



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO E GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
CURSO DE LICENCIATURA EM FÍSICA**

GABRIEL PAIXÃO BATISTA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE
NANOCOMPÓSITOS $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ OBTIDOS EM MEIO
BIOQUELANTE**

**MACAPÁ
2025**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO E GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
CURSO DE LICENCIATURA EM FÍSICA**

GABRIEL PAIXÃO BATISTA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE
NANOCOMPÓSITOS $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ OBTIDOS EM MEIO
BIOQUELANTE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
para obtenção do grau de Licenciado em Física.

Orientador: Prof. Dr. Robert Saraiva Matos

**MACAPÁ
2025**

GABRIEL PAIXÃO BATISTA

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS DE
NANOCOMPÓSITOS $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ OBTIDOS EM
MEIO BIOQUELANTE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
para obtenção do grau de Licenciado em Física.

Data da defesa: 26 de Setembro de 2025

Banca Examinadora

Documento assinado digitalmente



ROBERT SARAIVA MATOS

Data: 27/09/2025 17:32:20-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Robert Saraiva Matos

Física - UNIFAP

Orientador

Documento assinado digitalmente



NILSON DOS SANTOS FERREIRA

Data: 26/09/2025 12:29:07-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Nilson dos Santos Ferreira

Departamentos de Física - UFS

Membro da Banca

Documento assinado digitalmente



FABIO FURTADO LEITE

Data: 26/09/2025 15:01:34-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Fábio Furtado Leite

Física - UNIFAP

Membro da Banca

MACAPÁ
2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Biblioteca Central/UNIFAP-Macapá-AP
Elaborado por Cristina Fernandes – CRB-2 / 1569

B333e Batista, Gabriel Paixão Batista.

Estudo das Propriedades Físicas de Nanocompósitos α – Fe₂O₃/Fe₃O₄ Obtidos em Meio Bioquelante / Gabriel Paixão Batista. - Macapá, 2025.

1 recurso eletrônico.

47 f.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Amapá, Coordenação do Curso de Física, Macapá, 2025.

Orientador: Robert Saraiva Matos.

Coorientador: Fábio Furtado Leite.

Modo de acesso: World Wide Web.

Formato de arquivo: Portable Document Format (PDF).

1. Nanocompósitos. 2. Síntese verde. 3. Hematita. I. Robert Saraiva Matos, orientador. II. Universidade Federal do Amapá. III. Título.

CDD 23. ed. – 530.41

RESUMO

Este trabalho investigou as propriedades físicas de nanocompósitos Hematita/Magnetita ($\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$) sintetizados utilizando o extrato de *Maytenus rigida* Mart. como agente bioquelante. A pesquisa investigou a influência da temperatura de calcinação (400, 500 e 600 °C) sobre tamanho, morfologia e propriedades magnéticas das nanopartículas. A análise FTIR do xerogel precursor dos nanocompósitos revelou a presença de vários grupos funcionais, evidenciando um ambiente favorável a formação de um complexo amorfo Fe–OH. A análise termogravimétrica indicou que a $\sim 400^\circ\text{C}$, 41% da massa inicial xerogel do foi perdida devido à forte decomposição de compostos orgânicos, indicando ótima condição para calcinação. As análises por FTIR, Raman e TEM dos nanocompósitos confirmaram a formação de nanopartículas de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 com tamanhos médios de $8,9 \pm 1,1$ nm (Fe_3O_4) e $24 \pm 2,5$ nm ($\alpha - Fe_2O_3$) a 400 °C, aumentando para $79 \pm 2,2$ nm (Fe_3O_4) e $133 \pm 4,4$ nm ($\alpha - Fe_2O_3$) a 600 °C. As curvas de histerese magnética mostraram uma magnetização de saturação reduzida de 29,79 emu/g (400 °C) para 12,51 emu/g (600 °C), enquanto a coercividade aumentou devido à maior proporção de $\alpha - Fe_2O_3$. Dessa forma, este estudo demonstra que o uso de *Maytenus rigida* promove uma síntese sustentável e eficaz de nanomateriais $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. Além disso, os materiais exibiram propriedades físicas dependentes da temperatura de calcinação, que podem ser úteis para aplicações ambientais, como remediação de águas contaminadas e remoção de poluentes.

Palavras-chaves: Nanocompósitos, Síntese verde, Hematita, Magnetita, *Maytenus rigida*, Propriedades físicas.

ABSTRACT

This study investigates the physical properties of Hematite/Magnetite ($\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$) nanocomposites synthesized using *Maytenus rigida* Mart. extract as a biochelating agent. The research explores the influence of calcination temperature (400, 500, and 600 °C) on the size, morphology, and magnetic properties of the nanoparticles. FTIR analysis of the precursor xerogel revealed the presence of several functional groups, indicating a favorable environment for the formation of an amorphous Fe–OH complex. Thermogravimetric analysis showed that at 400 °C, 41% of the xerogel's initial weight was lost due to the extensive decomposition of organic compounds, highlighting optimal calcination conditions. FTIR, Raman, and TEM analyses of the nanocomposites confirmed the formation of $\alpha - Fe_2O_3$ and Fe_3O_4 nanoparticles with average sizes of 8.9 ± 1.1 nm (Fe_3O_4) and 24 ± 2.5 nm $\alpha - Fe_2O_3$ at 400 °C, increasing to 79 ± 2.2 nm Fe_3O_4 and 133 ± 4.4 nm $\alpha - Fe_2O_3$ at 600 °C. Magnetic hysteresis curves showed a reduction in saturation magnetization from 29.79 emu/g (400 °C) to 12.51 emu/g (600 °C), while coercivity increased due to a higher proportion of $\alpha - Fe_2O_3$. This study demonstrates that the use of *Maytenus rigida* promotes a sustainable and effective synthesis of ($\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$) nanomaterials. Furthermore, the materials exhibited physical properties dependent on calcination temperature, which may be useful for environmental applications, such as the remediation of contaminated water and pollutant removal.

Key-words: Nanocomposites, Green synthesis, Hematite, Magnetite, *Maytenus rigida*, Physical properties.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	– Princípio de funcionamento da técnica de FTIR. Fonte (109)	15
Figura 2	– Esquema de funcionamento de um Termogravímetro. Fonte: < https://infinitalab.com/general-analytical/a-brief-understanding-on-thermogravimetric-analysis-tga/ >, acessado em 13/05/2024.	16
Figura 3	– Esquema de funcionamento de um espectômetro Raman. Fonte: < https://www.jme.la/9649095/Raman-Spectroscopy.htm >, acessado em 10/06/2024.	17
Figura 4	– Esquema de funcionamento de um microscópio eletrônico de transmissão. Fonte: < https://microbenotes.com/transmission-electron-microscope-tem >, acessado em 19/08/2024.	19
Figura 5	– Esquema de funcionamento de um magnetômetro de amostra vibrante. Fonte: (123).	20
Figura 6	– Espectros de FTIR do extrato hidroetanólico de <i>Maytenus rigida</i> e do xerogel precursor dos nanocompósitos.	23
Figura 7	– Curvas TGA/DTG do xerogel precursor dos nanocompósitos	24
Figura 8	– Espectros de FTIR dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ calcinados a 400, 500 e 600 °C	25
Figura 9	– Espectros Raman (excitação a 532 nm) dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. A região destacada em verde foi deconvoluída para mostrar os picos sobrepostos atribuídos aos modos vibracionais ativos Raman T_{2g} e E_g de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 , respectivamente.	27
Figura 10	– Micrografias de TEM para os nanocompósitos calcinados a (a) 400 °C (HM400), (b) 500 °C (HM500) e (c) 600 °C (HM600).	28
Figura 11	– Figura 11. Imagens de HRTEM das amostras (a) HM400 e (b) HM600 e padrões de SAED para (c) HM400, (d) HM500 e (e) HM600 dos nanocompósitos. Os símbolos * e † indicam planos pertencentes às fases Fe_3O_4 e $\alpha - Fe_2O_3$, respectivamente.	29
Figura 12	– Curvas de histerese magnética dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. A região crítica ampliada no quarto quadrante foi usada para estimar a magnetização remanente e a coercividade.	30

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	7
2	REFERENCIAL TEÓRICO	9
2.1	Síntese Verde de Materiais Nanoestruturados	9
2.2	Extrato de Plantas como Agentes Bioquelantes	9
2.3	Maytenus rigida Mart.	10
2.4	Oxidos Metálicos e Nanocompósitos	11
2.4.1	Hematita $\alpha - Fe_2O_3$	12
2.4.2	Magnetita (Fe_3O_4)	13
2.5	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	14
2.6	Termogravimetria (TGA)	16
2.7	Espectroscopia Raman	17
2.8	Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)	18
2.9	Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM)	19
3	METODOLOGIA	21
3.0.1	Materiais	21
3.0.2	Síntese dos Nanocompósitos	21
3.0.3	Caracterização dos Nanocompósitos	21
3.0.3.1	Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) . . .	21
3.0.3.2	Termogravimetria (TGA/DTA/DTG)	21
3.0.3.3	Espectroscopia Raman	21
3.0.3.4	Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)	22
3.0.3.5	Propriedades Magnéticas	22
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
4.1	Análise Química do Extrato de Maytenus e do Xerogel	23
4.2	Análise Térmica do Xerogel	24
4.3	Análise Química dos Nanocompósitos	25
4.4	Análise Estrutural dos Nanocompósitos	26
4.5	Análise Microestrutural dos Nanocompósitos	27
4.6	Propriedades Magnéticas dos Nanocompósitos	29
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	31
	REFERÊNCIAS	32

1 INTRODUÇÃO

A nanociência tem revolucionado diversas áreas do conhecimento, impactando tecnologias emergentes com implicações em campos como saúde, energia, e meio ambiente [1]. Entre os materiais nanoscópicos, os óxidos de ferro, particularmente hematita ($\alpha - Fe_2O_3$) e magnetita (Fe_3O_4), têm atraído atenção significativa. Essas duas fases de óxidos possuem propriedades distintas e complementares. A ($\alpha - Fe_2O_3$) exibe características semicondutoras úteis em fotocatalise e sensores [2], enquanto a Fe_3O_4 destaca-se por suas propriedades magnéticas, amplamente exploradas em aplicações biomédicas e ambientais [3]. A combinação dessas fases em nanocompósitos oferece um potencial sinérgico, aumentando sua eficácia em aplicações como descontaminação de água, remoção de metais pesados e degradação de compostos orgânicos [4]. Além disso, a busca por materiais ecológicos tem ganhado destaque em uma era em que a sustentabilidade é uma prioridade científica e industrial.

