



## Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2017 005907 3

### Dados do Depositante (71)

---

#### Depositante 1 de 2

**Nome ou Razão Social:** centro federal de educação tecnológica de minas gerais

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 17220203000196

**Nacionalidade:** Brasileira

**Endereço:** Av. Amazonas, 5253, Nova Suíça

**Cidade:** Belo Horizonte

**Estado:** MG

**CEP:** 30480-000

**País:** Brasil

**Telefone:** (31) 33197173

**Fax:** (31) 33197173

**Email:** cit@adm.cefetmg.br

## Depositante 2 de 2

**Nome ou Razão Social:** FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA DO ESTADO DE MINAS GERAIS - FAPEMIG

**Tipo de Pessoa:** Pessoa Jurídica

**CPF/CNPJ:** 21949888000183

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Jurídica:** Órgão Público

**Endereço:** Av. José Cândido da Silveira, 1500, Horto

**Cidade:** Belo Horizonte

**Estado:** MG

**CEP:** 31035-536

**País:** BRASIL

**Telefone:**

**Fax:**

**Email:**

## Dados do Pedido

---

**Natureza Patente:** 10 - Patente de Invenção (PI)

**Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54):** PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS MAGNÉTICOS DE OXI-HIDRÓXIDO DE FERRO, PRODUTOS E USO

**Resumo:** A presente invenção descreve o processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro, produto e uso, através da precipitação de nanopartículas magnéticas, preferencialmente magnetita e/ou maghemita, na superfície de partículas de oxi-hidróxidos de ferro (akaganeita, hematita, goethita e/ou ferridrita, dentre outros) em qualquer proporção de magnetita/oxi-hidróxido de ferro. O nanocompósito assim obtido apresenta nanopartículas magnéticas aderidas às partículas de oxi-hidróxido de ferro, formando agregados estáveis, e possui propriedades sortiva e catalítica, podendo ser aplicado em sistemas ambientais, como no tratamento de efluentes industriais contendo arsênio pentavalente e trivalente (H<sub>3</sub>AsO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>AsO<sub>3</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, AsO<sub>3</sub><sup>3-</sup>, H<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>AsO<sub>4</sub><sup>-</sup>, HAsO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, AsO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), sem a necessidade prévia de pré-oxidação da espécie As(III), metais pesados, e outros contaminantes, e em sistemas aquosos de catálise, como catalisador de reações de formação e decomposição de substâncias. No presente pedido, são apresentados exemplos de aplicação de nanocompósitos magnéticos de akaganeita ( $\gamma$ -FeOOH) na adsorção de As(III) e As(V).

**Figura a publicar:** n

## Dados do Inventor (72)

---

### Inventor 1 de 3

**Nome:** ANGELA DE MELLO FERREIRA

**CPF:** 52274870659

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Professor do ensino superior

**Endereço:** Rua Stella Hanriot, 405, apt 504, Bairro Buritis

**Cidade:** Belo Horizonte

**Estado:** MG

**CEP:** 30421-169

**País:** BRASIL

**Telefone:** (31) 331 97173

**Fax:** (31) 331 97173

**Email:** cit@adm.cefetmg.br

### Inventor 2 de 3

**Nome:** GABRIELA CORDEIRO SILVA

**CPF:** 06033442679

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Engenheiro, arquiteto e afins

**Endereço:** Rua Jacutinga, 909, apto 103, bloco 04 - Padre Eustáquio

**Cidade:** Belo Horizonte

**Estado:** MG

**CEP:** 30730-430

**País:** BRASIL

**Telefone:** (31) 331 97173

**Fax:**

**Email:** cit@adm.cefetmg.br

### Inventor 3 de 3

**Nome:** ROSANA ROCHA CUNHA

**CPF:** 09187422697

**Nacionalidade:** Brasileira

**Qualificação Física:** Engenheiro, arquiteto e afins

**Endereço:** Rua Cristóvão Colombo, 135, Bairro Citrolândia

**Cidade:** Betim

**Estado:** MG

**CEP:**

**País:** BRASIL

**Telefone:** (31) 331 97173

**Fax:**

**Email:** cit@adm.cefetmg.br

### Documentos anexados

---

<b>Tipo Anexo</b>	<b>Nome</b>
Procuração	PROCURAÇÃO FAPEMIG.pdf
Relatório Descritivo	Relatório Descritivo.pdf
Reivindicação	REIVINDICAÇÕES.pdf
Resumo	RESUMO.pdf
Desenho	Figuras.pdf
Comprovante de pagamento de GRU 200	GRU paga.pdf

### Acesso ao Patrimônio Genético

---

- Declaração Negativa de Acesso - Declaro que o objeto do presente pedido de patente de invenção não foi obtido em decorrência de acesso à amostra de componente do Patrimônio Genético Brasileiro, o acesso foi realizado antes de 30 de junho de 2000, ou não se aplica.

### Declaração de veracidade

---

- Declaro, sob as penas da lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras.

PROCURAÇÃO

**A FUNDAÇÃO DE AMPARO À PESQUISA DO ESTADO DE MINAS GERAIS - FAPEMIG**, pessoa jurídica de direito público, com sede na Rua Raul Pompéia, n. 101, Bairro São Pedro, na cidade de Belo Horizonte, Minas Gerais, inscrita no CNPJ sob o n. 21.949.888/0001-83, neste ato representada pelo Procurador Chefe da FAPEMIG, Ildeu Viana da Silva, brasileiro, OAB/MG N. 30.900, MASP 067.143-8, de acordo com a Portaria PRE N. 075/2013, confere poderes especiais ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG, inscrito no CNPJ/MF sob o n. 17.220.203/0001-96, na pessoa de seu representante legal ou procurador devidamente constituído, **para representá-la perante o Instituto Nacional da Propriedade Industrial – INPI, nos processos de proteção intelectual do CEFET-MG em que a FAPEMIG figure como cotitular, conforme Deliberação 72/2013 da FAPEMIG, podendo efetuar os seguintes procedimentos e seus desdobramentos: depósitos de patente, registros de programas de computador e registros de desenhos industriais, conforme os atos previstos em lei, agindo em conjunto ou separadamente, para o bom e fiel cumprimento do presente mandato.**

Belo Horizonte, 02 de setembro de 2014.



Ildeu Viana da Silva  
Procurador Chefe da FAPEMIG

*Ildeu Viana da Silva*  
Masp 067.143-8  
Procurador Chefe  
FAPEMIG

## **“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS MAGNÉTICOS DE OXI-HIDRÓXIDO DE FERRO, PRODUTO E USO”**

[001] A presente invenção descreve o processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro, produto e uso, através da precipitação de nanopartículas magnéticas, preferencialmente magnetita e/ou maghemita, na superfície de partículas de oxi-hidróxidos de ferro (akaganeita, hematita, goethita e/ou ferridrita, dentre outros) em qualquer proporção de magnetita/oxi-hidróxido de ferro. O nanocompósito assim obtido apresenta nanopartículas magnéticas aderidas às partículas de oxi-hidróxido de ferro, formando agregados estáveis, e possui propriedades sortiva e catalítica, podendo ser aplicado em sistemas ambientais, como no tratamento de efluentes industriais contendo arsênio pentavalente e trivalente ( $\text{H}_3\text{AsO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$ ,  $\text{HAsO}_3^{2-}$ ,  $\text{AsO}_3^{3-}$ ,  $\text{H}_3\text{AsO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$ ,  $\text{HAsO}_4^{2-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ), sem a necessidade prévia de pré-oxidação da espécie As(III), metais pesados, e outros contaminantes, e em sistemas aquosos de catálise, como catalisador de reações de formação e decomposição de substâncias. No presente pedido, são apresentados exemplos de aplicação de nanocompósitos magnéticos de akaganeita ( $\beta\text{-FeOOH}$ ) na adsorção de As(III) e As(V).

[002] Os processos de sorção e catálise em fase sólida aparecem como bastante promissores por serem econômicos, eficientes, de modo que podem ser seletivos e/ou específicos, de fácil aplicação em larga escala quando comparados a outros métodos, produzem uma quantidade menor de resíduos e ainda há a possibilidade de se regenerar e reutilizar o material (FERGUSON J F, DAVIS J, 1972. A review of the arsenic cycle in natural waters. *Water Research*, 6, 1259-1274; SILVA G C, ALMEIDA F S, FERREIRA A M, CIMINELLI V S T, 2012. Preparation and application of a magnetic composite ( $\text{Mn}_3\text{O}_4/\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) for removal of As(III) from aqueous solutions. *Materials Research*, 15, 403-408; NEUMANN A, KAEGI R, VOEGELIN A, HUSSAM A, MUNIR A K M, HUG S J, 2013. Arsenic removal with composite iron matrix filters in Bangladesh: A field and laboratory study. *Environmental Science Technology*, 47, 4544-4554; JEON C S, PARK S W, BAEK K, YANG J S, PARK J G, 2012. Application of iron coated zeolites (ICZ) for mine drainage treatment.

