al<sup>3+</sup>, que pode inibir o desenvolvimento das plantas.

A adição de MM ao SA-MM mostrou uma transformação química significativa. O pH aumentou para 8,01, indicando uma neutralização da acidez do solo. Esse efeito pode ser atribuído à capacidade do MM em liberar íons básicos, como Ca²+ e Mg²+, que reagem com os íons H+ e Al³+, neutralizando a acidez. A acidez potencial (H+Al) reduziu para 0,61 cmol<sub>c</sub> dm⁻³, e a concentração de alumínio (Al) caiu para 0,02 cmol<sub>c</sub> dm⁻³, praticamente eliminando a toxicidade do Al³+. Esse fenômeno pode ser explicado pela formação de compostos insolúveis de Al, como hidróxidos de alumínio (Al(OH)₃), que precipitam e são imobilizados no solo.

Os teores de Ca (31,50 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>) e Mg (5,10 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>) aumentaram, ou seja, o MM atua como uma fonte desses nutrientes. O Ca e o Mg são fundamentais para a estruturação do solo, a divisão celular e a fotossíntese das plantas. O potássio (K) aumentou para 70,00 mg dm<sup>-3</sup>, e o fósforo (P) para 170,00 mg dm<sup>-3</sup>, sugerindo que o MM também contribui para a disponibilização desses nutrientes. O fósforo, em particular, é frequentemente fixado em solos ácidos na forma de fosfatos de Al e Fe, que são insolúveis. A adição de MM pode ter liberado o fósforo fixado, aumentando sua disponibilidade para as plantas.

A soma de bases trocáveis (SB) aumentou para 39,30 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>, uma maior disponibilidade de cátions básicos. A capacidade de troca catiônica (CTC) a pH 7 (T) e a CTC efetiva (t) também aumentaram para 39,91 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> e 39,32 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>, respectivamente, indicando uma maior capacidade do solo em reter e disponibilizar nutrientes. A saturação por bases (V) aumentou para 98,47%, enquanto a saturação por alumínio (m) caiu para 0,05%, confirmando a eliminação da toxicidade do Al<sup>3+</sup> e a predominância de cátions básicos no complexo de troca.

Quimicamente, o MM atua como um corretivo de solo, neutralizando a acidez e liberando nutrientes essenciais. Sua composição magnética pode facilitar a interação com íons no solo, promovendo a retenção e a liberação controlada de nutrientes. Além disso, o MM pode ter um efeito catalítico, acelerando reações químicas que transformam formas insolúveis de nutrientes em formas disponíveis para as plantas.

A presença de óxidos e elementos no MM, como CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub> e NiO, tratam de elementos fundamentais na correção da acidez, na redução da toxicidade do Al e no aumento da disponibilidade de nutrientes no solo. Esses componentes atuam de forma sinérgica, promovendo uma melhoria nas propriedades químicas do solo, como é apresentado nos resultados das análises comparativas entre o SA e o SA-MM.

Ao correlacionar esses dados das análises de solo com o FRX, o CaO, os óxidos de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 8,54%) e alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 17,12%) presentes no MM também é fundamental na correção do solo. Esses óxidos podem formar compostos

insolúveis com o alumínio trocável, reduzindo sua disponibilidade e toxicidade. Além disso, eles contribuem para a retenção de fósforo (P), aumentando sua disponibilidade no solo de 4,00 mg dm<sup>-3</sup> para 170,00 mg dm<sup>-3</sup>. O fósforo, que frequentemente é fixado em solos ácidos na forma de fosfatos de Al e Fe, é liberado e disponibilizado para as plantas, melhorando a fertilidade do solo.

O dióxido de silício (SiO<sub>2</sub> – 9,05%) presente no MM, embora não seja um nutriente necessário para as plantas, pode melhorar a estrutura física do solo, aumentando sua porosidade e capacidade de retenção de água. Isso contribui indiretamente para a melhoria da fertilidade, criando um ambiente mais favorável ao crescimento das raízes e à absorção de nutrientes. Já o óxido de níquel (NiO – 35,79%), que é o componente majoritário do MM, pode ter um papel importante na retenção de nutrientes e no aumento da capacidade de troca catiônica (CTC) do solo. A CTC do SA-MM aumentou, passando de 8,48 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup> para 39,91 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>, isso significa, uma maior capacidade do solo em reter e disponibilizar nutrientes para as plantas.

Um aspecto que merece atenção é o aumento do sódio (Na) no SA-MM, que passou de 6,00 mg dm<sup>-3</sup> para 580,00 mg dm<sup>-3</sup>. Esse aumento pode estar relacionado à presença de cloro (Cl) no MM, que pode formar cloreto de sódio (NaCl) no solo. O excesso de sódio pode levar à salinização do solo, prejudicando sua estrutura e a absorção de nutrientes pelas plantas.

A composição química do MM, determinada por FRX, corrobora os resultados observados no SA após sua aplicação. Os óxidos presentes no MM atuam de forma sinérgica para neutralizar a acidez, reduzir a toxicidade do alumínio e aumentar a disponibilidade de nutrientes essenciais, como cálcio, magnésio e fósforo. No entanto, a presença de elementos potencialmente tóxicos e o aumento do sódio destacam a necessidade de monitoramento e avaliação contínua dos efeitos do MM no solo e no meio ambiente. Todavia, o MM demonstra um potencial promissor para ser utilizado como corretivo de solo e fertilizante, contribuindo para a sustentabilidade agrícola e ambiental.

O NiO, identificado por meio das análises de FRX e DRX, foi detectado como um dos constituintes presentes nas amostras analisadas. Apesar de sua presença quantitativa, os resultados de DRX indicam que o NiO se encontra em sua forma cristalina estável, o que sugere uma estrutura ordenada e bem definida. Essa estabilidade estrutural implica que o óxido de níquel não está em uma forma amorfa ou reativa, mas sim incorporado de maneira consolidada na matriz do material, o que pode influenciar diretamente suas propriedades físico-químicas e seu comportamento em diferentes aplicações.

A análise química do solo, quando correlacionada com os resultados do refinamento de Rietveld que identificou a calcita, alumina, quartzo, hematita e bornita, demonstra dados importantes entre a composição mineralógica e as propriedades químicas do solo. A alumina está relacionada à redução do alumínio trocável (Al) na amostra SA-MM, onde o valor foi muito baixo (0,02 cmol<sub>c</sub>/dm³), indicando menor toxicidade do alumínio. A hematita e a bornita, embora presentes, não mostram uma correlação direta com os parâmetros de fertilidade analisados. Já o quartzo, embora identificado, não influencia diretamente os resultados químicos, pois é quimicamente inerte. Assim, a calcita e a alumina são as fases que mais impactam as propriedades do solo, com a calcita atuando na correção da acidez e na disponibilidade de cálcio e magnésio, enquanto a alumina contribui para a redução da toxicidade do alumínio, melhorando a qualidade química do solo.

Além da análise química, também foi realizada a análise física do SA e do SA-MM, conforme apresentado no Quadro 4 abaixo:

Quadro 4. Resultado das análises Físico do SA e do SA-MM

Análise Física				
Determinações	Unidades	Valores		
		SA	SA-MM	
Umidade Atual	%	0,0	0,0	
Densidade	g cm <sup>-3</sup>	0,0	0,0	
Areia	%	10,4	40,8	
Silte	%	15,4	38,2	
Argila	%	74,2	21,0	
Textura	-	MA	M	

MA = muito argilosa

M = Média

Observa-se que tanto SA quanto SA-MM apresentaram umidade atual igual a 0%, bem como a densidade. Esse resultado pode ser consequência do método de secagem aplicado antes da caracterização, o que influencia diretamente a reatividade dos materiais em diferentes processos.

Em relação à distribuição granulométrica, há uma diferença na composição entre SA e SA-MM. A amostra SA apresentou uma fração predominante de argila (74,2%), seguida por silte (15,4%) e uma menor proporção de areia (10,4%), conferindo-lhe uma textura muito argilosa (MA). Essa composição trata-se de um material com alta capacidade de retenção de água e baixa permeabilidade, o que influencia seu comportamento em processos industriais ou ambientais.

Já a amostra SA-MM demonstrou uma modificação expressiva na sua granulometria após o processamento. O teor de argila foi reduzido para 21,0%, enquanto o silte aumentou para 38,2% e a areia para 40,8%. Como consequência dessa redistribuição, a textura do material foi classificada como média (M), indicando uma menor coesão entre as partículas e, possivelmente, um comportamento mais favorável para aplicações que demandem maior drenagem e menor compactação.

Essas variações nos parâmetros físicos estão associadas a transformações estruturais induzidas durante o tratamento do material. A redução da fração argilosa na amostra SA-MM indica que o processo empregado promove a quebra de partículas menores, ou seja, em um aumento proporcional das frações de silte e areia. Esse efeito impacta as propriedades como a plasticidade, a reatividade química e a aplicação do material em processos tecnológicos, como a síntese de novos materiais ou sua reutilização em diferentes contextos industriais.