O aumento global na poluição hídrica e a necessidade de tecnologias de remediação mais eficazes são grandes motivadores deste trabalho. Métodos convencionais de purificação de água, como filtração física e tratamentos químicos, embora eficazes em certas condições, muitas vezes apresentam limitações em relação à eliminação de compostos orgânicos persistentes e metais pesados [5]. Nesse sentido, materiais híbridos ou compósitos a base de ($\alpha - Fe_2O_3$) e Fe_3O_4 , com suas propriedades magnéticas e fotocatalíticas, têm o potencial de abordar esses desafios de maneira eficiente. Dessa forma, este trabalho é motivado pela possibilidade de combinar inovação tecnológica e sustentabilidade, explorando o uso do extrato vegetal de *Maytenus rigida* Mart. como um agente bioquelante para a síntese de nanocompósitos do tipo $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. Este enfoque não só reduz o impacto ambiental do processo de síntese, mas também aproveita a biodiversidade brasileira, alinhando-se às demandas por tecnologias verdes.

A relevância desta pesquisa é ainda mais reforçada pela necessidade de alinhar a ciência às metas globais de desenvolvimento sustentável. A síntese de nanocompósitos utilizando agentes bioquelantes oferece vantagens significativas, como menor uso de reagentes tóxicos [6], redução no consumo energético [7] e viabilidade econômica para aplicações em larga escala [6]. Além disso, a utilização de extratos vegetais, como o de *Maytenus rigida*, contribui para a valorização de recursos naturais regionais, promovendo o desenvolvimento sustentável em contextos locais e globais. A pesquisa aqui apresentada justifica-se pelo potencial que os materiais nanoestruturados, como nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, têm para resolver problemas ambientais críticos, a exemplo da contaminação da água, que é um problema conhecido na Amazônia que ocorre devido a remoção extensiva da floresta [8]. Essa abordagem científica inovadora integra sustentabilidade, eficiência tecnológica e valorização da biodiversidade.

A literatura destaca avanços importantes na síntese de nanocompósitos de óxidos de ferro, mas também expõe lacunas significativas que necessitam de investigação adicional. Estudos recentes indicam que o uso de agentes bioquelantes pode melhorar a estabilidade térmica e

estrutural, bem como as propriedades fotocatalíticas dos nanocompósitos, como pode ser visto em [9, 10]. Por exemplo, trabalhos que exploraram extratos vegetais como fontes de agentes estabilizantes mostraram uma redução nas emissões de resíduos químicos [11, 12] e uma melhora na funcionalidade dos materiais obtidos (13). No entanto, faltam estudos que correlacionem diretamente o tipo de agente bioquelante com a formação e estabilização das fases ($\alpha - Fe_2O_3$) e Fe_3O_4 , bem como sua influência nas propriedades magnéticas. Essa lacuna no conhecimento impede uma aplicação mais direcionada desses materiais, principalmente, em desafios ambientais.

Os desafios apontados pela literatura indicam a necessidade de uma abordagem mais integrativa para o desenvolvimento de nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. Dentre as principais dificuldades, estão a falta de controle reprodutível sobre o tamanho [14, 15] e a morfologia das partículas (que geralmente formam aglomerados) [16, 15], além da ausência de uma correlação robusta entre os parâmetros de síntese e as propriedades finais do material. Adicionalmente, os métodos convencionais de síntese frequentemente requerem temperaturas elevadas [17] ou o uso de reagentes químicos [18, 19] que são prejudiciais ao meio ambiente. Isso destaca a necessidade de rotas alternativas e sustentáveis que mantenham ou superem a eficiência dos métodos tradicionais. Assim, este trabalho foca em superar esses desafios, utilizando o extrato de *Maytenus rigida* como agente bioquelante em um processo de síntese controlado e ecologicamente correto de nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. A principal novidade deste trabalho reside na utilização do extrato de *Maytenus rigida* como um agente bioquelante para a síntese de nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, usando a temperatura de calcinação como principal parâmetro físico de análise. Este estudo traz uma contribuição significativa sobre o impacto de um agente natural no controle das propriedades estruturais e magnéticas dos nanocompósitos. Além disso, a investigação sistemática da relação entre as condições de calcinação e as propriedades magnéticas do nanocompósito fornece uma base científica robusta para o desenvolvimento de novas aplicações desses materiais. Espera-se que os resultados deste trabalho não apenas preencham lacunas importantes na literatura, mas também ofereçam diretrizes práticas para a produção sustentável de nanocompósitos com alto desempenho.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Síntese Verde de Materiais Nanoestruturados

A síntese verde de materiais nanoestruturados surge como uma alternativa sustentável aos métodos convencionais de produção, promovendo a redução do impacto ambiental associado ao uso de reagentes químicos tóxicos e ao consumo excessivo de energia [20]. Essa abordagem utiliza princípios da química verde, priorizando a utilização de fontes renováveis e processos ambientalmente amigáveis [21], para a obtenção de nanomateriais com propriedades otimizadas.

Um dos pilares da síntese verde é a substituição de agentes químicos convencionais por extratos naturais provenientes de plantas [22] e microrganismos [23]. Esses extratos, ricos em compostos bioativos como flavonoides, alcaloides, terpenos [24, 25], desempenham funções essenciais como agentes redutores, estabilizantes e/ou modeladores da morfologia das nanopartículas. Tal estratégia não apenas elimina a necessidade de compostos químicos tóxicos, mas também adiciona funcionalidades únicas às nanopartículas sintetizadas, como biocompatibilidade [26] e atividade antimicrobiana [27], ampliando suas aplicações em áreas como biomedicina, remediação ambiental e catálise.

Entre os métodos mais utilizados na síntese verde destacam-se a biorredução mediada por extratos vegetais [28] e a utilização de microrganismos [29]. A biorredução com extratos vegetais é particularmente vantajosa devido à abundância e diversidade de compostos naturais capazes de reduzir íons metálicos a nanopartículas metálicas. Estudos como os de Iravani et al. [30] e Mittal et al. [31] demonstram que as condições de síntese, incluindo pH, temperatura e concentração do extrato, influenciam diretamente o tamanho, a forma e as propriedades de nanopartículas. Além disso, a síntese verde também promove economia de energia ao possibilitar reações em condições suaves [32], como temperatura e pressão ambiente. A utilização de solventes atóxicos, em substituição aos solventes orgânicos, reforça o compromisso com a sustentabilidade. Segundo Samuel et al. [33], esses avanços contribuem para a popularização da síntese verde em contextos industriais e acadêmicos.

Portanto, a síntese verde de materiais nanoestruturados representa um campo interdisciplinar promissor, unindo a química, a biologia e a ciência dos materiais em prol do desenvolvimento sustentável. Essa abordagem, além de atender às demandas por tecnologias mais limpas, promove a integração de conhecimentos tradicionais e inovação científica, alinhando-se aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) propostos pela Organização das Nações Unidas (ONU).

2.2 Extrato de Plantas como Agentes Bioquelantes

O uso de extratos de plantas como agentes bioquelantes tem se destacado como uma abordagem eficiente e sustentável no desenvolvimento de materiais funcionais, especialmente na

síntese de nanopartículas e outros compostos avançados. Os extratos vegetais são compostos por uma ampla gama de metabólitos secundários, incluindo flavonoides, taninos, alcaloides, polifenóis, terpenoides e ácidos orgânicos [34]. Esses compostos possuem alta afinidade para se ligar a íons metálicos [35], formando complexos estáveis por meio de interações químicas, como coordenação e ligação de hidrogênio, além de atuar como redutores naturais.

A capacidade bioquelante dos extratos vegetais é atribuída à presença de grupos funcionais específicos, como hidroxila (O-H), carbonila (C=O) e carboxila (COOH) (36,35), que permitem a interação seletiva com íons metálicos. Estudos como o de Zhou et al. [37] indicam que essa interação não apenas estabiliza os íons metálicos no estado reduzido, mas também influencia a nucleação e o crescimento das nanopartículas, controlando seu tamanho, forma e distribuição. Outros trabalhos recentes como os de Rajendaran et al. [38] e Biswas et al. [39] demonstraram que extratos de plantas como *Azadirachta indica* (neem) e *Camellia sinensis* (chá verde), respectivamente, são eficazes na síntese de nanopartículas com propriedades ópticas e fotocatalíticas aprimoradas.

Além disso, o uso de extratos vegetais como agentes bioquelantes elimina a necessidade de aditivos químicos tóxicos, como surfactantes e estabilizantes sintéticos, tornando o processo mais ecológico. Este método também promove a redução de resíduos químicos e aumenta a viabilidade econômica [40], especialmente em regiões com alta disponibilidade de biodiversidade, como a Amazônia. Por exemplo, o uso de extratos de plantas amazônicas, como *Brosimum parinarioides*, tem demonstrado potencial significativo na síntese de nanopartículas de óxidos metálicos com aplicação em remediação ambiental [41, 42, 43].