*Korean Journal of Chemical Engineering*, 29, 1171-1177). Partículas na escala nanométrica apresentam uma excelente área superficial específica, que aumenta a capacidade de catálise e sorção e a eficiência de transferência de massa. Entretanto, malgrado sua capacidade catalítica e sorção, partículas na escala nanométrica são de difícil aplicabilidade técnica, pois a disposição sob a forma de pós muito finos ou na forma de flocos ou gel dificulta os processos posteriores de separação sólido-líquido (CREMASCO M A, 2012. Operações Unitárias em Sistemas Particulados e Fluidomecânicos. Editora Blucher. São Paulo; PEÇANHA R, 2014. Sistemas particulados#: operações unitárias envolvendo partículas e fluidos. Elsevier - Rio de Janeiro, 1 ed., 424 p). Isto é, o pequeno tamanho de partícula dificulta os processos de filtração, que representam uma barreira para a aplicação de materiais de alto desempenho no tratamento de grandes volumes de soluções aquosas. Uma maneira inovadora de resolver este problema é a utilização de catalisadores/sorventes magnéticos, que podem ser separados do meio líquido via aplicação de um campo magnético. A separação magnética possui a vantagem de ser rápida, facilmente automatizada, e aplicada em operações de grande escala. Essa tecnologia tem grande potencial para ser aplicada em sistemas de catálise e sorção, visto que as partículas magnéticas podem se combinar com grupos funcionais ou compostos inorgânicos, formando os compósitos magnéticos funcionais (FERREIRA A M, SILVA G C, DUARTE H A, 2014. Materiais funcionais para a proteção ambiental. Química Nova na Escola - Cadernos Temáticos, 8, 30-38).

[003] As nanopartículas de oxi-hidróxidos de ferro atraem fortemente a atenção dos cientistas uma vez que elas possuem uma vasta gama de aplicações, tais como materiais catalíticos, sorventes, pigmentos, floculantes, revestimentos, sensores de gás e trocadores de íons (PARAMESHWARI R, PRIYADARSHINI P, CHANDRASEKARAN G, 2011. Optimization, structural, spectroscopic and magnetic studies on stable akaganeite nanoparticles via coprecipitation method. American Journal of Materials Science, 1, 18-25). Por exemplo, a estrutura de túnel da akaganeíta faz da fase  $\beta$ -FeOOH um material especialmente interessante nas áreas de catálise, materiais de eletrodo, troca iônica, adsorção e outras aplicações (ZHAO J, LIN W, CHANG Q, LI W, LAI Y, 2012. Adsorptive characteristics of akaganeite and its environmental

applications: a review. *Environmental Technology Reviews*, 1, 114-126). Neste contexto, tem crescido o número de estudos que investigam os materiais baseados em akaganeita, como o Hidróxido Férrico Granular (GFH), que é um adsorvente mineral para arsênio formado pela mistura contendo akaganeita com elevada área superficial e uma estrutura altamente porosa, caracterizada por  $\beta$ -FeOOH de baixa cristalinidade. OGFH está disponível comercialmente, e é freqüentemente considerado na avaliação de métodos de remoção de diversos contaminantes, já tendo sido aplicado para a remoção de arsênio.

[004] A síntese da akaganeita tem sido extensivamente investigada, devido à sua ampla aplicação. Nas primeiras sínteses, a akaganeita foi preparada mediante a hidrólise de soluções aquosas de  $\text{FeCl}_3$  a uma temperatura moderada e com um pH ácido ( $\text{pH} < 5$ ), o que evitou a formação de fases mais estáveis, tais como hematita e goethita (SCHWERTMANN U, CORNELL R M, 2008. *The iron oxides in the laboratory. VCH publishers: New York*). Posteriormente, a obtenção da  $\beta$ -FeOOH nanocristalina foi demonstrada por precipitação a partir de uma solução aquosa do cloreto férrico, usando carbonato de amônio como agente precipitante e investigando as propriedades de superfície do gel de oxi-hidróxido de ferro formado (DELIYANNI E A, BAKOYANNAKIS D N, ZOUBOULIS A I, MATIS K A, NALBANDIAN L, 2001. Akaganeite-type  $\beta$ -FeO(OH) nanocrystals: preparation and characterization. *Microporous and Mesoporous Material*, 42, 49-57). Nanoestruturas em formato de bastonetes de  $\beta$ -FeOOH, com boa dispersão foram sintetizadas usando um método de hidrólise de cloreto férrico em solução de etilenoglicol e uréia (ZHANG Y X, JIA Y, 2014. A facile solution approach for the synthesis of akaganeite ( $\beta$ -FeOOH) nanorods and their ion-exchange mechanism toward As(V) ions. *Applied Surface Science*, 290, 102-106). Ou seja, há uma grande variedade de técnicas para a produção da akaganeita, com base em métodos de hidrólise (métodos hidrotermais) ou síntese em meio de surfactante (ZHAO J, LIN W, CHANG Q, LI W, LAI Y, 2012. Adsorptive characteristics of akaganeite and its environmental applications: a review. *Environmental Technology Reviews*, 1, 114–126).

[005] Além de meios granulares, como GFH, outra forma de aplicação de oxi-hidróxidos de ferro é impregná-los nos poros de um suporte nanoparticulado, tais como argila (HAQUE N, MORRISON G,



CANOAGUILERA I, GARDEATOR-RESDEY J, 2008. Iron modified light expanded clay aggregates for the removal of arsenic (V) from groundwater. *Microchemical Journal*, 88, 7-13; VILLALBA J C, CONSTANTINO V R L, ANAISSI F J, 2010. Iron oxy-hydroxide nanostructured in montmorillonite clays: preparation and characterization. *Journal of Colloid and Interface Science*, 349, 49-55), sílica (HIJNEN N, CLEGG P S, 2012. Simple synthesis of versatile akaganeite-silica core-shell rods. *Chemistry of Materials*, 24, 3449-3457; TADIC M, MILOSEVIC I, KRALJ S, MBODJI M, MOTTE L, 2015. Silica-coated and bare akaganeite nanorods: structural and magnetic properties. *The Journal of Physical Chemistry C*, 119, 13868-13875), carbon ativado (CHANG Q, Lin W, YING W, 2010. Preparation of iron-impregnated granular activated carbon for arsenic removal from drinking water. *Journal of Hazardous Materials*, 184, 515-522), polímeros (MILLAN A. et al., 2009. Akaganeite polymer nanocomposites. *Polymer*, 50, 1088-1094; IESAN C M, CAPAT C, RUTA F, UDREA I, 2008. Evaluation of a novel hybrid inorganic/organic polymer type material in the arsenic removal process from drinking water. *Water Research*, 42, 4327-4333), etc. Entretanto, a aplicação de oxi-hidróxidos de ferro formando compósitos com nanopartículas magnéticas é inédita e sem precedentes.

[006] Inúmeras metodologias têm sido desenvolvidas para obtenção de nanopartículas magnéticas de diferentes morfologias, tamanho controlado, e com elevada magnetização (NAKAYA M, NISHIDA R, MURAMATSU A, 2014. Size control of magnetite nanoparticles in excess ligands as a function of reaction temperature and time. *Molecules*, 19, 11395-11403; MASCOLO M C, PEI Y, RING T A, 2013. Room Temperature Co-Precipitation Synthesis of Magnetite Nanoparticles in a Large pH Window with Different Bases. *Materials*, 6, 5549-5567; ANDRADE A L. et al, 2010. pH effect on the synthesis of magnetite nanoparticles by the chemical reduction precipitation method. *Química Nova*, 33, 524-527). A co-precipitação é a metodologia de síntese mais referenciada na literatura para obtenção de partículas magnéticas. Esta técnica fundamenta-se na co-precipitação de sais de ferro (íons  $Fe^{2+}$  e  $Fe^{3+}$  na razão molar 1:2) na presença de uma base. O método da co-precipitação se destaca pela simplicidade, eficiência, homogeneidade química, baixas temperaturas de síntese, obtenção de partículas finas (diâmetros médios

inferiores a 25 nm) com boa área superficial específica, uniformidade, baixa aglomeração, tempo de reação relativamente pequeno e possibilidade de processamento em grande escala, com formação de grande quantidade de partículas (SALVIANO L B, 2014. Avaliação microestrutural de nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) obtidas por co-precipitação em diferentes condições de síntese. Dissertação (Mestrado) - Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 100p; FERREIRA R V, 2009. Síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas funcionalizadas com núcleo magnético de magnetita. *Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Química – Físico-Química, Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte*, 104f; PETCHAROENA K, SIRIVAT A, 2012. Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles via the chemical co-precipitation method. *Materials Science and Engineering: B*, 177, 421–427; VALENZUELA R. et al., 2009. Influence of stirring velocity on the synthesis of magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) by the co-precipitation method. *Journal of Alloys and Compounds*, 488, 227–231). Entretanto, apesar da tecnologia para a produção de partículas magnéticas já ser conhecida de especialistas no assunto, sua síntese na presença de partículas de oxi-hidróxidos de ferro, formando compósitos magnéticos, é inédita e sem precedentes.

[007] O documento MX2014016129A descreve a obtenção de akaganeita (oxi-hidróxido de ferro,  $\beta\text{-FeOOH}$ ) nanoparticulada pura superparamagnética. Nesse documento não é feita nenhuma menção quanto à obtenção de um compósito ou nanocompósito. Além disso, o uso do produto descrito no documento restringe-se à área médica, no transporte de fármacos através da utilização de campos magnéticos externos (Pedido de patente MX2014016129A intitulado “Proceso de obtencion de nanoparticulas ultrafinas de akaganeita, proceso de formulacion de um agente terapêutico sobre las mismas y su uso localizado con campos magneticos”).