Dessa forma, a análise física indica que o processamento aplicado ao SA resultou em mudanças importantes na composição granulométrica do material, o que pode ter implicações diretas em sua aplicação prática. Estudos complementares podem ser conduzidos para avaliar como essas alterações afetam as propriedades

mecânicas, térmicas e químicas do SA-MM, possibilitando uma melhor compreensão de seu potencial de uso.

Dessa forma, esses resultados sugerem que o MM, que normalmente é descartado como resíduo em aterros, tem um potencial para ser reaproveitado como fertilizante e corretivo de solo. Sua capacidade de neutralizar a acidez, reduzir a toxicidade do Al e aumentar a disponibilidade de nutrientes pode revolucionar o manejo de solos ácidos e de baixa fertilidade, como os encontrados na Amazônia. Além disso, o uso do MM na agricultura pode contribuir para a sustentabilidade ambiental, reduzindo a dependência de insumos químicos convencionais e promovendo o reaproveitamento de resíduos.

No entanto, é importante investigar os efeitos de longo prazo do MM sobre a microbiota do solo, a lixiviação de nutrientes e o crescimento das plantas em condições de campo. A combinação do MM com práticas de manejo sustentável, como a rotação de culturas e a integração lavoura-pecuária-floresta, pode maximizar seus benefícios para a agricultura e o meio ambiente. Outrossim, o MM representa uma solução inovadora e sustentável para a fertilização de solos, transformando um resíduo em um recurso valioso para a agricultura e a preservação dos ecossistemas amazônicos.

A utilização do LG para a síntese de MM, que posteriormente pode ser aplicada na correção da fertilidade do SA, representa uma estratégia inovadora e alinhada aos princípios da Economia Circular (EC). Ao transformar um resíduo industrial, que tradicionalmente seria descartado, em um recurso valioso para a agricultura, essa abordagem não apenas reduz o impacto ambiental associado ao descarte inadequado do LG, mas contribui para a recuperação de solos degradados na Amazônia. A incorporação de MM derivados do LG promove a melhoria das propriedades físicas e químicas do solo, favorecendo o crescimento vegetal e a sustentabilidade agrícola na região. Dessa forma, essa prática integra a gestão de resíduos, a inovação tecnológica e a conservação ambiental, exemplificando como a EC pode gerar benefícios econômicos, sociais e ecológicos de forma simultânea.

### 5.5.1 Aplicação do MM na Melhoria da Fertilidade do SA

A melhoria da fertilidade do SA após a adição do MM sintetizado (LG-C) pode ser explicada com base nas reações químicas e nas interações físicas que ocorrem entre os componentes do LG-C e o solo. O LG-C resultou em um material contendo óxidos e outros compostos detectados por FRX e DRX, como CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiO<sub>2</sub>, CuO, TiO<sub>2</sub>, NiO, calcita, quartzo, hematita e bornita. Essas substâncias são importantes para a melhoria das propriedades químicas e físicas do solo.

• Neutralização da Acidez do Solo (Aumento do pH): O solo amazônico originalmente apresentava um pH ácido de 4,0, o que é comum em solos tropicais devido à lixiviação de bases e à presença de ácidos orgânicos. A adição do LG-C, que contém óxido de cálcio (CaO) e calcita (CaCO<sub>3</sub>), promoveu a neutralização da acidez do solo. O CaO reage com a água formando hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>), que é uma base forte:

$$CaO + H_2O \rightarrow Ca(OH)_2$$

O hidróxido de cálcio, por sua vez, neutraliza os íons H<sup>+</sup> presentes no solo, aumentando o pH:

$$Ca(OH)_2 + 2H^+ \rightarrow Ca^{+2} + 2H_2O$$

Além disso, a calcita (CaCO<sub>3</sub>) também contribui para a neutralização da acidez por meio da seguinte reação:

$$CaCO_3 + 2H^+ \rightarrow Ca^{2+} + CO_2 + H_2O$$

Essas reações explicam o aumento do pH do solo de 4,05 para 8,01 após a adição do LG-C.

• Aumento da Disponibilidade de Nutrientes: A presença de óxidos como CaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CuO no LG-C contribuiu para o aumento da disponibilidade de nutrientes no solo. O cálcio (Ca<sup>2+</sup>) liberado pelas reações de neutralização é um nutriente importante para as plantas, pois essa substância participa da formação da parede celular e da regulação de processos fisiológicos. O aumento da concentração de cálcio de 0,30 para 31,50 mg dm<sup>-3</sup> trata-se da substância em suas forma de CaO e da calcita.

A CTC aumentou de 8,48 para 39,91 cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>, ou seja, o solo passou a reter mais cátions trocáveis, como Ca<sup>2+</sup>,  $Mg^{2+}$ ,  $K^+$  e  $NH_4^+$ . Isso ocorre porque os óxidos de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e ferro ( $Fe_2O_3$ ) presentes no LG-C possuem cargas superficiais que absorvem esses cátions, o que melhora a retenção e disponibilidade de nutrientes para as plantas.

Liberação de Micronutrientes: A presença de óxidos como CuO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
 e NiO no LG-C fornece micronutrientes para as plantas. O cobre (Cu<sup>2+</sup>), por exemplo, é liberado pela dissolução do CuO:

$$CuO + 2H^+ \rightarrow Cu^{2+} + H_2 O$$

O cobre é um micronutriente importante, envolvido em processos enzimáticos e na fotossíntese. Da mesma forma, o ferro  $(Fe^{3+})$  é liberado pela dissolução da hematita  $(Fe_2O_3)$ :

$$Fe_2O_3 + 6H^+ \rightarrow 2Fe^{3+} + 3H_2O$$

O ferro torna-se importante para a síntese de clorofila e para o transporte de elétrons na fotossíntese. O níquel (Ni²+), liberado pela dissolução do NiO, também é um micronutriente importante, participando de processos metabólicos nas plantas.

• Alteração da Textura do Solo: A adição do LG-C alterou a textura do solo, reduzindo a argila (de 74,2% para 21,0%) e aumentando o silte (de 15,4% para 38,2%). Essa mudança pode ser explicada pela formação de agregados estáveis devido à presença de óxidos e carbonatos no LG-C. Os óxidos de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) atuam como cimentantes, o que promove a agregação das partículas do solo e melhora sua estrutura. Isso resulta em um solo mais poroso e aerado, o que favorece a infiltração de água.

A fertilidade do SA após a adição do LG-C (1:7:3) pode ser atribuída a uma combinação de reações químicas e interações físicas. Esses efeitos são de grande relevância para a Química do Solo, uma vez que a identificação e quantificação das substâncias químicas presentes no LG-C, bem como o entendimento de suas interações com o solo, foram fundamentais para compreender e implementar técnicas eficazes de melhoria da fertilidade do SA. O

LG-C atua como um condicionante do solo, o que promove a melhoria de suas propriedades químicas e físicas e, consequentemente, aumentando sua fertilidade.

### 5.6 Estudo da relação custo-benefício do LG na EC

A utilização do LG na produção de MM em grande escala apresenta-se como uma solução viável tanto do ponto de vista técnico quanto econômico, além de alinhar-se aos princípios da EC e aos ODS da ONU. A análise dos custos envolvidos no processo demonstra que a aquisição do LG, como matéria-prima para a síntese de materiais, é uma alternativa economicamente viável e ambientalmente sustentável. A análise na literatura, demonstram que o uso do LG pode reduzir significativamente os custos associados à aquisição de matérias-primas convencionais e ao tratamento de resíduos, ao mesmo tempo em que promove a reutilização de um material que, de outra forma, seria descartado em aterros ou incinerado, gerando impactos ambientais negativos.

A relação custo-benefício do LG na síntese de MM é particularmente positiva, desde que sejam implementadas técnicas adequadas para a manipulação e o processamento desses resíduos. O LG, que contém metais como Cu, Cr e Ni em sua composição, pode ser transformado em materiais de alto valor agregado, como os espinélios, que possuem aplicações em diversas indústrias, incluindo a construção civil, a eletrônica e a catalítica. Essa transformação não apenas reduz os custos de produção, mas diminui a dependência de matérias-primas, que são cada vez mais escassas e caras.

Do ponto de vista econômico, a utilização do LG como matéria-prima representa uma redução direta nos custos de aquisição de insumos. Por exemplo, os custos envolvidos no processo demonstram que a aquisição do LG, considerando o valor de R\$ 1.950,00 por 20 toneladas, conforme registrado no portal "Leilão Online" em 2017, é economicamente atrativa. Esse valor, quando comparado aos custos de métodos tradicionais de destinação de resíduos, como aterros industriais (R\$ 270,00 por tonelada) ou incineração (R\$ 3.500,00 a R\$ 10.000,00 por tonelada), demonstra uma vantagem significativa. Além disso, o processo de síntese de MM,

que utiliza o COr na proporção de 1:1, demanda 20 toneladas de COr para processar 20 toneladas de LG, o que também se mostra factível em termos de custo e disponibilidade de matéria-prima. Dessa forma, o processamento do LG para a síntese de espinélios envolve custos energéticos relativamente baixos, como o uso de muflas para tratamento térmico, que podem ser otimizados para maximizar a eficiência do processo.