Outro aspecto importante é que os complexos formados entre os extratos vegetais e os íons metálicos podem ser usados para modular propriedades específicas dos materiais resultantes, como solubilidade, biocompatibilidade e atividade antimicrobiana [44, 45]. Estudos mostram que a funcionalização de superfícies metálicas com compostos bioquelantes derivados de plantas pode aumentar a interação com agentes biológicos, ampliando aplicações em nanomedicina e sensores [46].

Portanto, a utilização de extratos de plantas como agentes bioquelantes não apenas contribui para o avanço de técnicas de síntese verde, mas também oferece uma plataforma versátil para a produção de materiais com alto valor agregado. Essa abordagem reforça a importância da integração entre conhecimentos tradicionais e inovação científica no desenvolvimento de soluções sustentáveis para desafios globais.

2.3 Maytenus rigida Mart.

A planta *Maytenus rigida* Mart., conhecida popularmente como "bom-nome" é uma espécie pertencente à família Celastraceae, amplamente distribuída na Caatinga, bioma característico do Nordeste do Brasil [47]. Essa planta tem sido amplamente estudada devido ao seu rico perfil

fitoquímico, que inclui compostos bioativos como flavonoides, taninos, alcaloides e terpenos [48]. Esses compostos apresentam propriedades bioquelantes excepcionais, que podem ser exploradas em processos de síntese verde de nanomateriais.

O extrato de *M. rigida* é promissor como agente bioquelante devido à sua capacidade de interagir com íons metálicos, promovendo a redução e estabilização desses íons para a formação de nanopartículas metálicas ou óxidos metálicos. Estudos recentes indicam que os extratos obtidos das folhas e cascas da planta apresentam compostos como taninos e flavonoides [49], os quais possuem grupos funcionais, como hidroxila (-OH) e carbonila (C=O), essenciais para a complexação de íons metálicos como o Fe^{3+} [50].

A utilização de *M. rigida* em síntese verde é vantajosa não apenas pela sua capacidade de quelar metais, mas também devido às propriedades adicionais que os compostos bioativos conferem aos materiais sintetizados. Por exemplo, nanopartículas produzidas com extratos dessa planta podem apresentar atividades antioxidantes e antimicrobianas, potencializando suas aplicações em áreas como remediação ambiental, catálise e nanomedicina.

Além disso, *M. rigida* é uma planta adaptada a condições de estresse hídrico e solos pobres [51], o que destaca seu potencial como fonte sustentável de biomassa para processos tecnológicos. Sua ampla distribuição e disponibilidade na Caatinga nordestina [52] reforçam seu papel como um recurso estratégico para comunidades locais e para o desenvolvimento de processos inovadores alinhados aos princípios da química verde. Estudos mais aprofundados sobre os mecanismos de quelação promovidos pelos extratos de *M. rigida*, bem como sobre as condições ideais de síntese, são essenciais para expandir sua aplicação em larga escala como agente quelante. Essa abordagem combina a valorização da biodiversidade brasileira com o avanço de tecnologias sustentáveis, contribuindo para o desenvolvimento de soluções eficazes para desafios ambientais e tecnológicos.

2.4 Óxidos Metálicos e Nanocompósitos

Os óxidos metálicos têm desempenhado um papel crucial no desenvolvimento de materiais avançados devido às suas propriedades únicas, como estabilidade química, alta reatividade superficial, resistência mecânica e características eletrônicas e ópticas excepcionais [53]. Materiais como óxido de ferro ($\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4), dióxido de titânio (TiO_2), óxido de zinco (ZnO) e óxido de cério (CeO_2) têm sido amplamente estudados para diversas aplicações, incluindo catálise, sensores, remediação ambiental e energia [54, 55, 56, 57].

Por sua vez, os nanocompósitos baseados em óxidos metálicos representam uma evolução significativa na ciência e física dos materiais [58]. Esses compósitos combinam os seus benefícios individuais com os de outros materiais, como polímeros, metais ou outros óxidos, resultando em estruturas com propriedades multifuncionais. A integração de diferentes materiais em escala nanométrica permite otimizar aspectos como condutividade térmica [59], resistência mecânica

[60], resposta fotocatalítica [61] e propriedades antimicrobianas [62], possibilitando uma vasta gama de aplicações tecnológicas.

Óxidos metálicos exibem propriedades dependentes de sua composição, morfologia e estrutura cristalina [63]. Por exemplo, o $\alpha - Fe_2O_3$ e o Fe_3O_4 são amplamente utilizados como catalisadores em processos de degradação de poluentes devido à sua capacidade de gerar espécies reativas de oxigênio (EROs) sob condições ambientais brandas [64, 65]. Já o TiO_2 , conhecido por suas propriedades fotocatalíticas, é usado em dispositivos de purificação de água e ar [66], enquanto o ZnO, com sua forte atividade antimicrobiana e propriedades ópticas, tem aplicações que vão desde a fabricação de cosméticos até sensores ópticos [67].

A formação de nanocompósitos permite superar limitações inerentes aos óxidos metálicos isolados. Por exemplo, a combinação de $\alpha - Fe_2O_3$ e o Fe_3O_4 em nanocompósitos binários resulta em materiais com propriedades magnéticas e fotocatalíticas simultaneamente otimizadas (68,69). Esses materiais podem ser aplicados na remediação de águas contaminadas, onde as propriedades magnéticas facilitam a separação e recuperação após o uso [69, 70], enquanto as propriedades fotocatalíticas promovem a degradação de compostos orgânicos. Dessa forma, a síntese de nanocompósitos usando métodos verdes é um campo em expansão que busca integrar princípios de sustentabilidade na produção desses materiais. O uso de agentes bioquelantes derivados de extratos vegetais ou biomassa natural promove uma abordagem ecológica, reduzindo o impacto ambiental e conferindo propriedades biofuncionais adicionais aos nanocompósitos.

2.4.1 Hematita $\alpha - Fe_2O_3$

A $\alpha - Fe_2O_3$ é uma das formas cristalinas mais estáveis do óxido de ferro e possui ampla aplicabilidade devido às suas propriedades físicas, químicas e eletrônicas [71]. Este material é particularmente valorizado em diversas áreas, incluindo fotocatalise, sensores, armazenamento de energia e remediação ambiental [72]. Sua abundância na natureza, baixa toxicidade e custo acessível tornam a hematita um material atrativo para aplicações tecnológicas e industriais.

A $\alpha - Fe_2O_3$ cristaliza em uma estrutura romboédrica do tipo coríndon, com uma rede cristalina composta por íons Fe^{3+} e oxigênio O^{2-} em uma disposição ordenada. A hematita apresenta alta resistência a condições extremas de temperatura e pH [73]. Embora seja antiferromagnética em temperatura ambiente, a hematita exibe comportamento fraco ferromagnético acima da temperatura de Morin ($\sim 260K$), o que amplia seu potencial para aplicações magnéticas [74]. Com uma largura de banda proibida de aproximadamente 2,1 eV [75], é eficiente na absorção de luz visível, tornando-se ideal para aplicações fotocatalíticas.

A $\alpha - Fe_2O_3$ é amplamente utilizada como catalisador na degradação de poluentes orgânicos, como corantes e pesticidas, devido à sua capacidade de gerar espécies reativas de oxigênio (EROs) sob iluminação [76, 77]. Quando dopada ou combinada com outros materiais, como Fe_3O_4 ou TiO_2 , sua eficiência fotocatalítica pode ser significativamente melhorada. A

$\alpha - Fe_2O_3$ é investigada em dispositivos de armazenamento de energia, como baterias de íon-lítio e supercapacitores [78]. Em células de energia fotovoltaica e fotoeletroquímicas, a $\alpha - Fe_2O_3$ tem sido usada como fotoanodo devido à sua capacidade de absorver a luz solar e promover reações de oxidação da água [79]. Além disso, a sensibilidade da hematita a gases como CO_2 e H_2 possibilita sua utilização em sensores ambientais e industriais [80]. Esses dispositivos são capazes de operar em altas temperaturas e condições severas devido à estabilidade química da $\alpha - Fe_2O_3$.

A $\alpha - Fe_2O_3$ também é empregada na remoção de contaminantes metálicos de águas residuais por meio de processos de adsorção e coagulação [81]. Sua alta área superficial e propriedades magnéticas facilitam a separação do material após o tratamento. A produção de $\alpha - Fe_2O_3$ usando métodos sustentáveis tem ganhado destaque como uma alternativa para minimizar o uso de reagentes químicos tóxicos e reduzir a geração de resíduos [82]. A síntese verde de $\alpha - Fe_2O_3$ frequentemente emprega extratos de plantas como agentes redutores e estabilizantes, permitindo a formação controlada de partículas com tamanhos e morfologias específicos. Por exemplo, extratos de plantas como *Azadirachta indica* [83] e *Moringa oleífera* [84] têm sido usados para sintetizar $\alpha - Fe_2O_3$ com propriedades aprimoradas para fotocatalise. Além disso, a combinação da hematita com outros óxidos metálicos em nanocompósitos, como o $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, oferece propriedades sinérgicas que ampliam seu espectro de aplicações, especialmente em processos de remediação ambiental e tratamento de água, como visto em [85, 86, 87].