[008] Já são conhecidas do especialista no assunto as tecnologias de incorporação de nanopartículas magnéticas em carvão ativado, grafeno, argilas, zeólitas e polímeros (Pedido de patente BR102015006670-8A2, intitulado “USO DO COMPÓSITO MAGNÉTICO HÍBRIDO DE POLIANILINA/ALGINATO/ÓXIDO METÁLICO PARA REMOÇÃO DE METAIS PESADOS DE MEIOS AQUOSOS”; Pedido de patente B1O2013019969-9A2,

intitulado “COMPÓSITO MAGNÉTICO DE ZEÓLITA DE CINZAS DE CARVÃO COMO MATERIAL ADSORVENTE PARA REMOÇÃO DE CORANTES EM EFLUENTES”; Pedido de patente BR102014015139-7A2, intitulado “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITO, NANOCOMPÓSITO, MÉTODO DE CAPTURA E RECUPERAÇÃO DE UM MATERIAL SOLUBILIZADO E/OU DISPERSO EM MEIO ORGÂNICO OU INORGÂNICO, MÉTODO DE PURIFICAÇÃO DE UM MEIO ORGÂNICO OU INORGÂNICO E KIT PARA CAPTURA E RECUPERAÇÃO DE UM MATERIAL SOLUBILIZADO E/OU DISPERSO EM MEIO ORGÂNICO OU INORGÂNICO”; Patente CN104525103 (A), intitulada “Magnetic iron oxide/sepiolite nanocomposite and preparation method and application thereof”; Patente CN105478078(A), intitulada “Preparation method and use of highly dispersed magnetic graphene nanometer adsorbent”). Existem várias técnicas, entre elas a polimerização e o método solvotérmico (Pedido de patente BR102013022380-8A2, intitulado “NANOCOMPÓSITOS MAGNÉTICOS MICROPARTICULADOS BASEADOS EM POLI (PIVALATO DE VINILA) E NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS, SEU PROCESSO DE OBTENÇÃO E SUAS APLICAÇÕES”; Patente CN105315461(A), intitulada “Method for preparing polyaniline-ferro ferric oxide (PANI-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) nanocomposite by solvothermal method). Entretanto, esses processos são complexos envolvendo elevadas temperaturas e o uso de atmosfera de gás inerte e/ou vácuo, o que eleva seu custo final e impossibilita a utilização desses materiais em sistemas ambientais. A patente PI11031794A2, por exemplo, intitulada “PROCESSO DE PREPARAÇÃO DE ADSORVENTES MAGNÉTICOS”, trata de um processo de preparação de adsorventes magnéticos à base de nanocompósitos de carvão ativado e nanopartículas superparamagnéticas de óxido de ferro através da decomposição térmica de complexos metal-orgânicos, que ocorre entre 180°C e 330°C de temperatura. Já a patente CN105521764(A), intitulada “Coated magnetic nanocomposite material used for sewage treatment, and preparation method and application thereof”, trata do processo de obtenção de nanocompósito magnético de carbono mesoporoso a partir de calcinação em atmosfera inerte de argônio.

[009] Portanto, o fato de se incorporar nanopartículas magnéticas em oxi-hidróxidos de ferro, a partir de um processo aquoso, que não envolve elevadas temperaturas, é inédito e sem precedentes.

[010] **OBJETIVOS DA INVENÇÃO:** Um dos objetivos da presente invenção é solucionar inconvenientes apresentados em métodos convencionais de síntese de nanocompósitos, como por exemplo, altas temperaturas, subprodutos tóxicos, tempos longos de reação, dentre outros.

[011] Outro objetivo é a produção de nanocompósitos magnéticos para solucionar inconvenientes apresentados em métodos convencionais de separação sólido-líquido, como por exemplo, a filtração de grandes volumes aquosos.

[012] Outro objetivo é a produção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro, que possam ser empregados na remoção de contaminantes de meios aquosos, a fim de serem utilizados em processos de tratamento de efluentes e água potável.

[013] Outro objetivo é a utilização desses nanocompósitos em sistemas aquosos catalíticos, atuando como catalisador em reações de formação e decomposição de substâncias.

[014] Outro objetivo é que as nanopartículas magnéticas nesses nanocompósitos sejam completamente aderidas às partículas de oxi-hidróxido de ferro, formando agregados coesos e estáveis.

[015] Além disso, de acordo com a presente invenção os objetivos e vantagens são atingidos através de um produto que é facilmente separado do meio aquoso pela aplicação de um campo magnético e possui elevada capacidade sortiva e catalítica.

[016] Outros objetivos e vantagens do processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro serão aparentes através da descrição e figuras a seguir.

[017] **DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO:** A presente invenção consiste no processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos, que compreende a etapa da mistura de solução aquosa dos precursores de íons de ferro bivalente e trivalente, na presença de partículas de oxi-hidróxido de ferro (akaganeita, hematita, goethita e/ou ferridrita), em meio básico (pH entre 8 e 14), com posterior precipitação de partículas magnéticas ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e/ou  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ).

As partículas magnéticas iniciam sua cristalização na superfície das partículas de oxi-hidróxido de ferro e mantêm-se aderidas a essas, formando agregados estáveis, que consistem nos nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro. As partículas de oxi-hidróxido de ferro podem ser sintéticas ou naturais e apresentar as mais diversas geometrias, como bastões, agulhas, fibras, tubos e/ou *somatoids*, dentre outras. As partículas magnéticas formadas podem também apresentar diversas morfologias, como cúbica, tetraédrica, octaédrica e/ou esférica, dentre outras.

[018] O processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro é caracterizado por apresentar as seguintes etapas (Figura 1):

- (i) Adição de água deionizada em um reator fechado, à pressão atmosférica, acoplado a um sistema de aquecimento. A água deionizada deve ser previamente degaseificada ou saturada de gás inerte para que não haja oxigênio dissolvido;
- (ii) Adição de uma fonte de íons de Fe(II), como por exemplo, sais de sulfato, nitrato ou cloreto de Fe(II), e uma fonte de íons de Fe(III), como por exemplo, sais de sulfato, nitrato ou cloreto de Fe(III). A razão molar de íons Fe(II)/Fe(III) varia de 0,01 a 1,00. Essa solução é deixada em agitação, compreendida entre 200 e 2000rpm, utilizando agitador mecânico, agitador magnético ou ultrassom, até que a mistura seja completa;
- (iii) Adição de partículas de oxi-hidróxido de ferro, como por exemplo, akaganeita, hematita, goethita ou ferridrita. As partículas de oxi-hidróxido de ferro podem ser sintéticas ou naturais e apresentar as mais diversas geometrias, como bastões, agulhas, fibras, tubos e/ou *somatoids*, dentre outras;
- (iv) Prosseguimento da agitação por mais um período até que se complete a dispersão da fase sólida descrita em (iii);
- (v) Aquecimento do sistema sob agitação a uma temperatura compreendida entre 40 e 100°C, monitorada com auxílio de um termômetro ou termopar;
- (vi) Adição, gota a gota, de 5 a 100 mL de uma solução básica, ao longo de 1 a 60 minutos sob agitação. A solução básica deve ser previamente preparada misturando-se água deionizada com uma base, como por exemplo, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de cálcio ou amônia. O pH do

sistema, controlado por meio de eletrodo de pH, deve estar compreendido entre 8 e 14;

(vii) Prosseguimento da agitação por mais um período de 5 a 90 min até que se complete a precipitação da fase sólida, consistindo de nanopartículas magnéticas, preferencialmente  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e/ou  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , aderidas à superfície das partículas descritas em (iii), formando um nanocompósito magnético sólido como produto final;

(viii) Resfriamento do sistema, em repouso, a uma temperatura compreendida entre 2 e 30°C, durante 30 min a 48 horas;

(ix) Aplicação de campo magnético, com magnitude variando entre 0,05 a 2,00 T, proveniente de uma barra imantada ou qualquer sistema de geração de campo magnético, na parede do reator, para separação do sólido formado na solução aquosa descrito em (vii);

(x) Reciclagem da solução aquosa após a separação descrita em (ix);

(xi) A ação do campo magnético é cessada e o sólido (produto final da síntese) é retirado do reator e transferido para um tanque de lavagem contendo uma mistura de água destilada e 5 a 30% de álcool etílico. A suspensão é agitada por um intervalo de tempo de 10 a 30 minutos. O sólido lavado pode ser separado do líquido por centrifugação ou separação magnética e seco à temperatura de 30 a 70°C por um tempo de 10 a 24 horas;

(xii) Armazenamento do produto final (nanocompósito magnético) para ser utilizado.

[019] O nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro foi analisado por microscopia eletrônica de transmissão (MET). Essa técnica de caracterização permite a avaliação de materiais na escala nano. Através desse equipamento, um feixe muito fino de elétrons incide sobre o nanocompósito magnético e os elétrons transmitidos são analisados, obtendo-se informações sobre morfologia, tamanho de partícula do material, defeitos estruturais, identificação de fases, dentre outros.

[020] Outra técnica empregada para caracterizar e comprovar a existência de duas fases no nanocompósito magnético ora descrito foi a difração de raios-X (DRX) com o método de refinamento Rietveld (MR). A DRX é empregada para determinar as fases cristalinas presentes no nanocompósito magnético, bem como tamanho de cristalitos, avaliando a cristalinidade e a

possibilidade de existência de subprodutos. O método de refinamento MR é uma técnica robusta de refinamento estrutural e de análise quantitativa de fases minerais, através da difração de raios-X. Através do MR é possível a determinação de parâmetros de rede, do tamanho de grão e a quantificação de das fases presentes no nanocompósito magnético.