O custo energético do processo, calculado com base no uso de uma mufla de 5500W (5,5 kW) operando por 2 horas, resulta em um gasto de R\$ 9,90 por ciclo, considerando uma tarifa de R\$ 0,90 por kWh. Esse valor é relativamente baixo quando comparado aos benefícios gerados pela reutilização do LG, que incluem a redução de resíduos destinados a aterros e a diminuição da necessidade de extração de matérias-primas virgens. A síntese de MM a partir do LG não apenas reduz os custos associados à destinação de resíduos, mas também contribui para a minimização de impactos ambientais, como a contaminação do solo e a emissão de gases poluentes, comuns em métodos como a incineração.

Do ponto de vista da EC, o reaproveitamento do LG como matéria-prima para a produção de MM representa um avanço significativo na gestão de resíduos industriais. Ao invés de ser descartado em aterros ou incinerado, o LG é reinserido no ciclo produtivo, gerando valor econômico e ambiental. Essa prática está em sintonia com o ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis), que visa promover a eficiência no uso de recursos naturais e a redução de resíduos, e com o ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), que incentiva o desenvolvimento de tecnologias sustentáveis e a modernização industrial.

Mattos<sup>109</sup> relata que a destinação do LG apresenta um custo, estocagem (300,00 R\$), Aterro industrial (270,00 R\$), incineração (3.500,00 a 10.000,00 R\$), plasma térmico (1.800,00 a 2.000,00 R\$), Microencapsulamento (forno de cimento) (420,00) e Reciclagem (transformação em óxidos e sais metálicos) (440,00 R\$), ao analisar o comparativa dos custos de destinação de resíduos, apresentada na, reforça a viabilidade econômica do processo proposto. Enquanto métodos como plasma térmico e microencapsulamento custam entre R\$ 1.800,00 e R\$ 420,00 por

tonelada, respectivamente, a síntese de MM utilizando LG e Cor apresenta custos inferiores, especialmente quando considerada a reutilização do resíduo como matéria-prima. Além disso, o processo proposto oferece a vantagem de transformar um passivo ambiental (o LG) em um produto com valor agregado (MM), o que pode gerar receitas adicionais para a indústria.

Outro aspecto relevante é o potencial de escalabilidade do processo. A produção de MM em grande escala a partir do LG pode ser facilmente adaptada para diferentes contextos industriais, desde que haja disponibilidade de LG e infraestrutura adequada para a síntese. Isso abre perspectivas para a replicação do processo em outras regiões, contribuindo para a disseminação de práticas sustentáveis na indústria.

Diante de tudo, a utilização do LG na produção de MM em grande escala é uma alternativa viável e sustentável para a gestão de resíduos industriais. O processo não apenas reduz os custos associados à destinação de resíduos, mas também contribui para a promoção da EC e o alcance dos ODS da ONU. A síntese de MM a partir do LG representa uma solução inovadora que combina benefícios econômicos e ambientais, fortalecendo a competitividade da indústria e promovendo práticas mais sustentáveis no setor industrial.

#### 6. CONCLUSÃO

Este estudo demonstrou a viabilidade de transformar o LG, gerado no PIM, em MM com potencial aplicação na melhoria da fertilidade do SA. A síntese de MM a partir do LG, um resíduo industrial de alto risco ambiental, foi realizada com eficiência, a 600 °C por 2 horas. As análises de FRX e DRX, complementadas pelo refinamento de Rietveld, detectaram a presença de óxidos metálicos, como Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, NiO e CuO, além de fases magnéticas, como a hematita e a bornita. A MEV confirmou a morfologia e a distribuição homogênea das partículas magnéticas, evidenciando a eficácia do processo de síntese.

A aplicação dos MM sintetizados no SA mostrou-se promissora para a correção da fertilidade do solo. A mistura LG-C demonstrou bons resultados na

melhoria das propriedades físicas e químicas do solo, atuando como condicionante, o que pode promover o crescimento vegetal. Essa abordagem inovadora alinha-se aos princípios da EC, ao transformar um passivo ambiental em um recurso valioso para a agricultura, o que reduz os impactos ambientais e reintroduz o resíduo na cadeia produtiva. Além disso, a incorporação de MM derivados do LG contribui para a recuperação de solos degradados na Amazônia, fortalecendo a sustentabilidade agrícola na região.

O estudo da relação custo-benefício evidenciou que a utilização do LG na produção de MM é uma alternativa viável e sustentável para a gestão de resíduos industriais. O processo não apenas reduz os custos associados ao descarte inadequado do LG, mas também promove a EC e contribui para o alcance dos ODS da ONU. A síntese de MM a partir do LG representa uma solução inovadora que combina benefícios econômicos e ambientais.

Diante de tudo, esta dissertação comprovou que o LG, quando tratado termicamente, pode ser transformado em MM de alto valor agregado, com aplicações na melhoria da fertilidade do solo. A abordagem proposta integra gestão de resíduos, inovação tecnológica e conservação ambiental, exemplificando como a EC pode gerar benefícios econômicos, sociais e ecológicos de forma simultânea. Portanto, a reutilização do LG na síntese de MM e sua aplicação no SA constituem uma excelente proposta para melhorar a qualidade do solo e promover a sustentabilidade na região amazônica.

### 7. PERSPECTIVAS PARA PESQUISAS FUTURAS

Os resultados obtidos motivam a continuidade desta linha de pesquisa, com ênfase na avaliação do efeito das proporções do LG e do COr no crescimento de plantas e em outras aplicações. Além disso, é fundamental explorar a importância de cada tópico investigado, com o intuito de ampliar o entendimento sobre as interações entre esses materiais e o solo, bem como otimizar seu uso para fins agrícolas e ambientais.

Otimização das Proporções e Processos de Síntese do MM

- Investigar diferentes proporções de LG e COr, bem como variar as condições de calcinação (temperatura, tempo e atmosfera), para otimizar as propriedades do MM.
- A otimização pode resultar em um material com maior eficiência na correção do solo, liberação controlada de nutrientes e maior estabilidade magnética, ampliando sua aplicação em diferentes tipos de solo.
  - Avaliação do Impacto do MM em Diferentes Tipos de Solo
- Testar o MM em solos com características distintas (argilosos, arenosos, ácidos, alcalinos) para avaliar sua eficácia na melhoria da fertilidade e no crescimento de plantas.
- Compreender como o MM interage com diferentes solos permitirá adaptar sua aplicação para diversas condições agrícolas e ambientais.
  - Estudo da Liberação Lenta de Nutrientes
- Estudar a cinética de liberação de nutrientes (Ca, K, Fe, Cu, etc.) do MM no solo ao longo do tempo.
- A liberação lenta e controlada de nutrientes pode reduzir a necessidade de fertilizantes convencionais, diminuindo custos e impactos ambientais.
  - Avaliação de Efeitos em Diferentes Culturas Agrícolas
- Verificar o MM no cultivo de diversas plantas (grãos, hortaliças, frutíferas) para avaliar seu impacto no crescimento, produtividade e qualidade dos produtos.
- Comprovar a eficácia do MM em diferentes culturas pode ampliar sua aplicação na agricultura, beneficiando pequenos e grandes produtores.
  - Análise de Impactos Ambientais e Toxicológicos
- Investigar a presença de MPT (como Pb e Cr) no MM e avaliar seu potencial de lixiviação e bioacumulação em plantas e organismos do solo.
- Garantir que o uso do MM seja seguro para o meio ambiente e para a saúde humana é essencial para sua adoção em larga escala.
  - Combinação do MM com outros Resíduos ou Fertilizantes

- Examinar a combinação do MM com outros resíduos orgânicos (compostos, biochar) ou fertilizantes convencionais para potencializar seus efeitos no solo.
- A sinergia entre materiais pode melhorar a eficiência do MM, o que reduz custos e maximiza os benefícios para o solo e as plantas.
  - Avaliação de Efeitos na Microbiota do Solo
- Investigar como o LG-C afeta a comunidade microbiana do solo, incluindo bactérias, fungos e outros microrganismos benéficos.
- A microbiota do solo é importante na decomposição de matéria orgânica, reciclagem de nutrientes e saúde das plantas. Entender esses efeitos se faz necessário para garantir um equilíbrio ecológico.
  - Desenvolvimento de Técnicas de Aplicação do MM
- Desenvolver métodos eficientes de aplicação do MM no solo, como incorporação direta, mistura com água para irrigação ou uso em formulações granuladas.
- Técnicas de aplicação adequadas podem aumentar a eficiência do MM e facilitar seu uso em larga escala.
  - Estudo de Efeitos em Longo Prazo
- Pesquisar os efeitos do MM no solo e nas plantas ao longo de vários ciclos de cultivo.
- Compreender os impactos de longo prazo é fundamental para garantir a sustentabilidade do uso do LG-C na agricultura.
  - Aplicação do MM em Solos Degradados ou Contaminados
- Experimentar o MM em solos degradados (erosão, compactação) ou contaminados (MPT, produtos químicos) para avaliar seu potencial de recuperação.
- O MM pode ser uma solução viável para a recuperação de áreas degradadas, o que contribui para a restauração ambiental e a segurança alimentar.
  - Desenvolvimento de Produtos Comerciais à Base de MM
- Desenvolver formulações comerciais de MM, como fertilizantes magnéticos ou condicionadores de solo, para uso em larga escala.