2.4.2 Magnetita (Fe_3O_4)

A Fe_3O_4 é um óxido de ferro de grande relevância científica e tecnológica devido às suas propriedades únicas, como superparamagnetismo em escala nanométrica, alta condutividade elétrica e capacidade de interagir com moléculas biológicas [88, 89]. Esse material é amplamente utilizado em diversas aplicações, incluindo remediação ambiental [90], catálise [91], biomedicina [92], armazenamento de energia e sensores [3]. A Fe_3O_4 possui uma estrutura espinélio inversa, composta por íons Fe^{2+} e Fe^{3+} distribuídos em uma rede cristalina de oxigênio. A Fe_3O_4 exibe comportamento ferrimagnético, com forte magnetização saturada, sendo amplamente utilizada em aplicações que requerem separação magnética [3]. Sua alta condutividade elétrica em comparação a outros óxidos metálicos a torna adequada para aplicações em dispositivos eletrônicos e catalíticos [3, 93]. A Fe_3O_4 apresenta boa estabilidade em condições ácidas e básicas moderadas, sendo adequada para diversos ambientes reativos.

A Fe_3O_4 é amplamente utilizada na remoção de poluentes, incluindo metais pesados, corantes e compostos orgânicos, devido à sua capacidade de adsorção e separação magnética [94]. Nanocompósitos de Fe_3O_4 têm demonstrado alta eficiência na fotocatalise e no tratamento de águas residuais, especialmente quando combinados com outros materiais como TiO_2 ou $\alpha - Fe_2O_3$, como pode ser visto em [95, 96, 97]. A Fe_3O_4 é usada como catalisador ou suporte

catalítico em diversas reações químicas, incluindo a degradação de poluentes orgânicos por processos de Fenton heterogêneo e a síntese de compostos químicos industriais. Devido ao seu biocompatibilidade e propriedades magnéticas, a Fe_3O_4 é amplamente explorada em nanomedicina [98]. Nanopartículas de Fe_3O_4 podem ser funcionalizadas para transportar medicamentos diretamente para tecidos-alvo sob influência de um campo magnético. A Fe_3O_4 também é usada no tratamento de câncer por meio da geração de calor controlado ao ser exposta a campos magnéticos alternados [99]. Também pode ser aplicada em baterias de íon-lítio e supercapacitores devido à sua alta densidade energética e condutividade elétrica [100]. Além disso, é utilizada como eletrodo em células de combustível e dispositivos de conversão de energia [101].

A síntese verde de Fe_3O_4 tem se destacado como uma alternativa sustentável para sua produção, utilizando fontes naturais como extratos de plantas, microrganismos ou resíduos agroindustriais como agentes redutores e estabilizantes [102]. Essa abordagem elimina a necessidade de produtos químicos tóxicos, tornando o processo mais ecológico e viável economicamente. Por exemplo, extratos de plantas como *Moringa oleífera* [103] e *Camellia sinensis* [104] têm sido utilizados para sintetizar nanopartículas de Fe_3O_4 com alta eficiência e morfologia controlada. Além disso, métodos verdes permitem o controle do tamanho e da dispersão das partículas, resultando em materiais otimizados para aplicações específicas [105].

A combinação de magnetita com outros materiais, como $\alpha - Fe_2O_3$, TiO_2 ou polímeros, resulta em nanocompósitos multifuncionais com propriedades sinérgicas. Esses materiais são amplamente utilizados em fotocatalise, sensores magnéticos e biomateriais. Por exemplo, o nanocompósito $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ combina as propriedades magnéticas da Fe_3O_4 com a eficiência fotocatalítica da $\alpha - Fe_2O_3$, sendo altamente eficiente na degradação de poluentes orgânicos [85, 86, 87].

2.5 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A técnica FTIR é amplamente utilizada para caracterizar materiais, fornecendo informações detalhadas sobre as ligações químicas e os grupos funcionais presentes em amostras sólidas, líquidas ou gasosas. Essa técnica baseia-se na interação da radiação infravermelha com a matéria, permitindo a identificação e análise qualitativa e quantitativa de compostos químicos [106].

A FTIR opera no espectro do infravermelho, que abrange comprimentos de onda entre 4000 e 400 cm^{-1} . Quando uma amostra é irradiada com luz infravermelha, moléculas específicas absorvem a radiação em frequências correspondentes às vibrações de suas ligações químicas [107]. Essas vibrações incluem modos de estiramento, flexão e torção, que são únicos para diferentes grupos funcionais [107]. A transformada de Fourier é aplicada para converter os dados brutos coletados no domínio do tempo (interferograma) em um espectro de frequência [108]. O espectro resultante exibe picos característicos que correspondem às vibrações das ligações

químicas da amostra, permitindo a identificação de componentes químicos. O princípio de funcionamento da técnica é relativamente simples, conforme mostrado no esquema da Figura 1.

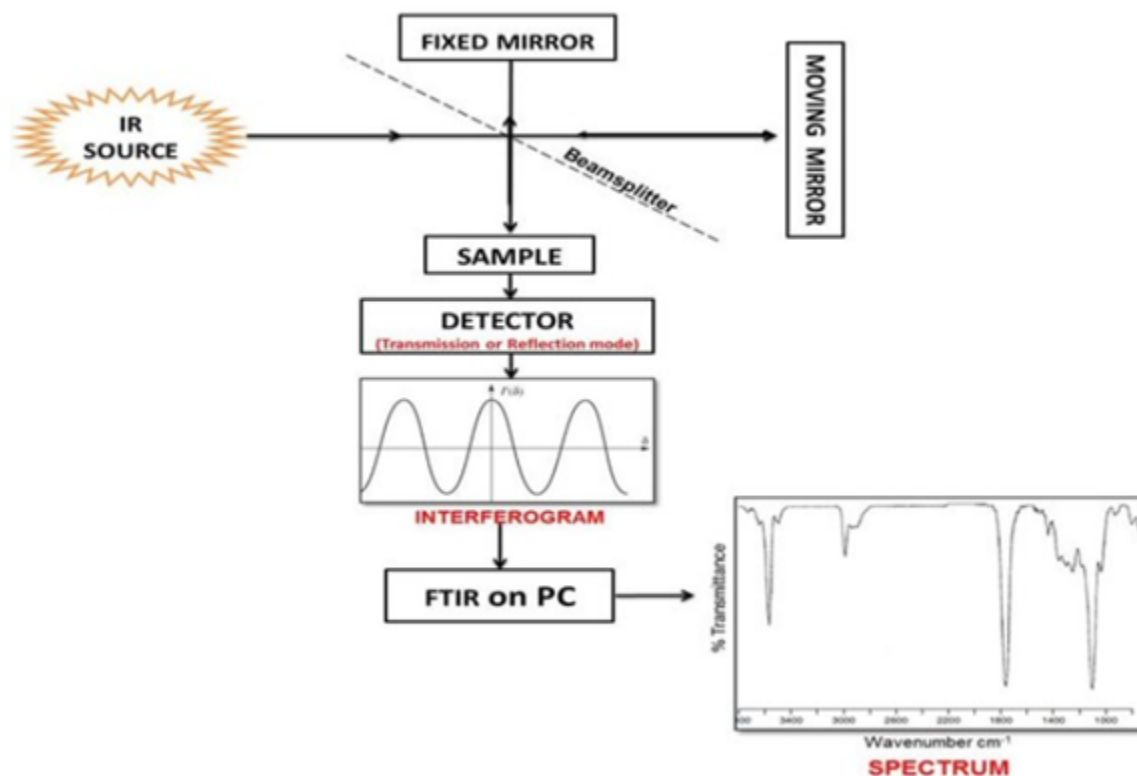


Figura 1 – Princípio de funcionamento da técnica de FTIR. Fonte (109) .

A FTIR é uma ferramenta essencial na caracterização de materiais nanoestruturados, particularmente óxidos metálicos, nanocompósitos e filmes finos. A técnica é amplamente utilizada para verificar a presença de grupos funcionais em materiais, o que é crucial para determinar interações químicas, funcionalização de superfícies e modificações químicas em nanomateriais. A FTIR permite monitorar a evolução de reações químicas, como a redução de íons metálicos durante a síntese de nanopartículas, identificando mudanças nas bandas características dos grupos envolvidos. Em nanocompósitos, a FTIR pode identificar interações entre os componentes, como ligações de hidrogênio ou interações eletrostáticas, que influenciam as propriedades físicas e químicas do material. Para materiais híbridos, como nanocompósitos baseados em óxidos metálicos e polímeros, a FTIR ajuda a confirmar a presença e a interação de componentes orgânicos e inorgânicos. A FTIR é comumente utilizada para caracterizar óxidos metálicos como Fe_3O_4 e $\alpha-Fe_2O_3$, identificando as bandas típicas relacionadas às vibrações Fe–O.

2.6 Termogravimetria (TGA)

A TGA é uma técnica analítica amplamente utilizada para estudar as mudanças de massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo. Essa técnica é especialmente útil para caracterizar materiais nanoestruturados, polímeros, óxidos metálicos e nanocompósitos, fornecendo informações importantes sobre estabilidade térmica, composição, e comportamento de decomposição [110]. A TGA baseia-se no monitoramento contínuo da massa de uma amostra à medida que ela é aquecida, resfriada ou mantida em uma temperatura constante. Durante o experimento, a amostra é exposta a um ambiente controlado, geralmente com fluxo de gás inerte (como nitrogênio ou argônio) ou oxidante (como ar ou oxigênio), para simular condições específicas. Os dados obtidos da TGA podem mostrar a variação da massa da amostra em função da temperatura ou do tempo e destacar as taxas de mudança de massa, facilitando a identificação de eventos térmicos, como decomposição ou oxidação [111]. O princípio de funcionamento da técnica mostrado no esquema da Figura 2.