[021] A identificação de fases por DRX e as imagens obtidas por MET do nanocompósito magnético estão representadas nas Figuras 2 e 3, mencionadas durante a descrição desse processo. Nessas figuras, percebe-se de uma forma muito clara que o nanocompósito consiste de duas fases distintas, com diferentes morfologias, estando as nanopartículas da fase magnética (de morfologia cúbica, octaédrica ou esférica) aderidas à superfície das partículas da fase de oxi-hidróxido de ferro (nanobastões, agulhas ou *somatoids*).

[022] O nanocompósito obtido foi desenvolvido a princípio, para ser aplicado na remoção das espécies de arsênio trivalente e pentavalente ( $\text{H}_3\text{AsO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$ ,  $\text{HAsO}_3^{2-}$ ,  $\text{AsO}_3^{3-}$ ,  $\text{H}_3\text{AsO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$ ,  $\text{HAsO}_4^{2-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ) em meios aquosos. Entretanto, como é de conhecimento de qualquer especialista no assunto, o mesmo nanocompósito pode ser empregado em outras situações semelhantes, como na remoção de íons de fosfato, antimônio e metálicos, além de em sistemas envolvendo catálise, desde que, feitas as adaptações adequadas de conhecimento de técnico no assunto.

[023] Já é bastante conhecido do técnico no assunto, os métodos de obtenção de nanopartículas magnéticas e oxi-hidróxidos de ferro separadamente. Por outro lado, o processo ora descrito permite a obtenção, a partir de um método químico envolvendo um meio aquoso, de um único material (nanocompósito) formado por nanopartículas magnéticas aderidas à superfície de oxi-hidróxidos de ferro, formando agregados coesos e estáveis.

[024] Além disso, os nanocompósitos desta patente apresentam propriedade magnética, que facilita sua separação de meios líquidos, combinada com capacidade de sorção e catálise, que propicia sua aplicação em tratamento de efluentes e outros sistemas que envolvem sorção e catálise.

[025] O processo de síntese e aplicação do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro pode ser mais bem compreendido através dos seguintes exemplos, não limitantes, servindo apenas como forma ilustrativa do mesmo.

[026] **Exemplo 1: Síntese do oxi-hidróxido de ferro  $\beta$ -FeOOH (akaganeita):** A síntese da akaganeita foi realizada com base nos procedimentos descritos por Schwertmann e Cornell (2008) (SCHWERTMANN, U; CORNELL, R. M. 2008. The iron oxides in the laboratory: preparation and characterization. 2ed. Weinheim-VHC: New York). Em primeiro lugar, adiciona-se, em um béquer com barras magnéticas, 20,3 g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e 1,5 L de água deionizada, deixados reagir a temperatura ambiente, observando-se a completa dissolução do sal. Em seguida, a solução é mantida em estufa, durante 8 dias sob a temperatura de 50 °C. Após esses 8 dias, o oxi-hidróxido de ferro é obtido. A próxima etapa, então, é a filtração por meio de um filtro Millipore® 0,45  $\mu\text{m}$  e a secagem do sólido na estufa a 60 °C.

[027] Ressalta-se neste Exemplo 1, que foi obtida apenas a fase  $\beta$ -FeOOH, conforme pode ser observado no difratograma mostrado na Figura 4, em que se determinou uma cristalinidade de 99,0 %. Além disso, o espectro Raman, mostrado na Figura 5, confirma as principais bandas que são utilizadas para caracterizar as vibrações de ligações na akaganeita, são elas: 314, 380, 549 e 722  $\text{cm}^{-1}$ . Todas as bandas que ocorrem em baixa frequência (308, 387, 536 e 717  $\text{cm}^{-1}$ ), são relativas às vibrações normais do octaedro Fe-O.

[028] Outro ponto a enfatizar é que o sólido obtido possui a morfologia típica da akaganeita: *somatoïds* com tamanho médio de 200x50nm, como está sendo mostrado na imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET), ilustrada na Figura 6. Nesse sólido, verifica-se que a área superficial BET é 21  $\text{m}^2/\text{g}$  e o  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  igual a 7,02 (Figura 7). Além disso, a akaganeita obtida possui um teor de cloreto de 6,5%, medido por Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDX). Ainda, o espectro de infravermelho (FTIR) do sólido, mostrado na Figura 8, apresenta as bandas no intervalo de 820 até 630  $\text{cm}^{-1}$ , relacionadas aos modos de vibração das ligações O-H---Cl, características da akaganeita com elevado teor de cloreto.

[029] **Exemplo 2: Síntese do nanocompósito magnético de akaganeita ( $\beta$ -FeOOH) e magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )** - O nanocompósito magnético  $\beta$ -FeOOH/  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  foi sintetizado por precipitação de nanopartículas de magnetita na presença de nanopartículas de akaganeita, previamente obtida (Exemplo 1). A síntese da magnetita foi realizada com base nos procedimentos descritos por



Valenzuela et al. (2009) apud Salviano (2014) (VALENZUELA R. et al., 2009. Influence of stirring velocity on the synthesis of magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) by the co-precipitation method. *Journal of Alloys and Compounds*, 488, 227-231; SALVIANO L B, 2014. Avaliação microestrutural de nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) obtidas por co-precipitação em diferentes condições de síntese. *Dissertação (Mestrado) - Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte*, 100p). Primeiramente, preparou-se uma solução de íons Fe(II) e Fe(III) na proporção 1:2 a partir da dissolução de cerca de 0,52 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  e 0,90 g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  em 100 mL de água deionizada previamente degaseificada. Após a dissolução completa dos sais de ferro, adicionou-se aproximadamente 1,8 g da akaganeita que atuará como substrato para a cristalização da magnetita, utilizando-se ultrassom para facilitar a dispersão. Logo em seguida, o sistema foi colocado em banho-maria sob agitação magnética. O monitoramento da temperatura foi realizado com o auxílio de um termômetro em contato direto com o meio de síntese. Assim que o sistema atingiu a temperatura de 80 °C, foram adicionados cerca de 7 mL de uma solução básica (9 g de KOH em 50 mL da água) gota a gota, ao longo de aproximadamente 5 minutos. Após a adição completa da solução básica, o sistema foi mantido sob agitação e temperatura constantes por aproximadamente 40 minutos. Após esse tempo de agitação, o sistema contendo o precipitado escuro foi deixado em repouso para resfriamento durante 24 horas. O pH final foi de aproximadamente 13,41. Após as 24 horas, o precipitado foi separado magneticamente e lavado com álcool etílico e água destilada. A secagem foi feita em estufa a vácuo a 60 °C. O rendimento foi de aproximadamente 2,1388g (aproximadamente 84% de akaganeita, teoricamente).

[030] Ressalta-se que o produto obtido de acordo com as etapas descritas acima é atraído de forma eficiente com a aproximação de uma placa imantada (IMATEC) comprovando suas propriedades magnéticas. Além disso, o produto sólido (nanocompósito) é formado por duas fases:  $\beta\text{-FeOOH}$  (akaganeita) e  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetita), como mostrado no difratograma ilustrado na Figura 2. A predominância da fase akaganeita (76%) no produto é obtida por MR. Verifica-se que o valor de  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  é 6,99 (Figura 9). Além disso, o espectro FTIR do nanocompósito, ilustrado na Figura 10, mostra que a banda em 850

$\text{cm}^{-1}$ , atribuída às vibrações da ligação O–H---Cl diminui sua intensidade em comparação ao espectro da akaganeita pura, devido à troca dos íons cloreto pelos íons hidroxila, durante a síntese em meio básico, e apresenta um deslocamento causado pela presença da magnetita.

[031] Outro ponto a enfatizar são as morfologias típicas da akaganeita (*somatoïdal* e nanobastões) e da magnetita (cúbica), com tamanhos médios de cristalito estimados em 100-200 nm de comprimento e 10-50 nm de diâmetro para a akaganeita e 5-15 nm para a magnetita, como está sendo mostrado nas imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), ilustradas na Figura 3.

[032] **Exemplo 3: Aplicação de um nanocompósito magnético de  $\beta$ -FeOOH na remoção de As(V)** - A fim de aplicar o nanocompósito magnético de  $\beta$ -FeOOH, obtido no Exemplo 2, na remoção de As(V), ensaios de adsorção foram feitos misturando-se, aproximadamente, 50 mg do nanocompósito com 25 mL de solução de As(V) em concentrações entre 5 e 50 mg/L, em duplicata. As soluções de As(V) foram preparadas a partir de  $\text{HAsNa}_2\text{O}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . O pH do ensaio foi ajustado para 5,0 com HCl 1,0 mol/L, aferindo-se com pHmetro. A mistura foi submetida à agitação em uma incubadora refrigerada *shaker* Marconi MA 830 por 24 horas a 200 rpm e  $(25 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ .

[033] Realizou-se o *Branco*, no qual há apenas o ajuste de pH e o nanocompósito, e o *Controle*, que contém apenas a solução de arsênio e ajuste de pH. Ou seja, a solução Branco é útil para avaliar a influencia do sólido na variação de pH e a solução controle para determinar a verdadeira concentração inicial da solução de arsênio.