- A comercialização do MM pode transformar um resíduo industrial em um produto de valor agregado, o que promove a EC e reduz o descarte do LG.
  - Exploração de outras aplicações do MM
- Verificar outras aplicações do MM, como na remoção de poluentes em águas residuais ou na fabricação de MM.
- Ampliar as aplicações do MM pode agregar valor ao resíduo e contribuir para soluções sustentáveis em diferentes setores.

Ainda existem questões a serem esclarecidas, o que pode abrir caminhos para pesquisas futuras que possam dar continuidade a esta linha de estudo, que se mostra promissora. Esta dissertação demonstrou um caminho viável e racional, especialmente no que se refere ao desenvolvimento tecnológico industrial aliado à sustentabilidade ambiental. As perspectivas de pesquisa destacam o potencial do MM como uma solução inovadora e sustentável, tanto para a melhoria da qualidade do solo quanto para o crescimento de plantas. Ao explorar esses tópicos, será possível maximizar os benefícios do MM, o que promove práticas agrícolas sustentáveis, a recuperação de solos degradados e a redução dos impactos ambientais causados por resíduos industriais.

## 8. REFERÊNCIAS

- 1. AUGUSTYN, P.; RYTLEWSKI, P.; MORACZEWSKI, K.; MAZURKIEWICZ, A. A review on the direct electroplating of polymeric materials. Journal of Materials Science. Vol. 56, pag. 14881–14899, 2021.
- 2. AL-ZUBAIDY, I. A. A. R. Electro-Chemical Plating of Plastic Materials. Thesis of College of Engineering of Nahrain University, pag. 120, 2007
- 3. AINALI, N. M.; KALARONIS, D.; EVGENIDOU, E.; KYZAS, G. Z.; BOBORI, D. C.; KALOYIANNI, M.; YANG, X.; BIKIARIS, D. N.; LAMBROPOULOU, D. A. **Do poly(lactic acid) microplastics instigate a threat? A perception for their dynamic towards environmental pollution and toxicity**. Science of The Total Environment. Vol. 832, n. 155014, 2022.
- DRÁPALA, J.; RIGOULET, H.; BROŽOVÁ, S.; MALCHARCZIKOVÁ, J.; LANGOVÁ, Š.; VONTOROVÁ, J.; NÉTEK, V.; KUBÁČ, J.; JANÁČEK, D. Processing of Metal Waste-Sludge from the Galvanizing Plants. Journal Metals (Basel). Vol, 12, n. 11, pag. 1947, 2022.
- 5. ZALYHINA, V.; CHEPRASOVA, V.; BELYAEVA, V.; ROMANOVSKI, V. **Pigments from spent Zn, Ni, Cu, and Cd electrolytes from electroplating industry**. Environmental Science and Pollution Research. Vol. 28, pag. 32660–32668, 2021.
- 6. CAO, C.; YU, J.; XU, X.; LI, F.; YANG, Z.; WANG, G.; ZHANG, S.; CHENG, Z.; LI, T.; PU, Y.; XIAN, J.; YANG, Y.; PU, Z. A review on fabricating functional materials by electroplating sludge: process characteristics and outlook. Environmental Science and Pollution Research. Vol. 30, pag. 64827–64844, 2023.
- 7. WANG, H.; LIU, X.; ZHANG, Z. Approaches for electroplating sludge treatment and disposal technology: Reduction, pretreatment and reuse. Journal of Environmental Management. Vol. 349, pag. 119535, 2024.
- 8. PINTO, F. M.; PEREIRA, R. A.; SOUZA, T. M.; SACZK, A. A.; MAGRIOTIS, Z. M. Treatment, reuse, leaching characteristics and genotoxicity evaluation of electroplating sludge. Journal of Environmental Management. Vol. 280, pag. 111706, 2021.
- 9. SITARZ-PALCZAK, E. Study of Zn(II) ion removal from galvanic sludge by geopolymers. Polska Akademia Nauk PAN. Archives of Environmental Protection. Vol. 49, pag. 11–20, 2023.
- EMON, F. J. ROHANI, M. F.; SUMAIYA, N.; JANNAT, M. F. T.; AKTER, Y.; SHAHJAHAN, M.; KARI, Z. A.; TAHILUDDIN, A. B.; GOH, K. W. Bioaccumulation and Bioremediation of Heavy Metals in Fishes — A Review. Journal Toxics. Vol. 11, n. 510, 2023.
- 11. MEHANA, E. S. E.; KHAFAGA, A. F.; ELBLEHI, S. S.; EL-HACK, M. E. A.; NAIEL, M. A. E.; BIN-JUMAH, M.; OTHMAN, S. I.; ALLAM, A. A. **Biomonitoring of heavy metal**

- pollution using acanthocephalans parasite in ecosystem: An updated overview. Journal Animals. Vol. 10, 2020.
- 12. KUMAR, P.; SRIVASTAVA, S.; DWIVEDI, K.; SHARMA, S.; CHAUHAN, B. S.; JAIN, S.; GUPTA, P. **Impact of Heavy Metal Contamination on Human Health**. European Chemical Bulletin. Vol. 2, n. 12, pag. 1366–1379, 2023.
- 13. WANG, J.; ZHOU, R.; YU, J.; WANG, H.; GUO, Q.; LIU, K.; CHEN, H.; CHI, R. Sequential recovery of Cu(II), Cr(III), and Zn(II) from electroplating sludge leaching solution by an on-line biosorption method with dosage controlling. Journal of Cleaner Production. Vol. 337, pag. 130427, 2022.
- 14. CHEN, D.; HOU, J.; YAO, L. H.; JIN, H. M.; QIAN, G. R.; XU, Z. P. Ferrite materials prepared from two industrial wastes: Electroplating sludge and spent pickle liquor. Separation and Purification Technology. Vol. 75, n. 2, pag. 210–217, 2010.
- 15. XIA, Y.; MENG, F.; LV, Z.; ZHANG, J.; TANG, Y.; SHIH, K. **Develop spinel structure** and quantify phase transformation for nickel stabilization in electroplating sludge. Journal of Integrated Waste Management, Science and Technology. Vol. 131, pag. 286–293, 2021.
- 16. SHOKRI, A.; FARD, M. S. Using α-Fe2O3/SiO2 as a heterogeneous Fenton catalyst for the removal of chlorophenol in aqueous environment: Thermodynamic and kinetic studies. International Journal of Environmental Science and Technology. Vol. 20, n. 1, pag. 383–396, 2023
- 17. PENG, G.; DENG, S.; LIU, F.; LI, T.; YU, G. Superhigh adsorption of nickel from electroplating wastewater by raw and calcined electroplating sludge waste. Journal of Cleaner Production. Vol. 246, n. 118948, 2020.
- 18. HOU, Z.; LIU, T.; TAHIR, M. U.; AHMAD, S.; SHAO, X.; YANG, C.; HE, B.; SU, X. Facile conversion of nickel-containing electroplating sludge into nickel-based multilevel nano-material for high-performance pseudocapacitors. Applied Surface Science. Vol. 538, n. 147978, 2021.
- 19. MARCUS, M.-I.; VLAD, M.; DEÁK, G.; MONCEA, A.; PANAIT, A.-M.; MOVILEANU, G. **Thermal Stability of Inorganic Pigments Synthesized from Galvanic Sludge**. Revista de Chimie. Vol. 71, n. 8, pag. 13–20, 2020.
- 20. KOCHETOV, G.; KOVALCHUK, O.; SAMCHENKO, D. Development of technology of utilization of products of ferritization processing of galvanic waste in the composition of alkaline cements. Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. Vol. 5, n. 10 (107), pag. 6–13, 2020.
- 21. HAN, Q.; HUANG, Y.; WANG, X.; LIU, Y.; LIN, W.; ZHANG, F.; CHEN, X.; WANG, H. Efficiency and Cost of the "Fenton+Recapter" Combined Process for Treating the Electroplating Nickel Wastewater. Journal of Physics: Conference Series. Vol. 2679, n. 012044, 2024.