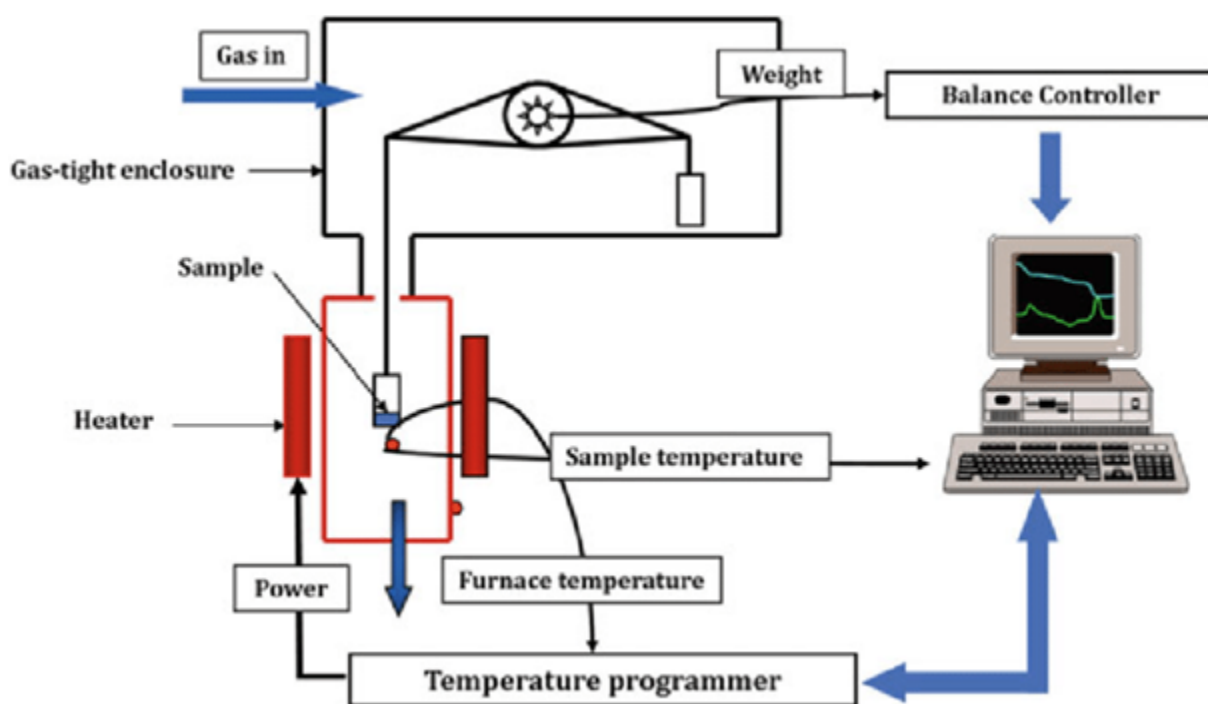


Figura 2 – Esquema de funcionamento de um Termogravímetro. Fonte: <<https://infinitalab.com/general-analytical/a-brief-understanding-on-thermogravimetric-analysis-tga/>>, acessado em 13/05/2024.

A TGA é frequentemente usada para avaliar a estabilidade térmica de materiais nanoestruturados. Por exemplo, nanocompósitos baseados em óxidos metálicos, como $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 , são analisados para determinar a temperatura máxima de operação antes que ocorra degradação significativa. A TGA auxilia na identificação de fases ou compostos intermediários em óxidos metálicos durante processos de aquecimento. Por exemplo, a desidratação de $\alpha - Fe_2O_3$ pode ser observada como uma perda de massa inicial. Além disso, A oxidação de Fe_3O_4 para $\alpha - Fe_2O_3$ é acompanhada por um aumento de massa devido à incorporação de

oxigênio. Nos nanocompósitos, a TGA permite quantificar a proporção de materiais orgânicos e inorgânicos. Por exemplo, ao analisar nanocompósitos de óxidos metálicos e polímeros, a TGA pode determinar o conteúdo de polímero degradável e a fração residual de óxido metálico. A TGA é usada para monitorar processos de decomposição de materiais em diferentes etapas, como perda de água, liberação de gases voláteis e decomposição de compostos orgânicos.

2.7 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é uma técnica poderosa e não destrutiva utilizada para investigar as propriedades vibracionais, estruturais e químicas de materiais [112]. Baseando-se na dispersão inelástica da luz, a espectroscopia Raman fornece informações complementares às obtidas por espectroscopia no infravermelho (FTIR), tornando-se essencial na caracterização de materiais nanoestruturados, como óxidos metálicos e nanocompósitos [113].

O efeito Raman ocorre quando a luz monocromática, geralmente de um laser, interage com uma molécula ou material, resultando em mudanças na energia dos fótons devido à excitação ou relaxamento vibracional. Essas mudanças são registradas como deslocamentos de frequência em relação à luz incidente e refletem as vibrações específicas das ligações químicas no material. Os espectros Raman consistem em picos característicos que fornecem assinaturas vibracionais únicas, permitindo a identificação de fases cristalinas, estados químicos e interações intermoleculares.

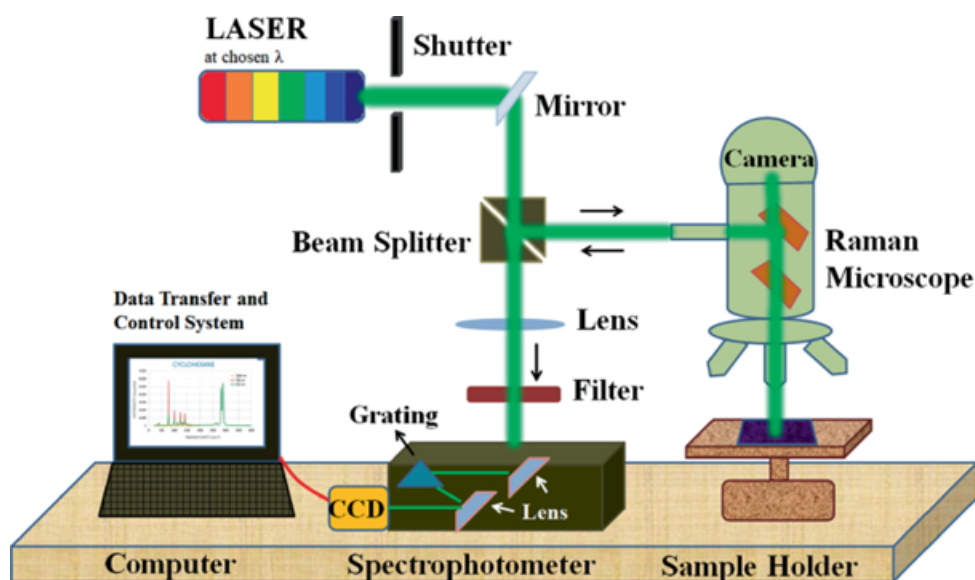


Figura 3 – Esquema de funcionamento de um espectômetro Raman. Fonte: <<https://www.jme.la/9649095/Raman-Spectroscopy.htm>>, acessado em 10/06/2024.

A espectroscopia Raman é amplamente utilizada para distinguir diferentes fases cristalinas de óxidos metálicos, como $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 . Cada fase apresenta modos vibracionais específicos que podem ser facilmente identificados no espectro Raman. Por exemplo, a $\alpha - Fe_2O_3$ exibe modos característicos em ~ 225 , ~ 290 e $\sim 410\text{ cm}^{-1}$ [114, 115, 116], enquanto que a

Fe_3O_4 exibe um pico intenso em $\sim 670\text{ cm}^{-1}$ associado às vibrações Fe–O. Nos nanocompósitos, a espectroscopia Raman é usada para identificar interações entre os componentes, como óxidos metálicos e matrizes poliméricas. Picos adicionais no espectro podem indicar ligações químicas ou interações específicas que ocorrem na interface dos materiais (117). A intensidade e largura dos picos Raman podem fornecer informações sobre o tamanho dos grãos e a presença de defeitos estruturais em nanomateriais (118). Em nanopartículas de óxidos metálicos, essas características ajudam a correlacionar as propriedades ópticas e catalíticas com a estrutura do material.

2.8 Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

A TEM é uma técnica de alta resolução amplamente utilizada para investigar a morfologia, estrutura cristalina e composição química de materiais em escala nanométrica [119]. Com capacidade de ampliação superior a um milhão de vezes, a TEM é uma ferramenta essencial na caracterização de materiais nanoestruturados, como nanopartículas, óxidos metálicos e nanocompósitos.

Um microscópio de transmissão, cujo esquema de funcionamento é mostrado na Figura 4, é empregado para a obtenção de imagens de TEM. O microscópio opera transmitindo um feixe de elétrons altamente acelerado através de uma amostra ultrafina (tipicamente com espessura menor que 100 nm). Quando os elétrons interagem com o material, parte deles é espalhada, enquanto outros atravessam a amostra. A intensidade dos elétrons transmitidos é registrada para formar uma imagem, permitindo a análise da estrutura interna do material com detalhes em escala atômica. Além da imagem convencional, a TEM também oferece técnicas complementares, como: difração de elétrons (SAED), que fornece informações sobre a estrutura cristalina; microscopia de alta resolução (HRTEM), que revela arranjos atômicos diretamente e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS), que permite análise química localizada [120].