[034] Após o período de 24 horas, o nanocompósito foi separado da solução aquosa por centrifugação ou separação magnética (com a placa imantada IMATEC) e o sobrenadante foi analisado por Espectroscopia de Absorção Atômica (AAS) para determinação da concentração do arsênio remanescente. Utilizou-se um espectrofotômetro Varian modelo Spectra AA55B com chama de  $\text{N}_2\text{O}$  e acetileno sob fluxo de 3,5 e 4,5 L/min, respectivamente. As leituras de absorvância foram realizadas no comprimento de onda de 193,7 nm.

[035] A isoterma de sorção de As(V), que mostra a quantidade de arsênio (em miligrama) por grama do nanocompósito em função da

concentração de equilíbrio de arsênio na solução (mg/L), está mostrada na Figura 11. A capacidade sortiva máxima de As(V) e a afinidade do nanocompósito pelos oxianions de arsênio pentavalente são avaliadas na isoterma. A capacidade sortiva máxima do nanocompósito, que corresponde ao patamar da isoterma, é de  $(8\pm 1)$  mg/g; e a afinidade do nanocompósito por As(V), que corresponde à inclinação da isoterma em concentrações de equilíbrio baixas, é elevada. Materiais com elevada afinidade, tais como o da presente invenção, são importantes na remoção de contaminantes traços e sub-traços, como é o caso do arsênio.

[036] **Exemplo 4: Aplicação de um nanocompósito magnético de  $\beta$ -FeOOH na remoção de As(III)** - A fim de aplicar o nanocompósito magnético de  $\beta$ -FeOOH, obtido no Exemplo 2, na remoção de As(III), ensaios de adsorção foram feitos misturando-se, aproximadamente, 50 mg do nanocompósito com 25 mL de solução de As(III) em concentrações entre 5 e 50 mg/L, em duplicata. As soluções de As(III) foram preparadas a partir de  $\text{NaAsO}_2$ . O pH do ensaio foi ajustado para 5,0 com HCl 1,0 mol/L, aferindo-se com pHmetro. A mistura foi submetida à agitação em uma incubadora refrigerada *shaker* Marconi MA 830 por 24 horas a 200 rpm e  $(25\pm 0,5)^\circ\text{C}$ .

[037] Realizou-se o *Branco*, no qual há apenas o ajuste de pH e o nanocompósito, e o *Controle*, que contém apenas a solução de arsênio e ajuste de pH. Após o período de 24 horas, o nanocompósito foi separado da solução aquosa por centrifugação ou separação magnética (com a placa imantada IMATEC) e o sobrenadante foi analisado por Espectroscopia de Absorção Atômica (AAS) para determinação da concentração do arsênio remanescente. Utilizou-se um espectrofotômetro Varian modelo SpectraAA55B com chama de  $\text{N}_2\text{O}$  e acetileno sob fluxo de 3,5 e 4,5 L/min, respectivamente. As leituras de absorvância foram realizadas no comprimento de onda de 193,7 nm.

[038] A isoterma de sorção de As(III), que mostra a quantidade de arsênio (em miligrama) por grama do nanocompósito em função da concentração de equilíbrio de arsênio na solução (mg/L), está mostrada na Figura 12. A capacidade sortiva máxima de As(III) do nanocompósito, que corresponde ao patamar da isoterma, é de  $(9\pm 1)$  mg/g, semelhante à obtida para As(V), o que é uma vantagem, pois evita a etapa de oxidação do As(III), que é geralmente utilizada em conjunto com outros processos de remoção

desse contaminante. Portanto, utilizando o nanocompósito em operações descontínuas e com separação magnética, pode-se otimizar a remoção de arsênio, principalmente em baixas concentrações, e diminuir os custos operacionais relacionados à separação sólido-líquido.

**[039] LISTA DE FIGURAS:**

**Figura 1:** Fluxograma do processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 2:** Difratoograma, com a identificação dos planos cristalográficos das fases akaganeita e magnetita, obtido a partir da difração de raios-X (DRX) do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 3:** Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (MET) do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, mostrando os nanobastões e *somatoïds* de akaganeita formando agregados com as nanopartículas cúbicas de magnetita.

**Figura 4:** Difratoograma, com a identificação dos planos cristalográficos da fase akaganeita, obtido a partir da difração de raios-X (DRX) do oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 5:** Espectro Raman, com a identificação das bandas de vibração das ligações presentes, do oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 6:** Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) do oxi-hidróxido de ferro, mostrando os *somatoïds* da akaganeita sintetizada.

**Figura 7:** Curva de titulação potenciométrica do oxi-hidróxido de ferro com KOH e HCl 0,01 M para determinação do ponto de carga zero.

**Figura 8:** Espectro FTIR, com a identificação das bandas de vibração das ligações presentes, do oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 9:** Curva de titulação potenciométrica do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro com KOH e HCl 0,01 M para determinação do ponto de carga zero.

**Figura 10:** Espectro FTIR, com a identificação das bandas de vibração das ligações presentes, do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro.

**Figura 11:** Isoterma de sorção de As(V) pelo nanocompósito magnético deoxi-hidróxido de ferro.

**Figura 12:** Isoterma de sorção de As(III) pelo nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro.

## **REIVINDICAÇÕES**

**1- Processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro, caracterizado por** (i) mistura contínua de água deionizada e degaseificada, sal contendo íons de Fe(II) e sal contendo íons de Fe(III), com razão molar de íons Fe(II)/Fe(III) variando de 0,01 a 1,00, em um reator com agitador, até que a dissolução seja completa; (ii) adição de partículas de oxi-hidróxido de ferro com prosseguimento da agitação por mais um período até que se complete a dispersão da fase sólida; (iii) aquecimento do sistema a uma temperatura compreendida entre 40 e 100°C; (iv) agitação e adição, gota a gota, de 5 a 100 mL de uma solução básica, ao longo de 1 a 60 minutos; (v) prosseguimento da agitação por mais um período de 5 a 60 min até que se complete a precipitação da fase sólida, formando um nanocompósito magnético sólido como produto final; (vi) resfriamento do sistema, em repouso, a uma temperatura compreendida entre 2 e 30°C, durante 30 min a 48 horas; (vii) aplicação de campo magnético, na parede do reator, para separação do produto final sólido da solução aquosa; (viii) lavagem do sólido com mistura de água e 5 a 30% álcool etílico; (ix) separação do sólido por centrifugação ou separação magnética. Secagem do sólido à temperatura de 30 a 70°C por um tempo de 10 a 24 horas.

**2- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de o reator ser fechado, à pressão atmosférica, e acoplado a um sistema de aquecimento.

**3- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que a temperatura é monitorada com auxílio de um termômetro ou termopar.

**4- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de o agitador empregado ser escolhido do grupo constituído pelos agitadores mecânicos, magnéticos, ultrassom e etc.

**5- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de a água deionizada não conter oxigênio dissolvido e, portanto, ser previamente degaseificada ou saturada de gás inerte.

**6- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de as fontes de íons de Fe(II) e Fe(III) empregadas serem escolhidas do grupo constituído pelos sais de ferro como sulfatos, nitratos, cloretos e etc.

**7- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que nas etapas (i), (ii), (iv) e (v), a agitação está entre 200 e 2000rpm.

**8- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, etapa (ii), **caracterizado pelo fato** de as partículas de oxi-hidróxido de ferro empregadas serem escolhidas do grupo constituído pelas fases akaganeita, hematita, goethita e/ou ferridrita, dentre outras.

**9- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, etapa (ii), **caracterizado pelo fato** de as partículas de oxi-hidróxido de ferro empregadas poderem ser sintéticas ou naturais e apresentar as mais diversas geometrias, como bastões, agulhas, fibras, tubos e/ou *somatoids*, dentre outras.

**10- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de o pH estar compreendido entre 8 e 14.

**11- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que o pH é monitorado por meio de eletrodo de pH.

**12- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, etapa (iv), **caracterizado pelo fato** de a solução básica ser preparada misturando-se água deionizada com uma base.

**13- Processo**, de acordo com as reivindicações 1 e 10, **caracterizado pelo fato** de a base utilizada ser escolhida do grupo constituído pelas bases como hidróxidos de potássio, cálcio, sódio, amônia e etc.

**14- Processo**, de acordo com a reivindicação 1, etapa (vii), **caracterizado pelo fato** de o campo magnético aplicado ser proveniente de uma barra imantada ou qualquer sistema de geração de campo magnético.

**15- Processo**, de acordo com as reivindicações 1 e 14, **caracterizado pelo fato** de a magnitude do campo magnético estar compreendida entre 0,05 e 2,00 T.

**16- Produto**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, compreendendo um nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, **caracterizado por** conter nanopartículas magnéticas aderidas à superfície das partículas descritas na etapa (ii) da reivindicação 1.

**17- Produto**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, compreendendo um nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, **caracterizado pelo fato** de as nanopartículas magnéticas, descritas na reivindicação 16, serem constituídas de óxidos de ferro magnéticos, selecionados do grupo abrangendo magnetita, maghemita, ferritas, e etc.

**18- Produto**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, compreendendo um nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, **caracterizado por** apresentar área superficial específica compreendida entre 15 e 400 m<sup>2</sup>/g.

**19- Produto**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, compreendendo um nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, **caracterizado pelo fato** de as nanopartículas magnéticas, descritas na reivindicação 16, poderem apresentar as mais diversas morfologias, como cúbica, octaédrica e/ou esférica, dentre outras; e tamanho médio de cristalito podendo variar entre 4 e 70 nm.