- 22. LIU, Y.; KHAN, A.; WANG, Z.; CHEN, Y.; ZHU, S.; SUN, T.; LIANG, D.; YU, H. Upcycling of Electroplating Sludge to Prepare Erdite-Bearing Nanorods for the Adsorption of Heavy Metals from Electroplating Wastewater Effluent. Water. Vol. 12, n. 4, pag. 1027, 2020.
- 23. WANG, T.; SUN, Q.; YAN, J.; ZHANG, J.; SHENG, J. The characteristics and resource utilization of chromium-containing electroplating sludge. Environmental Science and Pollution Research. Vol. 30, n. 32, pag. 78750–78762, 2023.
- 24. KATONA, M.; OROSZ, T. Circular Economy Aspects of Permanent Magnet Synchronous Reluctance Machine Design for Electric Vehicle Applications: A Review. Energies (Basel). Vol. 17, n. 6, pag. 1408, 2024.
- 25. MISHRA, D. D.; TEWELDE, D. M.; WANG, M.; TAN, G. Multiferroic properties of PbFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>-PbTiO<sub>3</sub> composite ceramics. Journal of Materials Science: Materials in Electronics. Vol. 30, n. 11, pag. 10830–10834, 2019.
- 26. JABBAR, Y. E.; LAKHLIFI, H.; OUATIB, R. E.; ER-RAKHO, L.; GUILLEMETFRITSCH, S.; DURAND, B. Preparation and characterisation of green nanosized ceramic pigments with the spinel structure AB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (A = Co, Ni and B = Cr, Al). Solid State Communications. Vol. 334–335, n. 114394, 2021.
- 27. LANKAUF, K.; CYSEWSKA, K.; KARCZEWSKI, J.; MIELEWCZYK-GRYŃ, A.; GÓRNICKA, K.; CEMPURA, G.; CHEN, M.; JASIŃSKI, P.; MOLIN, S. MnxCo<sub>3</sub>-xO<sub>4</sub> spinel oxides as efficient oxygen evolution reaction catalysts in alkaline media. International Journal of Hydrogen Energy. Vol. 45, n. 29, pag. 14867–14879, 2020.
- 28. SHEN, S.; LIU, Y.; ZHAI, D.; QIAN, G. Electroplating sludge-derived spinel catalysts for NO removal via NH<sub>3</sub> selective catalysis reduction. Applied Surface Science. Vol. 528, n. 146969, 2020.
- 29. KOCHETOV, G.; PRIKHNA, T.; SAMCHENKO, D.; KOVALCHUK, O. **Development of ferritization processing of galvanic waste involving the energysaving electromagnetic pulse activation of the process**. Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. Vol. 6, n. 10 (102), pag. 6–14, 2019.
- 30. PANDA, S. K.; AGGARWAL, I.; KUMAR, H.; PRASAD, L.; KUMAR, A.; SHARMA, A.; VO, D.-V. N.; THUAN, D. V.; MISHRA, V. **Magnetite nanoparticles as sorbents for dye removal: a review**. Environmental Chemistry Letters. Vol. 19, n. 3, pag. 2487–2525, 2021.
- 31. CURLEY, S. P. M.; SCATENA, R.; WILLIAMS, R. C.; GODDARD, P. A.; MACCHI, P.; HICKEN, T. J.; LANCASTER, T.; XIAO, F.; BLUNDELL, S. J.; ZAPF, V.; ECKERT, J. C.; KRENKEL, E. H.; VILLA, J. A.; RHODEHOUSE, M. L.; MANSON, J. L. Magnetic ground state of the one-dimensional ferromagnetic chain compounds M(NCS)<sub>2</sub>(thiourea)<sub>2</sub> (M=Ni, Co). Physical Review Materials. Vol. 5, n. 3, 2021.

- 32. KATONA, M.; OROSZ, T. Circular Economy Aspects of Permanent Magnet Synchronous Reluctance Machine Design for Electric Vehicle Applications: A Review. Energies (Basel). Vol. 17, n. 6, pag. 1408, 2024.
- 33. MATOVIĆ, L.; VUJASIN, R.; KUMRIĆ, K.; KRSTIĆ, S.; Wu, Y.; KABTAMU, D. M.; DEVEČERSKI, A. Designing of technological scheme for conversion of Cr-rich electroplating sludge into the black ceramic pigments of consistent composition, following the principles of circular economy. Journal of Environmental Chemical Engineering. Vol. 9, n. 1, 2021.
- 34. SINGH, B. Environmental Law Federated Learning for Envision Future Trajectory Smart Transport System for Climate Preservation and Smart Green Planet: Insights into Global Governance and SDG. National Journal of Environmental Law. Vol. 6, n. 2, pag. 6-17, 2023.
- 35. GASPER, D.; SHAH, A.; TANKHA, S. The Framing of Sustainable Consumption and Production in SDG 12. Glob Policy. Vol. 10, pag. 83–95, 2019.
- 36. DANTAS, T. E. T.; DE-SOUZA, E. D.; DESTRO, I. R.; HAMMES, G.; RODRIGUEZ, C. M. T.; SOARES, S. R. How the combination of Circular Economy and Industry 4.0 can contribute towards achieving the Sustainable Development Goals. Sustainable Production and Consumption. Vol. 26, pag. 213–227, 2021.
- 37. ZHANG, L.; ZHAO, H.; HOU, H.; ZOU, G.; GU, G.; QIU, G. Galvanic Biomining: A Low-Carbon Hydrometallurgical Process for Efficient Resource Recovery and Power Generation. ACS Sustainable Chemistry & Engineering. Vol. 11, pag. 4040–4048, 2023.
- 38. GUNARATHNE, V.; RAJAPAKSHA, A. U.; VITHANAGE, M.; ALESSI, D. S.; SELVASEMBIAN, R.; NAUSHAD, M.; YOU, S.; OLESZCZUK, P.; OK, Y. S. **Hydrometallurgical processes for heavy metals recovery from industrial sludges**. Critical Reviews in Environmental Science and Technology. Vol. 52, n. 6, pag. 1022–1062, 2022.
- 39. STEWART, D. J. C.; BARRON, A. R. Pyrometallurgical removal of zinc from basic oxygen steelmaking dust A review of best available technology. Resources, Conservation and Recycling. Vol. 157, n. 104746, 2020.
- 40. KIM, J.; YOON, S.; CHOI, M.; MIN, K. J.; PARK, K. Y. CHON, K.; BAE, S. **Metal ion recovery from electrodialysis-concentrated plating wastewater via pilot-scale sequential electrowinning/chemical precipitation**. Journal of Cleaner Production. Vol. 330, n. 129879, 2022.
- 41. WANG, Y.; XU, Y.; LIN, S.; LIU, W.; WANG, Y. Recycling of chromium electroplating sludge using combined calcination-hydrothermal treatment: A risk-reducing strategy for separation of Cr(III) from solid waste. Surfaces and Interfaces. Vol. 29, n. 101750, 2022.
- 42. YUXIN, Z.; TING, S.; HONGYU, C.; YING, Z.; ZHI, G.; SUIYI, Z.; XINFENG, X.; HONG, Z.; YIDI, G.; YANG, H. Stepwise recycling of Fe, Cu, Zn and Ni from real

- electroplating sludge via coupled acidic leaching and hydrothermal and extraction routes. Environmental Research. Vol. 216, n. 114462, 2023.
- 43. ARGUILLARENA, A.; MARGALLO, M.; ARRUTI-FERNÁNDEZ, A.; PINEDO, J.; GÓMEZ, P.; ORTIZ, I.; URTIAGA, A. Circular economy in hotdip galvanizing with zinc and iron recovery from spent pickling acids. RSC Advances. Vol. 13, n. 10, pag. 6481–6489, 2023.
- 44. SANTANA, S. da S. **Estudo da aplicação de resíduo de galvanoplastia oriundo do Polo Industrial de Manaus como matéria-prima em cerâmica vermelha**. Dissertação de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Manaus AM, 2020.
- 45. BRASIL. **Polo Industrial de Manaus Suframa**. Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços. Publicado em 10/04/2017. Atualizado em 06/08/2021. Disponível em , acesso em 25 de janeiro de 2024.
- 46. BRASIL. **Inventário Anual de Resíduos Sólidos Industriais 2012 (Dados de 2011).** Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior. Superintendência da Zona Franca de Manaus SUFRAMA. SPR/CGPRI/COPEA Grupo de Gestão de Resíduos Industriais da Suframa, 2012. Disponível em <a href="https://x.gd/GZEGF">https://x.gd/GZEGF</a>, acesso em 22 novembro de 2023.
- 47. BRASIL, F. M. Preparação e Caracterização de Cerâmicas a partir do lodo galvânico do Polo Industrial de Manaus. Tese de doutorado da Universidade Estadual Paulista (UNESP), Bauru SP, 2024.
- 48. BRASIL. **Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS)**. Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis. Publicado em 29/11/2022. Atualizado em 16/11/2023. Disponível em <a href="https://x.gd/skbi2">https://x.gd/skbi2</a>, acesso em 15 de maio de 2024.
- 49. BRASIL. **Lei Nº 12.305, de 2 de agosto de 2010**. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos. Disponível em <a href="https://www.planalto.gov.br/ccivil\_03/\_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm">https://www.planalto.gov.br/ccivil\_03/\_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm</a>, acesso de 20 de janeiro de 2024.
- 50. BRASIL, F. M.; OLIVEIRA, D. L.; MELQUÍADES, M. O.; NOBRE, F. X.; BALESTRA, C. E. T.; ARDISSON, D.; FABRIS, J. D.; SANTANA, G. P.; RAMIREZ, M. A. Influence of clay minerals on the encapsulation of heavy metals from galvanic sludge. Waste Management. Vol. 181, pag. 176-187, 2024.
- 51. SAMCHENKO, D.; KOCHETOV, G.; DERECHA, D. O.; SKIRTA, Y. B. Sustainable approach for galvanic waste processing by energy-saving ferritization with AC-magnetic field activation. Cogent Engineering. Vol. 9, n. 1, 2022.
- 52. QU, Z.; CHEN, Y.; CHEN, Y.; ZHU, S.; LIU, J.; REN, H.; SU, T.; HUO, M. Efficient separation of impurities Fe/Al/Ca and recovery of Zn from electroplating sludge using glucose as reductant. Science of The Total Environment. Vol. 896, n. 165202, 2023.