A TEM é amplamente utilizada para determinar a forma, tamanho e distribuição de nanopartículas. Essas informações são essenciais para correlacionar a estrutura com as propriedades funcionais, como reatividade catalítica ou eficiência fotocatalítica. Através de técnicas de difração de elétrons (SAED), a TEM permite identificar a fase cristalina de óxidos metálicos, como $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 . A análise também pode revelar defeitos estruturais, desordem e orientação de grãos. A TEM permite investigar a interação entre componentes de nanocompósitos. Por exemplo, em sistemas híbridos como o proposto no presente trabalho ou óxidos metálicos dispersos em polímeros, a TEM identifica a distribuição dos componentes e avalia a formação de interfaces. A microscopia de alta resolução (HRTEM) é usada para visualizar arranjos atômicos em óxidos metálicos e nanocompósitos, fornecendo insights sobre a formação de fases e propriedades eletrônicas [121]. Com o acoplamento de espectroscopia EDS, a TEM permite mapear a composição química em regiões específicas da amostra, sendo crucial para identificar elementos traço e dopantes em materiais nanoestruturados. Ao analisar nanocom-

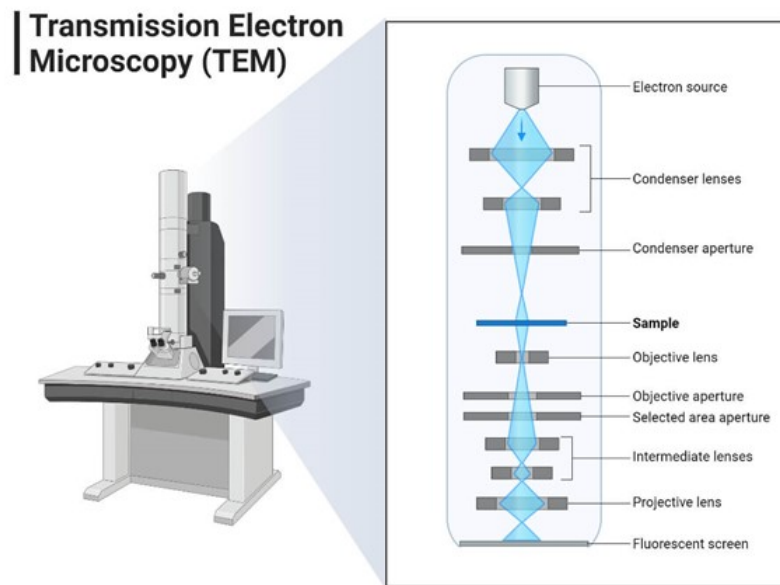


Figura 4 – Esquema de funcionamento de um microscópio eletrônico de transmissão. Fonte: < <https://microbenotes.com/transmission-electron-microscope-tem>>, acessado em 19/08/2024.

pósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, a TEM pode identificar as diferenças morfológicas entre as fases e confirmar a presença de interfaces bem definidas. Difração SAED pode distinguir entre as estruturas cristalinas da $\alpha - Fe_2O_3$ e da Fe_3O_4 , enquanto EDS verifica a composição elementar de cada fase.

2.9 Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM)

A Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM) é uma técnica amplamente utilizada para medir as propriedades magnéticas de materiais [122]. Capaz de fornecer dados detalhados sobre magnetização, coercividade, retentividade e outros parâmetros magnéticos, a VSM é essencial para caracterizar materiais como óxidos metálicos, nanopartículas magnéticas e nanocompósitos.

O VSM baseia-se no princípio da indução magnética, em que uma amostra é colocada em um campo magnético externo e submetida a uma vibração controlada em frequência constante. Essa vibração gera uma mudança no fluxo magnético ao redor da amostra, induzindo uma corrente em bobinas de detecção [122]. A intensidade da corrente é diretamente proporcional à magnetização da amostra. O equipamento registra a resposta magnética da amostra em função do campo magnético aplicado (curva de histerese), permitindo determinar propriedades magnéticas fundamentais, conforme mostrado na Figura 5 [123]. A VSM fornece uma ampla gama de informações magnéticas. A primeira e mais estudada é a magnetização de saturação (M_s), que reflete a magnetização máxima alcançada pela amostra quando exposta a um campo magnético suficientemente forte. A segunda é a magnetização remanente (M_r), que quantifica a magnetização residual após a remoção do campo magnético. O terceiro é a coercitividade (H_c), que indica o campo magnético necessário para reduzir a magnetização a zero. Finalmente,

também é possível determinar a permeabilidade magnética, que avalia a resposta magnética ao campo aplicado. Esses parâmetros são cruciais para aplicações em dispositivos magnéticos, separação magnética, gravação de dados e nanomedicina [123].

A VSM é amplamente utilizada para avaliar o comportamento superparamagnético de nanopartículas de Fe_3O_4 e ferritas. Esse comportamento, caracterizado pela ausência de histerese magnética em temperatura ambiente, é essencial para aplicações em biomedicina, como hipertermia magnética e entrega de fármacos. Nanocompósitos magnéticos, como $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, podem ser analisados para determinar como as interações entre componentes influenciam suas propriedades magnéticas. A VSM pode revelar sinergias magnéticas entre as fases, contribuindo para aplicações em remediação ambiental e sensores magnéticos. Materiais combinando propriedades magnéticas e catalíticas, como Fe_3O_4 funcionalizado com polímeros ou óxidos metálicos, podem ser caracterizados para otimizar desempenho em processos de separação magnética ou catálise assistida por magnetismo. Ao analisar um nanocompósito $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, a VSM pode distinguir as contribuições magnéticas de cada fase.

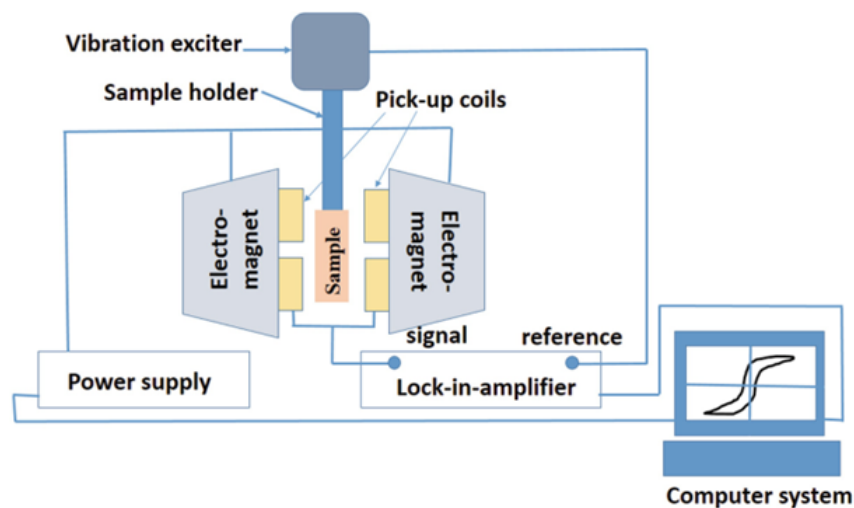


Figura 5 – Esquema de funcionamento de um magnetômetro de amostra vibrante. Fonte: (123).

3 METODOLOGIA

3.0.1 Materiais

O extrato hidroetanólico de *Maytenus rigida* Mart. foi preparado seguindo um protocolo previamente estabelecido (49). O extrato foi empregado como agente qualante na preparação de nanocompósitos à base de óxidos de ferro. O reagente Hexametildissiloxano (HDMSO) (Sigma-Aldrich, $\geq 99\%$) foi utilizado como solvente para dissolver o extrato. Finalmente, o nitrato de ferro nonahidratado, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ (Sigma-Aldrich, $\geq 99\%$), foi selecionado como fonte de de ions Fe^{3+} *paraasntese*.

3.0.2 Síntese dos Nanocompósitos

Em um procedimento simples, 1 g do extrato de *Maytenus rigida* foi dissolvido em 50 mL de uma solução de HDMSO a 1%. Subsequentemente, 5 g (0,0124 mols) de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ foram adicionados à solução, que foi então mantida a 100 °C por 24 horas em uma estufa, para produzir um xerogel amorfo. Por fim, o xerogel foi calcinado a 400 °C (HM#400), 500 °C (HM#500) e 600 °C (HM#600) para obter nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ com estrutura e magnetismo dependente da temperatura.

3.0.3 Caracterização dos Nanocompósitos

3.0.3.1 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os grupos funcionais dos nanocompósitos foram analisados por FTIR usando um espectrofotômetro PerkinElmer Spectrum Two™, utilizando pastilhas de KBr. Os espectros foram registrados em uma faixa de 4000 a 400cm^{-1} com resolução de 8cm^{-1} .

3.0.3.2 Termogravimetria (TGA/DTA/DTG)

Os perfis de decomposição das amostras foram avaliados por TGA usando um sistema Shimadzu TGA-50, trabalhando na faixa de temperatura de 25–1000 °C e taxa de aquecimento de 10 °C/min.

3.0.3.3 Espectroscopia Raman

A estrutura molecular e os modos vibracionais das amostras foram investigados utilizando espectroscopia Raman. Os espectros foram coletados com um Microscópio Raman Witec Alpha 300 R (Oxford, Alemanha), empregando um laser de 532 nm (luz verde) como fonte de excitação, com potência de 0,35 mW.

3.0.3.4 Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM)

A morfologia das nanoestruturas e os padrões de difração eletrônica (SAED) das amostras foram analisados por microscopia eletrônica de transmissão (TEM), utilizando um microscópio JEOL JEM-2100F, operando a 200 kV. As imagens obtidas foram tratadas e analisadas usando o software Gatan Inc.'s Digital Micrograph™ (124). Além disso, os padrões SAED foram analisados usando o software CrysTBox (125).

3.0.3.5 Propriedades Magnéticas

Os atributos magnéticos das amostras foram avaliados usando um sistema de medição de propriedades físicas (PPMS) equipado com um magnetômetro de amostra vibrante (Dyna-cool, Quantum Design). As medições de magnetização foram realizadas em função do campo magnético, variando de -10 T a 10 T, à temperatura ambiente (300 K).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise Química do Extrato de Maytenus e do Xerogel

A síntese de nanocompósitos utilizando extratos vegetais como agentes estabilizantes e complexantes tem ganhado destaque devido à sua abordagem sustentável e rica em fitoquímicos. Esses compostos, presentes nos extratos, podem influenciar diretamente as propriedades químicas, físicas e fotocatalíticas dos materiais nanoestruturados. No caso do extrato hidroenólico de *Maytenus rigida*, sua composição fitoquímica rica em flavonoides, fenóis, triterpenos, taninos e quinonas [126, 49] contribui de maneira significativa para a síntese e modificação de nanomateriais como os nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$.