**20- Produto**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, compreendendo um nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro, **caracterizado pelo fato** de as partículas de oxi-hidróxido de ferro poderem apresentar as mais diversas morfologias, como bastões, agulhas, fibras, tubos e/ou *somatoïds*, dentre outras; e tamanhos médios de cristalito podendo variar de 4 a 500nm de comprimento e 4 a 100nm de diâmetro.

**21- Uso do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, **caracterizado por** ser na remoção de contaminantes traços e sub-traços, preferencialmente das espécies de arsênio (III) e (V) ( $H_3AsO_3$ ,  $H_2AsO_3^-$ ,  $HAsO_3^{2-}$ ,  $AsO_3^{3-}$ ,  $H_3AsO_4$ ,  $H_2AsO_4^-$ ,  $HAsO_4^{2-}$ ,  $AsO_4^{3-}$ ), e íons de fosfato, antimônio e metálicos.

**22- Uso do nanocompósito magnético de oxi-hidróxido de ferro**, obtido pelo processo definido em qualquer uma das reivindicações precedentes, **caracterizado por** ser como catalisador de reações de formação e decomposição de substâncias.



**RESUMO****“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS  
MAGNÉTICOS DE OXI-HIDRÓXIDO DE FERRO, PRODUTOS E USO”**

A presente invenção descreve o processo de obtenção de nanocompósitos magnéticos de oxi-hidróxido de ferro, produto e uso, através da precipitação de nanopartículas magnéticas, preferencialmente magnetita e/ou maghemita, na superfície de partículas de oxi-hidróxidos de ferro (akaganeita, hematita, goethita e/ou ferridrita, dentre outros) em qualquer proporção de magnetita/oxi-hidróxido de ferro. O nanocompósito assim obtido apresenta nanopartículas magnéticas aderidas às partículas de oxi-hidróxido de ferro, formando agregados estáveis, e possui propriedades sortiva e catalítica, podendo ser aplicado em sistemas ambientais, como no tratamento de efluentes industriais contendo arsênio pentavalente e trivalente ( $\text{H}_3\text{AsO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_3^-$ ,  $\text{HAsO}_3^{2-}$ ,  $\text{AsO}_3^{3-}$ ,  $\text{H}_3\text{AsO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$ ,  $\text{HAsO}_4^{2-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ), sem a necessidade prévia de pré-oxidação da espécie As(III), metais pesados, e outros contaminantes, e em sistemas aquosos de catálise, como catalisador de reações de formação e decomposição de substâncias. No presente pedido, são apresentados exemplos de aplicação de nanocompósitos magnéticos de akaganeita ( $\beta\text{-FeOOH}$ ) na adsorção de As(III) e As(V).

## FIGURAS

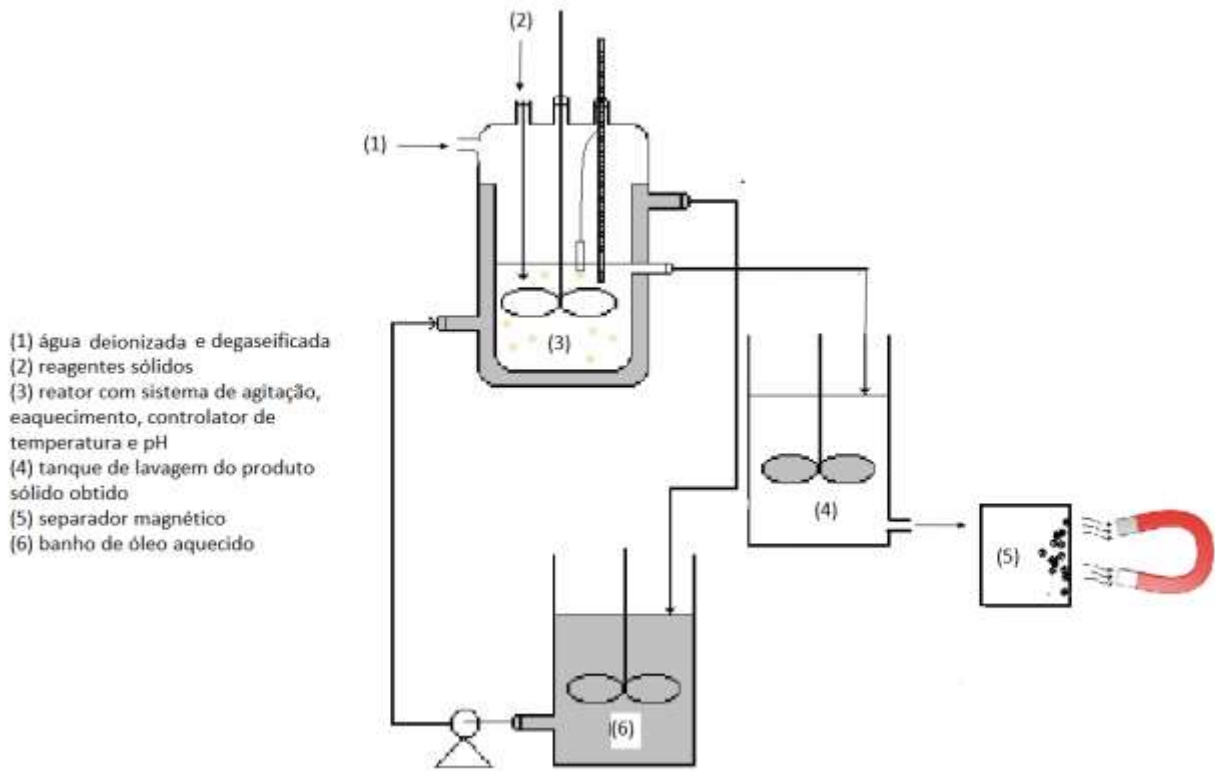


Figura 1

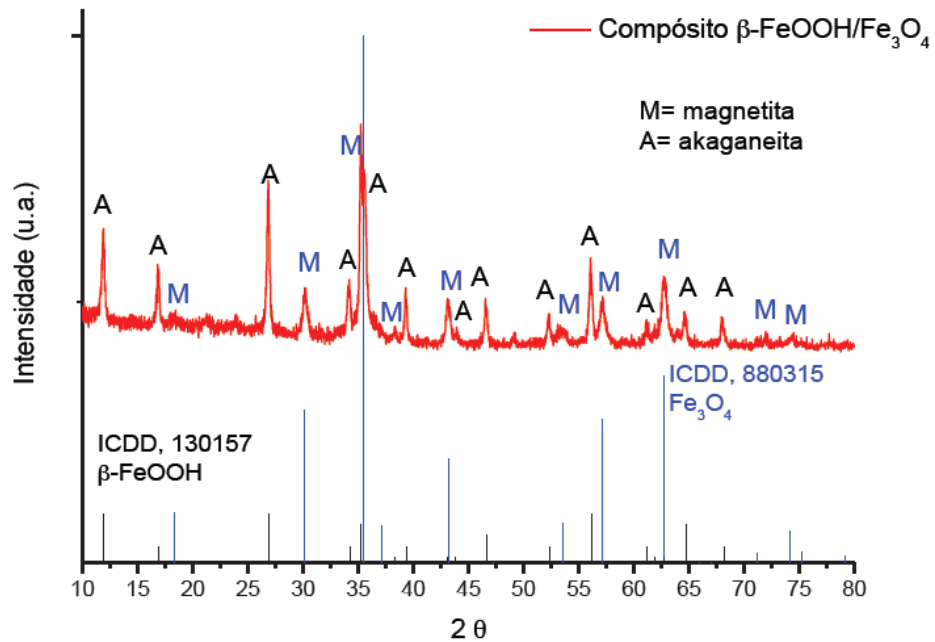
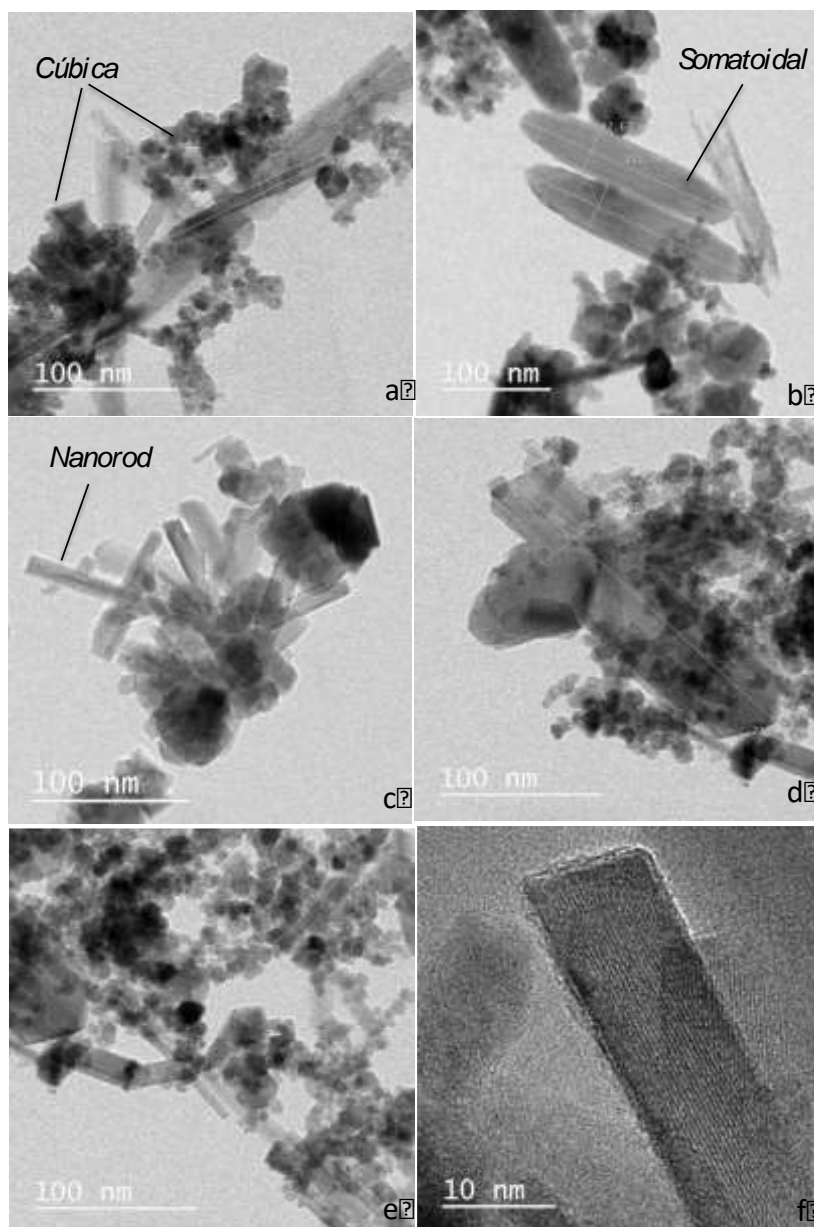