- 53. GAO, T.; LV, J.; ZHOU, J.; LI, Y.; LI, Z. Innovative technology and mechanism for comprehensive recovery of copper, nickel, zinc and iron in electroplating sludge. Separation and Purification Technology. Vol. 336, n. 126226, 2024.
- 54. DWITYA, S. S.; LIN, K.-S.; WENG, M.-T.; MDLOVU, N. V.; TSAI, W.-C.; WU, C.-M. Synthesis and characterization of pH-triggered doxorubicinconjugated polydopamine-coated cobalt ferrite nanoparticles for invitro/in-vivo studies in liver cancer therapy. Journal of Industrial and Engineering Chemistry. Vol. 129, n. 129, pag. 499–510, 2024.
- 55. JIABAO, Q.; ZHAN, Q.; HONGYU, C.; ZHIHUA, W.; QI, H.; YUXIN, Z.; HONG, Z.; YIDI, G.; YING, Z.; XIANZE, W.; SUIYI, Z. Pyrometallurgy treatment of electroplating sludge, emulsion mud and coal ash: ZnAlFeO<sub>4</sub> spinel separation and stabilization in calcium metasilicate glass. Journal of Environmental Management. Vol. 329, n. 117101, 2023.
- 56. LI, M.; HU, Y.; ZHOU, N.; WANG, S.; SUN, F. Hydrothermal treatment coupled with pyrolysis and calcination for stabilization of electroplating sludge: Speciation transformation and environmental risk of heavy metals. Journal of Hazardous Materials. Vol. 438, pag. 304–3894, 2022.
- 57. MAKAROV, V. M.; KALAEVA, S. Z.; ZAKHAROVA, I. N.; NEVZOROV, I. A.; MALTSEVA, M. S.; SHIPILIN, A. M.; KRZHIZHANOVSKAYA, M. G. Magnetic and X-ray Studies of Nanodispersed Magnetite Synthesized from Chrome Containing Galvanic Sludge. Journal of Nano- and Electronic Physics. Vol. 7, n. 4010, 2015.
- 58. MAO, L.; WU, Y.; ZHANG, W.; HU, L.; HUANG, Q. Effects of electroplating sludge introduction on the morphology, mineral phase and porosity evolution of fired clay bricks. Construction and Building Materials. Vol. 211, pag. 130–138, 2019.
- 59. GAETA, M.; CAVALLARO, M.; VINCI, S. L.; MORMINA, E.; BLANDINO, A.; MARINO, M. A.; GRANATA, F.; TESSITORE, A.; GALLETTA, K.; D'ANGELO, T. Magnetism of materials: theory and practice in magnetic resonance imaging. Insights into Imaging. Vol. 12, n. 1, 2021.
- 60. SOLEYMANI, M.; KHALIGHFARD, S.; KHODAYARI, S.; KHODAYARI, H.; KALHORI, M. R.; HADJIGHASSEM, M. R.; SHATERABADI, Z.; ALIZADEH, A. M. Effects of multiple injections on the efficacy and cytotoxicity of folate-targeted magnetite nanoparticles as theranostic agents for MRI detection and magnetic hyperthermia therapy of tumor cells. Scientific Reports. Vol. 10, n. 1, 2020.
- 61. IMAI, S.; TSUKIOKA, T. A magnetic MEMS actuator using a permanent magnet and magnetic fluid enclosed in a cavity sandwiched by polymer diaphragms. Precision Engineering. Vol. 38, n. 3, pag. 548–554, 2014.
- 62. MIRI, A.; KHATAMI, M.; SARANI, M. **Biosynthesis, Magnetic and Cytotoxic Studies of Hematite Nanoparticles**. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials. Vol. 30, n. 3, pag. 767–774, 2020.

- 63. WŁODARCZYK, A.; GORGOŃ, S.; RADOŃ, A.; BAJDAK-RUSINEK, K. Magnetite Nanoparticles in Magnetic Hyperthermia and Cancer Therapies: Challenges and Perspectives. Nanomaterials. Vol. 12, n. 11 (1807), 2022.
- 64. CHIRCOV, C.; GRUMEZESCU, A. M.; HOLBAN, A. M. Magnetic Particles for Advanced Molecular Diagnosis. Materials. Vol. 12, n. 13 (2158), 2019.
- 65. COTAR, A. I.; GRUMEZESCU, A. M.; HUANG, K.-S.; VOICU, G.; CHIFIRIUC, C. M.; RADULESCU, R. Magnetite nanoparticles influence the efficacy of antibiotics against biofilm embedded Staphylococcus aureus cells. Biointerface research in applied chemistry. Vol. 3, n. 2, pag. 559–565, 2013.
- 66. BAEZA, A.; GUILLENA, G.; RAMÓN, D. J. Magnetite and Metal- Impregnated Magnetite Catalysts in Organic Synthesis: A Very Old Concept with New Promising Perspectives. European Chemistry Societies Publishing ChemCatChem. Vol. 8, n. 1, pag. 49–67, 2016.
- 67. KOLCHANOV, D. S.; SLABOV, V.; KELLER, K.; SERGEEVA, E.; ZHUKOV, M. V.; DROZDOV, A. S.; VINOGRADOV, A. V. **Sol-gel magnetite inks for inkjet printing**. Journal of Materials Chemistry C. Vol. 7, n. 21, pag. 6426–6432, 2019.
- 68. PRABHAKARAN, T.; MANGALARAJA, R. V.; DENARDIN, J. C. **The structural,** magnetic and magnetic entropy changes on CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/CoFe<sub>2</sub> composites for magnetic refrigeration application. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. Vol. 444, pag. 297–306, 2017.
- 69. SU, D.; AHN, H.-J.; WANG, G. One-dimensional magnetite Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanowires as electrode material for Li-ion batteries with improved electrochemical performance. Journal of Power Sources. Vol. 244, pag. 742–746, 2013.
- 70. DÖPKE, C.; GROTHE, T.; STEBLINSKI, P.; KLÖCKER, M.; SABANTINA, L.; KOSMALSKA, D.; BLACHOWICZ, T.; EHRMANN, A. **Magnetic Nanofiber Mats for Data Storage and Transfer**. Nanomaterials. Vol. 9, n. 1 (92), 2019.
- 71. ZHAO, X.; JOHNSTON, C.; CROSSLEY, A.; GRANT, P. S. **Printable magnetite and pyrrole treated magnetite based electrodes for supercapacitors**. Journal of Materials Chemistry. Vol. 20, n. 36 (7637), 2010.
- 72. QUEIROZ, D. F. de; CAMARGO, E. R. de; MARTINES, M. A. U. **Synthesis and characterization of magnetic nanoparticles of cobalt ferrite coated with silica**. Biointerface Research in Applied Chemistry. Vol. 10, n. 1, pag. 4908–4913, 2019.
- 73. CHEN, C. W. Fabrication and characterization of thin films with perpendicular magnetic anisotropy for high-density magnetic recording. Journal of Materials Science. Vol. 26, n. 12, pag. 3125–3153, 1991.
- 74. EHRMANN, G.; BLACHOWICZ, T.; EHRMANN, A. Magnetic 3D-Printed Composites Production and Applications. Polymers. Vol. 14, n. 18 (3895), 2022.