A análise das propriedades físicas e químicas desses materiais, realizada por FTIR, revelou diferenças fundamentais entre o extrato fresco de *Maytenus rigida* e o xerogel precursor, como mostrado na Figura 6.

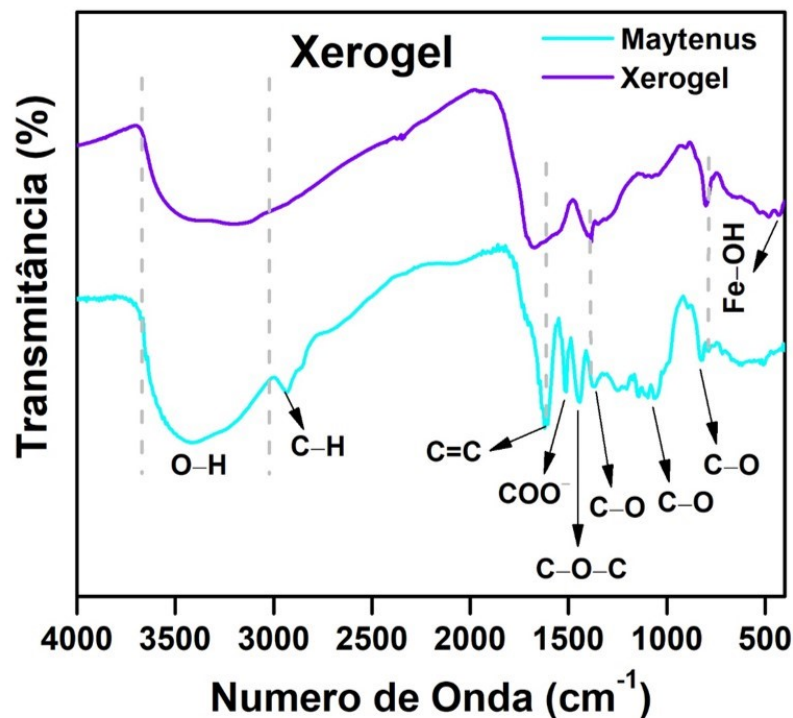


Figura 6 – Espectros de FTIR do extrato hidroetanólico de *Maytenus rigida* e do xerogel precursor dos nanocompósitos.

As bandas largas em 3360 cm^{-1} , atribuídas às vibrações de alongamento dos grupos hidroxila (O-H) [127, 128], estão presentes em ambos os espectros, indicando a participação desses grupos na formação de ligações químicas nos nanocompósitos. A banda em 2929 cm^{-1} , associada às estruturas de alcano presentes nas proteínas e açúcares do extrato [49], demonstra a interação entre os compostos orgânicos e os precursores metálicos durante a síntese. Entre os compostos mais importantes, os anéis aromáticos dos taninos, flavonoides e triterpenos

mostraram-se cruciais para a formação e estabilidade dos complexos. A banda localizada em 1629 cm^{-1} , associada às vibrações C=C ou C=O [49, 129], evidencia a participação desses compostos na ligação com os precursores metálicos. A banda centrada em 1512 cm^{-1} está relacionada à vibração de estiramento do COO- e surge de compostos orgânicos ricos em ácidos carboxílicos [62]. A banda em 1445 cm^{-1} é atribuída às vibrações de estiramento do C–O–C associadas às moléculas de carboidratos presentes no extrato de Maytenus. As bandas em 1372 e 1088 cm^{-1} são particularmente relevantes para os complexos similares a acetato formados no xerogel, enquanto as bandas C-O em 845 cm^{-1} , atribuídas a anéis aromáticos [129], deslocam-se para 801 cm^{-1} no espectro do xerogel, sugerindo alterações estruturais induzidas pela calcinação. Contudo, a banda em 1385 cm^{-1} , presente apenas no espectro do xerogel, é atribuída à moléculas de carbonato CO_3^{2-} adsorvidas em sua superfície [41]. Essas transformações estruturais têm impacto direto na morfologia e no tamanho das partículas, fatores críticos para a atividade fotocatalítica.

4.2 Análise Térmica do Xerogel

As propriedades físicas de sistemas nanoestruturados são fortemente influenciadas pela temperatura de cristalização, determinando tamanho, cristalinidade e composição de fase das partículas [132]. Antes da calcinação do xerogel precursor dos nanocompósitos, foi realizada uma análise termogravimétrica detalhada, como mostrado na Figura 7, para avaliar a decomposição térmica do xerogel.

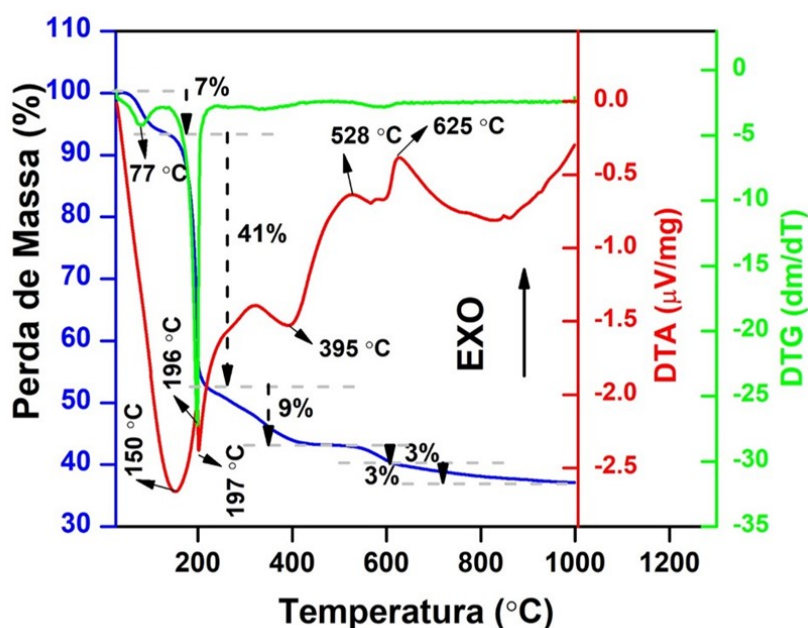


Figura 7 – Curvas TGA/DTG do xerogel precursor dos nanocompósitos

A curva TGA/DTA/DTG obtida revelou cinco estágios de decomposição térmica. O estágio inicial, com perda de massa de 7% e pico endotérmico DTA a 196 °C , pode ser atribuído

à liberação de água residual, gases e compostos voláteis adsorvidos na superfície dos nanocompósitos [133]. Em seguida, uma perda substancial de 41%, a 197 °C, reflete a decomposição de vitaminas, proteínas e açúcares [131] do extrato de *Maytenus rigida*, notadamente, ligadas aos grupos funcionais observados no extrato, como mostrado na análise FTIR (Figura 1). Esses compostos são essenciais para o processo de oxirredução de cátions férricos e formação de um complexo à base de ferro. A perda de 9% do peso do xerogel, com pico endotérmico DTA a 395 °C, indica a decomposição de compostos orgânicos e a formação de CO_3^{-2} , além da conversão parcial para nanoestruturas $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. Os estágios finais, com perda acumulada de 6% e picos exotérmicos DTA a 528 e 625 °C, sugerem a conversão de CO_3^{-2} em CO_2 e a transformação de Fe_3O_4 em $\alpha - Fe_2O_3$. Com base nesses resultados, o xerogel foi calcinado a 400, 500 e 600 °C, potencialmente promovendo a formação dos nanocompósitos com diferentes configurações atômicas, morfologia, tamanho de partícula e propriedades magnéticas.

4.3 Análise Química dos Nanocompósitos

A análise química via FTIR da estrutura dos nanocompósitos calcinados nas três temperaturas, conforme ilustrado na Figura 8, revela mudanças significativas nas bandas de absorção.

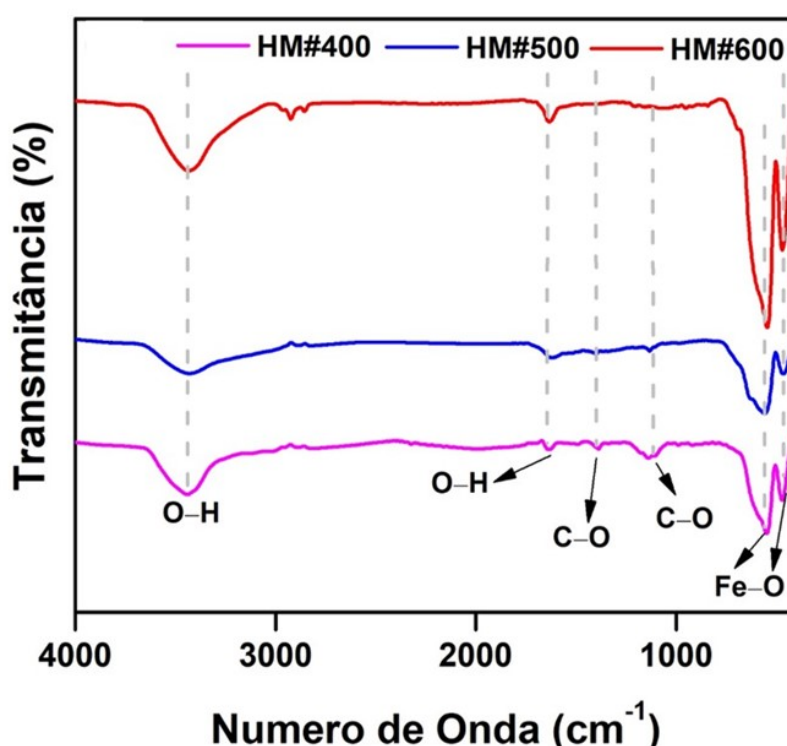


Figura 8 – Espectros de FTIR dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ calcinados a 400, 500 e 600 °C