Figura 2



**Figura 3**

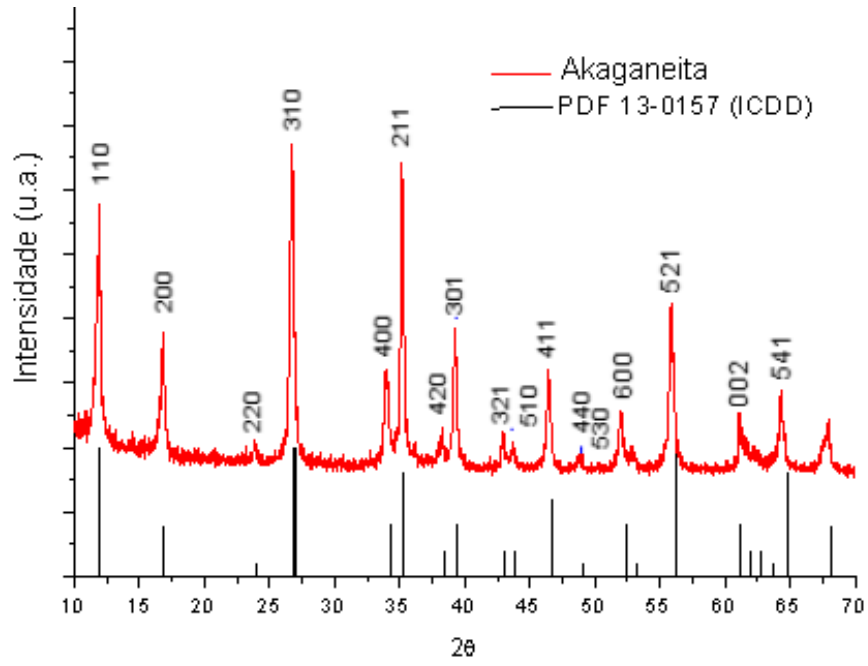


Figura 4

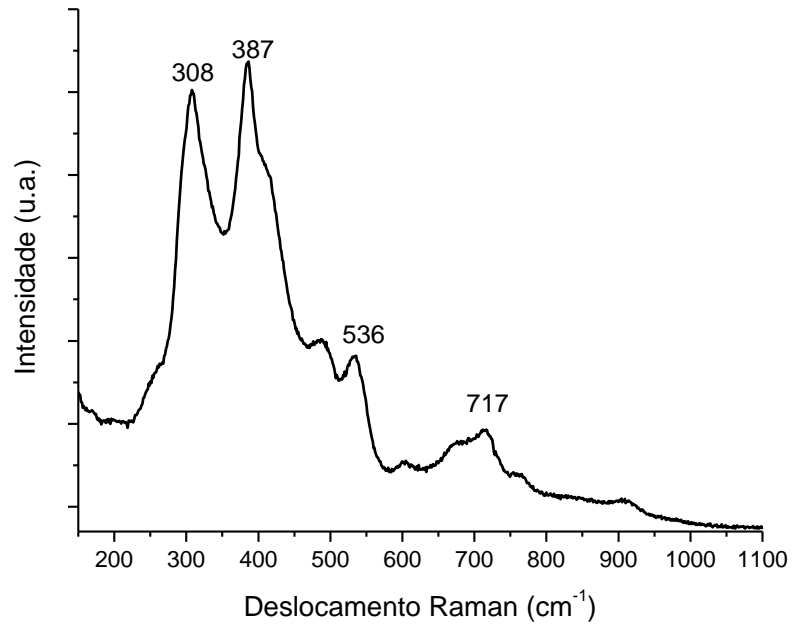


Figura 5

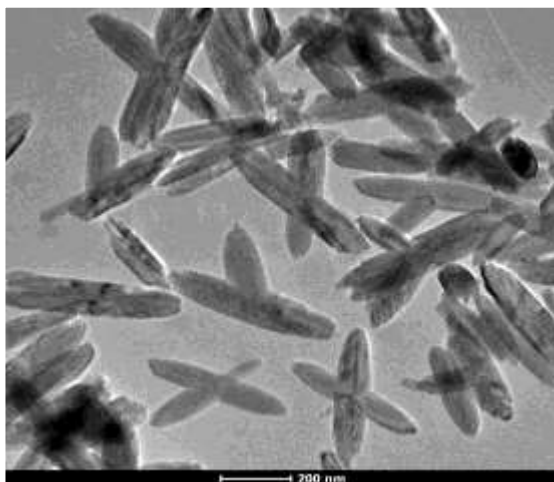


Figura 6

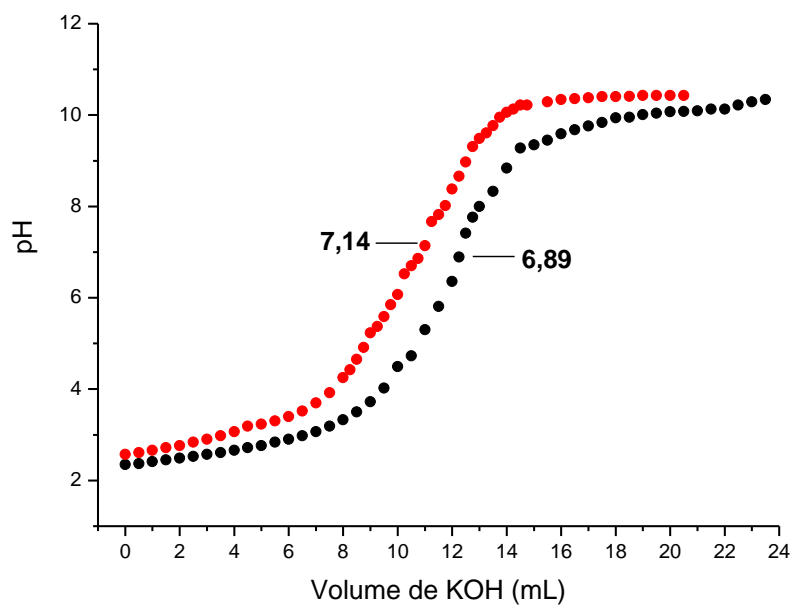


Figura 7

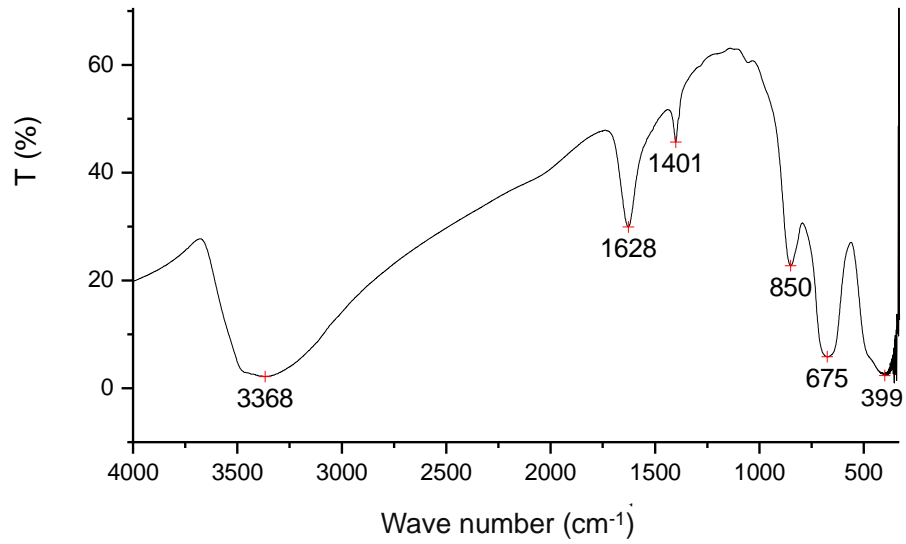


Figura 8

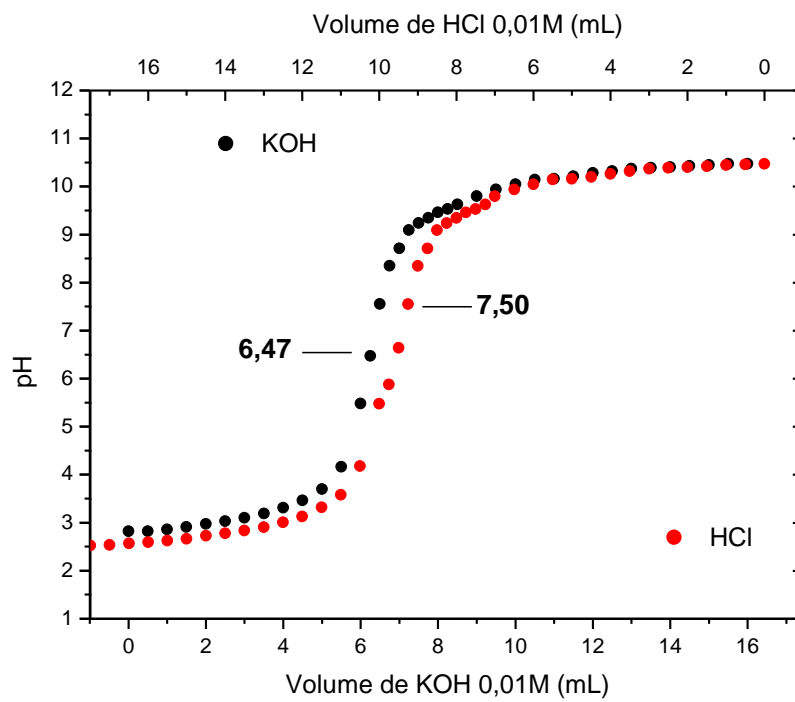


Figura 9

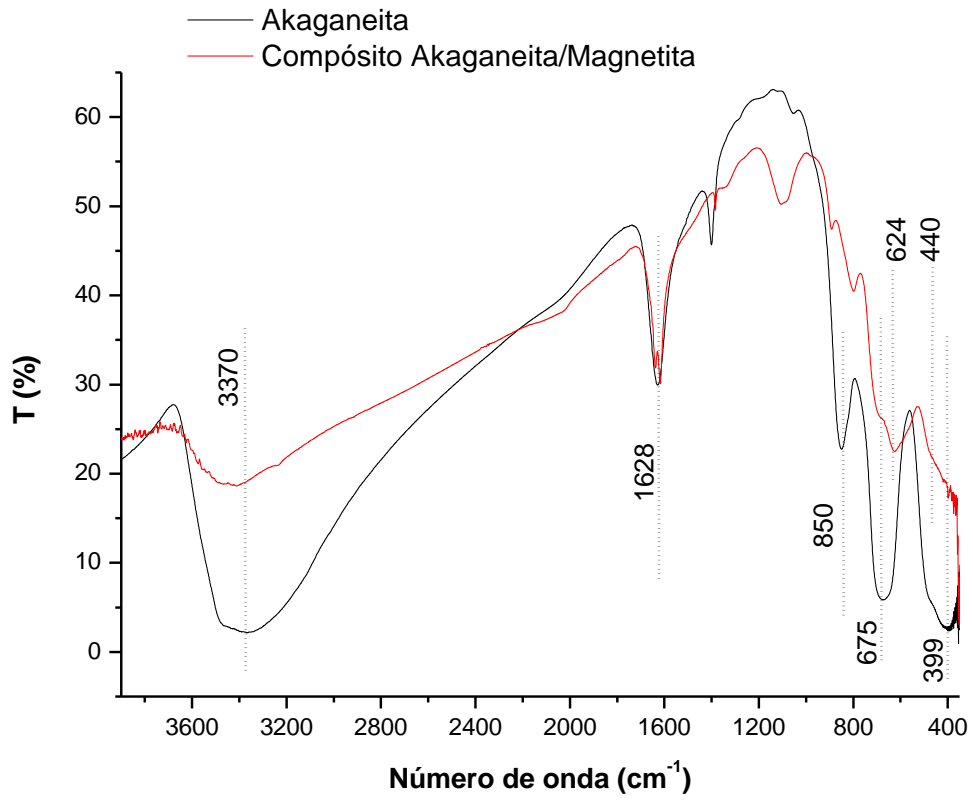


Figura 10

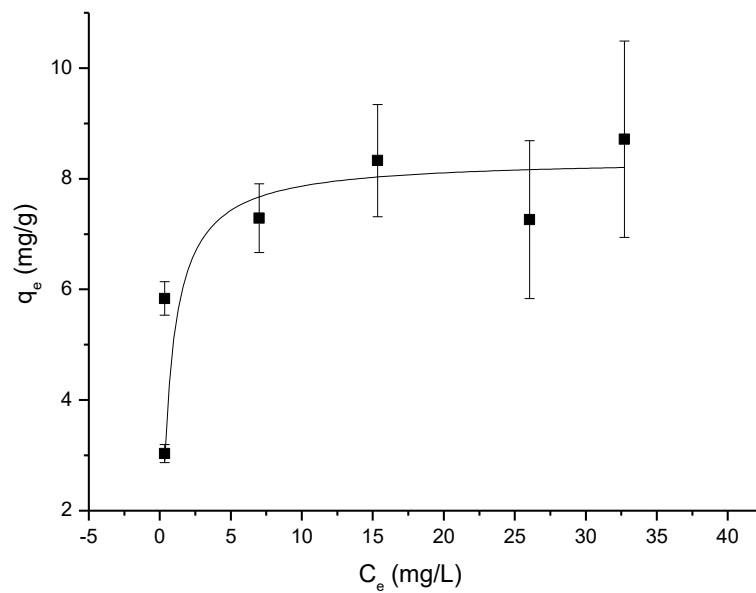
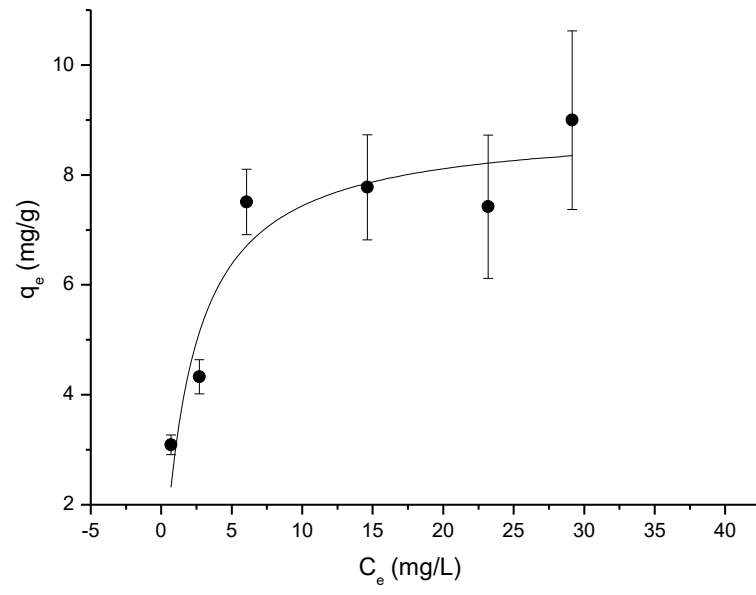


Figura 11

**Figura 12**



SIAFI2017-DOCUMENTO-CONSULTA-CONGRU (CONSULTA GUIA DE RECOLHIMENTO DA UNIAO  
23/02/17 09:05 M17162JO USUARIO : JADER TRINDADE  
DATA EMISSAO : 21Fev17 TIPO : 1 - PAGAMENTO NUMERO : 2017GR800022  
UG/GESTAO EMITENTE : 153015 / 15245 - CENTRO FED.DE EDUCACAO TECNOL.DE MINAS  