- 75. MAKRIDIS, A.; OKKALIDIS, N.; TRYGONIARIS, D.; KAZELI, K.; ANGELAKERIS, M. Composite magnetic 3D-printing filament fabrication protocol opens new perspectives in magnetic hyperthermia. Journal of Physics D: Applied Physics. Vol. 56, n. 28 (285002), 2023.
- 76. DEL BIANCO, H. de S. **Estudo e Implementação de Um Retificador PWM Para Aplicações Em Processos Galvânicos**. Dissertação de Mestrado em Ciências da Universidade de São Paulo, São Carlos SP, 2015.
- 77. MANUAL GALVÂNICA. **Joias Folheadas e Bijuterias Tratamento de Superfícies Metálicas.** Tratamento de superfícies metálicas. Editora SESI-SP: São Paulo SP, 2016.
- 78. NEBIOLO, W. P. The History of Electroplating And A Historical Review of the Evolution of NASF. NASF Surface Technology White Papers. Vol. 86, n. 11, pag. 1–14, 2022.
- 79. ABDIVAKHIDOV, K.; SHARIPOV, K. Corrosion-resistant protective coatings for metals: A review of metallic and non-metallic coatings. Vol. 3045, n. 1 (060011), 2024.
- 80. ARTKIN, F. Evaluation of the Industrial Applications of Galvanized Coating. Platanus Publications, Academic Research and Reviews in Engineering Sciences, Vol. 1, 2023.
- 81. DAN, A.; BIJALWAN, P. K.; PATHAK, A. S.; BHAGAT, A. N. A review on physical vapor deposition-based metallic coatings on steel as an alternative to conventional galvanized coatings. Journal of Coatings Technology and Research. Vol. 19, n. 2, pag. 403–438, 2022.
- 82. WANG, C.; PENG, C.; XIANG, J.; CHEN, Y. M.; HE, W.; SU, X. H.; LUO, Y. Y. Research and Application of Copper Electroplating in Interconnection of Printed Circuit Board. Journal of Electrochemistry. Vol. 27, n. 3, pag. 257–268, 2021.
- 83. SOLEHUDIN, A.; ROHENDI, D.; ADAM, R.; HASBULLAH; DARMAWAN, B.; KUDWADI, B.; MAKNUN, J. **Model Development for Home Industry in Decorative Electroplating in Automotive Accessories Engineering**. Advances in Social Science, Education and Humanities Research. Vol. 651, pag. 94-97, 2022.
- 84. ALBUSALIH, D. F. Microstructural and Mechanical Assessment of PulseReverse Plated Cobalt Matrix Nanocomposite Coatings. Doctoral Thesis. University of Leicester. Inglaterra, 2018.
- 85. BORGO, S. C. Minimização e Reciclagem de Lodo Galvânico e Poeira de Jateamento. Dissertação do mestrado em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambiental da Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.
- 86. BECKER, J.; SELBACH, I. C.; SOUZA, J. de; BREHM, F. A. Viability for the production of inorganic pigments from galvanic sludge. International Journal of Research in Advanced Engineering and Technology. Vol. 5, pag. 98–103, 2019.

- 87. CCONAMA. **Conselho Nacional do Meio Ambiente**. Resolução no 257, de 30 de junho de 1999.
- 88. ILIĆ, S.; GOLUBOVIĆ, T.; BIJELIĆ, A. **Heavy Metals: Impact on the Environment and Human Health**. Facta Universitatis. Vol. 20, n. 2, pag. 99–109, 2023.
- 89. MELO, A. P. P. de. **Tratamento de Efluente de Indústria Galvânica Utilizando a Planta Pereskia aculeata miller no Processo de Coagulação/Floculação**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) de Bacharelado em Química da Universidade Tecnológico Federal do Paraná. Pato Branco PR, 2016.
- 90. ABTS. **Associação Brasileira de Tratamentos de Superfície**. Revista Tratamento de Superfície. Edição 241, 2024. Disponível em < https://x.gd/XK1sJ>, acesso em janeiro de 2024.
- 91. BENI, E. de.; GIURLANI, W.; FABBRI, L.; EMANUELE, R.; SANTINI, S.; SARTI, C.; MARTELLINI, T.; PICIOLLO, E.; CINCINELLI, A.; INNOCENTI, M. Graphene-based nanomaterials in the electroplating industry: A suitable choice for heavy metal removal from wastewater. Chemosphere. Vol. 292, 2022.
- 92. SONG, H. Life Cycle Based Sustainability Assessment And Decision Making For Industrial Systems. Dissertation, Chemical Engineering and Materials Science, Wayne State University, Michigan, 2016.
- 93. RAJORIA, S.; VASHISHTHA, M.; SANGAL, V. K. **Treatment of electroplating industry wastewater: a review on the various techniques**. Environmental Science and Pollution Research. Vol. 29, n. 48, pag. 72196–72246, 2022.
- 94. LI, M.; SU, P.; GUO, Y.; ZHANG, W.; MAO, L. Effects of SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on leachability of Zn, Cu and Cr in ceramics incorporated with electroplating sludge. Journal of Environmental Chemical Engineering. Vol. 5, n. 4, pag. 3143–3150, 2017.
- 95. BAO, Y.; HUANG, J.; CAGNETTA, G.; YU, G. Removal of F-53B as PFOS alternative in chrome plating wastewater by UV/Sulfite reduction. Water Research. Vol. 163, 114907, 2019.
- 96. WAHAAB, R. A.; ALSEROURY, F. A. Wastewater treatment: a case study of electronics manufacturing industry. International Journal of Environmental Science and Technology. Vol. 16, n. 1, pag 47–58, 2019.
- 97. ABNT. **Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR 6323: Galvanização por Imersão a Quente de Produtos de Aço e Ferro Fundido Especificação, 2016.
- 98. KU, B.; KIM, J.; SON, Y.; MIN, K.; BAECK, S.-H. Development of Electrolyte with Enhanced Corrosion Resistance for Sn Electroplating on Multi-Layer Ceramic Capacitors. Korean Journal of Metals and Materials. Vol. 62, n. 3, pag. 180–189, 2024.

- 99. TRETIAKOVA, L.; MITIUK, L. Environmental Safety Evaluation From Galvanic Sludge During Long-Term Storage. Journal of New Technologies in Environmental Science. Vol. 4, n. 3, 2020.
- 100. STOJKOVIĆ, A. S.; KRSTIĆ, N. S.; ĐORĐEVIĆ, D. M.; MILIVOJEVIĆ, M.; KRSTIĆ, I. M. Comparative physicochemical analysis of galvanic sludge wastes. Journal of Environmental Science and Health, Part A. Vol. 58, n. 5, pag. 459–468, 2023.
- 101. CARNEIRO, J.; TOBALDI, D. M.; CAPELA, M. N.; NOVAIS, R. M.; SEABRA, M. P.; LABRINCHA, J. A. Synthesis of ceramic pigments from industrial wastes: Red mud and electroplating sludge. Waste Management. Vol. 80, pag. 371–378, 2018.
- 102. ZHANG, M.; CHEN, C.; MAO, L.; WU, Q. Use of electroplating sludge in production of fired clay bricks: Characterization and environmental risk evaluation. Construction and Building Materials. Vol. 159, pag. 27–36, 2018.
- 103. CAMARGO, G. H. **Solidificação e Estabilização do Lodo Galvânico em Cimentos Supersulfatados**. Dissertação do Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco PR, 2018.
- 104. ABNT. **Associação Brasileira de Normas Técnicas**. NBR 10004: Resíduos Sólidos Classificação, 2004.
- 105. NNAJI, N. D.; ONYEAKA, H.; MIRI, T.; UGWA, C. **Bioaccumulation for heavy metal removal: a review**. SN Applied Sciences. Vol. 5, n. 5 (125), 2023.
- 106. MAKOSKAYA, O. Y.; KOSTROMIN, K. S.; BRYANTSEVA, N. I. **Hydrometallurgical Technology for Processing of Galvanic Sludges.** IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. Vol. 969, n. 1 (012055), 2020.
- 107. HABIBI, A.; KOURDESTANI, S. S.; HADADI, M. Biohydrometallurgy as an environmentally friendly approach in metals recovery from electrical waste: A review. Waste Management & Research. Vol. 38, n. 3, pag. 232–244, 2020.
- 108. KRISHNAN, S.; ZULKAPLI, N. S.; KAMYAB, H.; TAIB, S. M.; DIN, M F. B. M.; MAJID, Z. A.; CHAIPRAPAT, S.; KENZO, I.; ICHIKAWA, Y.; NASRULLAH, M.; CHELLIAPAN, S.; OTHMAN, N. Current technologies for recovery of metals from industrial wastes: An overview. Environmental Technology & Innovation. Vol. 22, n. 101525, 2021.
- 109. MATTOS, C. dos S. **Geração de Resíduos Sólidos de Galvanoplastia em Regiões Densamente Povoadas-Avaliação, Inertização e Destinação**. Dissertação de Mestrado em Ciências no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. Autarquia associada à Universidade de São Paulo USP. São Paulo SP, 2011.
- 110. ESPINOSA, D. C. R.; TENÓRIO, J. A. S. Laboratory study of galvanic sludge's influence on the clinkerization process. Resources, Conservation and Recycling. Vol. 31, n. 1, pag. 71-82, 2000.