UG/GESTAO FAVORECIDA : 183038 / 18801 - INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDU  
RECOLHEDOR : 153015 GESTAO : 15245  
CODIGO RECOLHIMENTO : 72200 - 6 COMPETENCIA: FEV17 VENCIMENTO: 24Fev17  
DOC. ORIGEM: 153015 / 15245 / 2017RP000131 PROCESSO : 363/17  
RECURSO : 1

(=) VALOR DOCUMENTO : 70,00  
(-) DESCONTO/ABATIMENTO:  
(-) OUTRAS DEDUCOES :  
(+) MORA/MULTA :  
(+) JUROS/ENCARGOS :  
(+) OUTROS ACRESCIMOS :  
(=) VALOR TOTAL : 70,00

*PI Profa. Ângela*

NOSSO NUMERO/NUMERO REFERENCIA : 00000000221700903637

CODIGO DE BARRAS : 89610000000 0 70000001010 3 95523127220 9 00360640000 4

OBSERVACAO

PAGAMENTO DE GRU REFERENTE A PEDIDO DE EXAME DE INVENÇÃO - PROC. 363/2017. NUM  
ERO 00.000.2.2.17.0090363.7

LANCADO POR : 83487972620 - TADIM UG : 153015 21Fev2017 16:08

PF1=AJUDA PF3=SAI PF2=DADOS ORC/FIN PF4=ESPELHO PF12=RETORNA