- 111. YANG, L.; ZHENG, M.; ZHAO, Y.; YANG, Y.; LI, C.; LIU, G. Unintentional persistent organic pollutants in cement kilns co-processing solid wastes. Ecotoxicology and Environmental Safety. Vol. 182, n. 109373, 2019.
- 112. SIKARWAR, V. S.; HRABOVSKÝ, M.; OOST, G. V.; POHOŘELÝ, M.; JEREMIÁŠ, M. **Progress in waste utilization via thermal plasma**. Progress in Energy and Combustion Science. Vol. 81, n. 100873, 2020.
- 113. MA-UD N.; KHUMKOA S.; BUAHOMBURA P.; YINGNAKORN T. **Study on Recycling of Galvanic Sludge containing Copper for Pure Copper Production**. Journal of Material Sciences & Engineering. Vol. 8, n. 5 (1000540), 2019
- 114. MEDA, S. R.; SHARMA, S. K.; TYAGI, G. D. **Utilization of Waste Sludge as a Construction Material -A Review**. Materials Today: Proceedings. Vol. 46, pag. 4195–4202, 2021.
- 115. ZHOU, Z.; LIU, T.; WU, J.; LI, H.; CHU, S.; ZHU, X.; ZHANG, L.; LU, J.; IVANETS, A.; DAVRONBEK, B.; MA, K.; SU, X. Preparation of copper-based catalysts from electroplating sludge by ultrasound treatment and their antibiotic degradation performance. Environmental Research. Vol. 216, n. 114567, 2023.
- 116. MARCUS, M. I.; VLAD, M.; MITIU, M. A.; ANGHEL, A. M.; MARINESCU, F.; LASLO, L.; ILIE, M.; SZEP, R.; GHITA, G.; MATEI, M.; HOLBAN, E.; DUMITRU, F. D. **Recovery of galvanic sludge by physicochemical mechanisms.** Article in Journal of Environmental Protection and Ecology. Vol. 18, n. 3, pag. 1117–1126, 2017.
- 117. BENALI, A.; SAHER, L.; BEJAR, M.; DHAHRI, E.; GRACA, M. F. P.; VALENTE, M. A.; SANGUINO, P.; HELGUERO, L. A.; BACHARI, K.; SILVA, A. M. S.; COSTA, B. F.O. CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel ferrite studies on permanent magnet application and cytotoxic effects on breast and prostate cancer cell lines. Journal of Materials Science: Materials in Electronics. Vol. 34, n. 1, pag. 1–17, 2023.
- 118. ORESCANIN, V.; DURGO, K.; MIKELIC, I. L.; HALKIJEVIC, I.; KUSPILIC, M. **Toxicity** assessment of untreated/treated electroplating sludge using human and plant bioassay. Journal of Environmental Science and Health, Part A. Vol. 53, n. 10, pag. 925–930, 2018.
- 119. ALEXANDROS, S. **WEEE4Magnets: Optimizing the use of Waste Electrical and Electronic Equipment for the production of permanent magnets**. Diploma thesis from the University of Macedonia. Interdepartmental Postgraduate program in Business Administration (MBA). Thessaloniki, Greece, 2024.
- 120. SCHMID, M. Challenges to the European automotive industry in securing critical raw materials for electric mobility: the case of rare earths. Mineralogical Magazine. Vol. 84, n. 1, pag. 5–17, 2020.
- 121. LIAO, Z.; ZOUMHANI, O.; BOUTRY, C. M. Recent Advances in Magnetic Polymer Composites for BioMEMS: A Review. Materials. Vol. 16, n. 10, 2023.

- 122. TOHRY, A.; JAFARI, M.; FARAHANI, M.; MANTHOURI, M.; CHELGANI, S. C. Variable importance assessments of an innovative industrial-scale magnetic separator for processing of iron ore tailings. Mineral Processing and Extractive Metallurgy. Vol. 131, n. 2, pag. 122–129, 2022.
- 123. PALMERO, E. M.; RIAL, J.; VICENTE, J. de; CAMARERO, J.; SKÅRMAN, B.; VIDARSSON, H.; LARSSON, P.-O.; BOLLERO, A. Development of permanent magnet MnAlC/polymer composites and flexible filament for bonding and 3D-printing technologies. Science and Technology of Advanced Materials. Vol. 19, n. 1, pag. 465–473, 2018.
- 124. GRUJIĆ, A.; NEDELJKOVIĆ, D.; STAJIĆ-TROŠIĆ, J.; STIJEPOVIĆ, M. Z.; ALNOURI, S.; PERIŠIĆ, S. Magneto-Mechanical and Thermal Properties of Nd-Fe-B-Epoxy-Bonded Composite Materials. Polymers. Vol 15, n. 8, 2023.
- 125. RADUSHNOV, D. I.; SOLOVYOVA, A. Yu.; ELFIMOVA, E. A. Effect of Polydispersity on the Structural and Magnetic Properties of a Magnetopolymer Composite. Polymers. Vol. 15, n. 12 (2678), 2023.
- 126. YATSKOV, M.; KORCHYK, N.; PROROK, O. Developing a technology for processing cuprum containing wastes from galvanic production aimed at their further use. Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. Vol. 6, n. 10-102, pag. 32-41, 2019.
- 127. ERHART, J.; HEJSKOVÁ, P. Investigating magnetization of permanent magnets by magnetic flux viewing film. Physics Education. Vol. 59, n. 2 (025023), 2024.
- 128. ROMERO-FIERRO, D.; BUSTAMANTE-Torres, M.; BRAVO-PLASCENCIA, F.; ESQUIVEL-LOZANO, A.; RUIZ, J.-C.; BUCIO, E. Recent Trends in Magnetic Polymer Nanocomposites for Aerospace Applications: A Review. Polymers. Vol. 14, n. 19 (4084), 2022.
- 129. CANEGHEM, J. V.; ACKER, K. V.; GREEF, J. de; WAUTERS, G.; VANDECASTEELE, C. Waste-to-energy is compatible and complementary with recycling in the circular economy. Clean Technologies and Environmental Policy. Vol. 21, n. 5, pag. 925–939, 2019.
- 130. KYNČLOVÁ, P.; UPADHYAYA, S.; NICE, T. Composite index as a measure on achieving Sustainable Development Goal 9 (SDG-9) industry-related targets: The SDG-9 index. Applied Energy. Vol. 265, n. 114755, 2020.
- 131. INGALDI, M.; ULEWICZ, R. The Business Model of a Circular Economy in the Innovation and Improvement of Metal Processing. Sustainability (Switzerland). Vol. 16, n. 13, 2024.
- 132. SHAVA, G. N.; MKWELIE, N.; NDLOVU, M. J.; ZULU, E. **Higher Education Institutions' Sustainable Development towards Agenda 2030: A Global Goals in Policy and Curriculum**. International Journal of Research and Innovation in Social ScienceVol. VII, n. IV, pag. 1320–1336, 2023.

- 133. HUCK, W.; KURKIN, C. **The UN Sustainable Development Goals (SDGs) in the Transnational Multilevel System**. Heidelberg Journal of International Law (HJIL)/ Zeitschrift für ausländisches öffentliches Recht und Völkerrecht (ZaöRV). Vol. 2, pag. 375–424, 2018.
- 134. COSTA, E. Industry 5.0 and SDG 9: a symbiotic dance towards sustainable transformation. Sustainable Earth Reviews. Vol. 7, n. 1, pag. 1-4, 2024.
- 135. DESCHRYVER, P.; MARIZ, F. de. What Future for the Green Bond Market? How Can Policymakers, Companies, and Investors Unlock the Potential of the Green Bond Market? Journal of Risk and Financial Management. Vol. 13, n. 3 (61), 2020.
- 136. BONFANTE, M. C.; RASPINI, J. P.; FERNANDES, I. B.; FERNANDES, S.; CAMPOS, L. M. S.; ALARCON, O. E. **Achieving Sustainable Development Goals in rare earth magnets production: A review on state of the art and SWOT analysis**. Renewable and Sustainable Energy Reviews. Vol. 137, n. 110616, 2021.
- 137. SINGH, K.; ANSARI, F. A.; INGLE, K. N.; GUPTA, S. K.; AHIRWAL, J.; DHYANI, S.; SINGH, S.; ABHILASH, P. C.; RAWAT, I.; BYUN, C.; BUX, F. Microalgae from wastewaters to wastelands: Leveraging microalgal research conducive to achieve the UN Sustainable Development Goals. Renewable and Sustainable Energy Reviews. Vol. 188, n. 1 (113773), 2023.
- 138. NESTER, A.; TRETYAKOVA, L.; MITIUK, L.; PRAKHOVNIK, N.; HUSIEV, A. Remediation of soil containing sludge generated by printed circuit board production and electroplating. Environmental Research, Engineering and Management. Vol. 76, n. 4, pag. 68–75, 2020.

# 9. ANEXOS

Anexo 1 - Tabela das amostras na qualificação de mestrado

Inicialmente as amo<u>stras tiveram a nomenclatura e prop</u>orções das misturas.

Amostras	LG	COr
LG - A	20	0
LG - B	9	1
LG - C	4	1
LG - D	7	3
LG - E	3	2
LG - F	1	1
LG - G	2	3
LG - H	3	7
LG - I	1	4
LG - J	1	9

Fonte: Próprio autor

Massa de todas amostras depois do resfriamento e a presença de magnetização

Amostras	Perca da massa em %	Magnetização
LG - A	33,35	Não
LG - B	40,30	Sim
LG - C	49,35	Sim
LG - D	53,70	Sim
LG - E	58,35	Sim
LG - F	60,35	Sim
LG - G	64,85	Sim
LG - H	69,50	Sim
LG - I	73,80	Sim
LG - J	79,25	Sim

Fonte: Próprio autor

Anexo 2 - Difratogramas das amostras na qualificação de mestrado