As bandas em torno de 546 e 468 cm^{-1} , atribuídas às vibrações de alongamento da ligação Fe-O [134, 135, 136], fornecem evidências claras da formação de óxidos de ferro. A intensificação dessas bandas à medida que a temperatura de calcinação aumenta, especialmente

em 600 °C, indica uma maior cristalinidade e purificação dos nanocompósitos. Os espectros de FTIR mostram ainda bandas consistentes em 3400 cm^{-1} (O–H) e 1640 cm^{-1} (vibração de deformação de H–O–H), que são atribuídas à água molecular adsorvida na superfície das nanopartículas [137, 138]. Essas bandas tornam-se menos intensas em temperaturas mais altas, sugerindo a remoção progressiva de água superficial e grupos hidroxila durante o processo de calcinação. Além disso, as bandas em torno de 1398 e 1127 cm^{-1} , associadas às vibrações de CO_3^{2-} e CO_2 [41], respectivamente, indicam a persistente presença de compostos de carbonáceos adsorvidos na superfície das nanopartículas em temperaturas mais baixas. Com o aumento da temperatura, essas bandas desaparecem completamente em 600 °C, indicando a eliminação de compostos orgânicos residuais e contaminantes superficiais, o que contribui para a formação de nanocompósitos mais puros. Esses resultados evidenciam que temperaturas de calcinação mais altas promovem uma maior pureza estrutural e uma melhor definição das fases de óxido de ferro, essenciais para o aprimoramento das propriedades físicas dos nanocompósitos.

4.4 Análise Estrutural dos Nanocompósitos

A análise Raman dos nanocompósitos $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Fe}_3\text{O}_4$, ilustrada na Figura 9, fornece informações detalhadas sobre a coexistência das fases de óxidos de ferro dependentes da temperatura e suas interações estruturais. Utilizando excitação a 532 nm e baixa potência de laser (0,35 mW), foi possível evitar conversões térmicas indesejadas, como a transição de Fe_3O_4 para $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ ou maghemita ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$) durante a medição [139, 140]. A $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ pertence ao grupo pontual D_{2h} e exibe seis elementos de simetria. Essa fase possui um total de 18 modos vibracionais, compreendendo $2A_{1g}$, $2A_{1u}$, $3A_{2g}$, $2A_{2u}$, $5E_g$ e $4E_u$ [141]. Os modos (A_{1g} , E_g) são Raman, (A_{1u} , A_{2g}) são opticamente inativos, e (A_{2u} , E_u) estão associados a vibrações no IR, mas não são Raman ativos. O modo A_{1u} é inativo no Raman porque não está associado a nenhuma mudança na polarizabilidade durante a vibração, e o modo A_{2g} não é observado porque é proibido pela simetria no grupo pontual D_{2h} . Por outro lado, a Fe_3O_4 pertence ao grupo pontual O_h e possui 24 elementos de simetria. No entanto, os modos vibracionais Raman comumente observados são: $3T_{2g}$, E_{1g} , e A_{1g} , cuja ocorrência depende fortemente das condições experimentais [142].

A fase $\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$ exibe os fônons originados do ponto τ . Em particular, os modos E_g em $237, 282, 408, 612\text{ cm}^{-1}$, bem como os modos A_{1g} em 222 e 482 cm^{-1} , estão presentes em todos os espectros (Figura 9). Vale ressaltar que o pico centrado em 282 cm^{-1} pode potencialmente consistir em dois picos, que notavelmente pertencem à mesma espécie E_g . Este achado está bem alinhado com a literatura (114, 115, 116), confirmando que os fônons originados do ponto τ seguem as regras de seleção para o grupo pontual D_{2h} [139, 141]. No entanto, para o Fe_3O_4 , apenas os dois modos T_{2g} em 370 e 530 cm^{-1} são observados. De acordo com a teoria cristalina, os modos vibracionais de um composto cristalino estão intimamente ligados à sua estrutura cristalina e simetria [143]. Assim, a ausência dos modos vibracionais E_{1g} , A_{1g} e de um modo

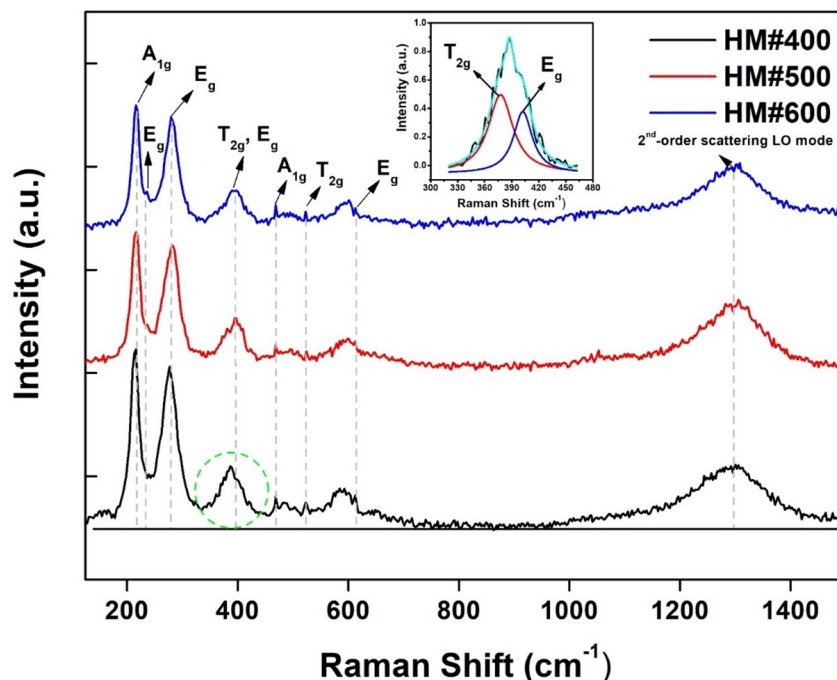


Figura 9 – Espectros Raman (excitação a 532 nm) dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. A região destacada em verde foi deconvoluída para mostrar os picos sobrepostos atribuídos aos modos vibracionais ativos Raman T_{2g} e E_g de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 , respectivamente.

adicional T_{2g} nos nanocompósitos pode resultar de impurezas, desordem estrutural ou redução da simetria cristalina devido à mistura de fases. Além disso, a sobreposição de picos e o alargamento dos modos vibracionais observados podem indicar a influência de efeitos de tamanho de partícula, irregularidades estruturais ou interações entre as fases presentes nos nanocompósitos, devido à sua composição nanoestruturada [144]. No entanto, a presença dos dois modos T_{2g} confirma a presença da fase Fe_3O_4 em todos os nanocompósitos. Além disso, a região destacada em verde (deconvoluída) contém um pico largo, inicialmente centrado em 390 cm^{-1} (HM400), que mudou para 400 cm^{-1} (HM600), alinhando-se com o modo vibracional E_g esperado, teoricamente previsto em 412 cm^{-1} [141]. Esse deslocamento confirma a conversão dependente da temperatura de Fe_3O_4 em nanopartículas de $\alpha - Fe_2O_3$, consistente com nossa análise de DRX. Além disso, o pico amplo em torno de 1300 cm^{-1} é atribuído ao modo óptico de segunda ordem (LO) [140]. A ocorrência deste pico indica interações específicas entre íons O^{2-} nas redes de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 , provavelmente ditadas por fatores como microdeformações, distorções estruturais ou interações interfaciais.

4.5 Análise Microestrutural dos Nanocompósitos

O crescimento das nanopartículas e a estrutura das nanopartículas foram confirmados por meio da análise TEM, apresentada na Figura 10. As imagens de TEM ilustram nanopartículas aglomeradas com tamanhos médios de $8,9 \pm 1,1\text{ nm}$ (Fe_3O_4) e $24 \pm 2,5\text{ nm}$ ($\alpha - Fe_2O_3$) em HM400 (Fig. 5(a)), $62 \pm 3,2\text{ nm}$ (Fe_3O_4) e $80 \pm 2,7\text{ nm}$ ($\alpha - Fe_2O_3$) em HM500 (Fig. 5(b))

e $79 \pm 2,2$ nm (Fe_3O_4) e $133 \pm 4,4$ nm ($\alpha - Fe_2O_3$) em HM600 (Fig. 5(c)), indicando um aumento no tamanho dos cristalitos de 400 a 600 °C. O aglomeramento das nanopartículas diminuiu com o aumento da temperatura de calcinação. O processo de calcinação eliminou agentes estabilizantes ou grupos funcionais que permaneceram adsorvidos na superfície das nanopartículas [145, 146, 147, 148]. Temperaturas de calcinação mais baixas foram insuficientes para a decomposição completa dos precursores à base de Maytenus, o que pode levar à presença desses grupos funcionais nas superfícies de $\alpha - Fe_3O_4$ e Fe_3O_4 , precipitando conexões entre partículas e a formação de aglomerados robustos [149]. Além disso, o desequilíbrio de carga em nanopartículas pequenas impulsiona interações eletrostáticas, resultando no aglomeramento [150]. Essa investigação também ilustra as formas das nanopartículas de cada fase. Como pode ser visto, partículas com morfologia esférica são observadas para ambas as fases em HM400 (destacadas na Fig. 10(a)). Contudo, o aumento da temperatura de calcinação associado ao aumento do tamanho de partícula promove um crescimento anisotrópico das nanopartículas de ambas as fases. Partículas com morfologias similares a cruzes e nozes, são observadas para temperaturas mais altas de calcinação (Figuras 10(b)–(c))

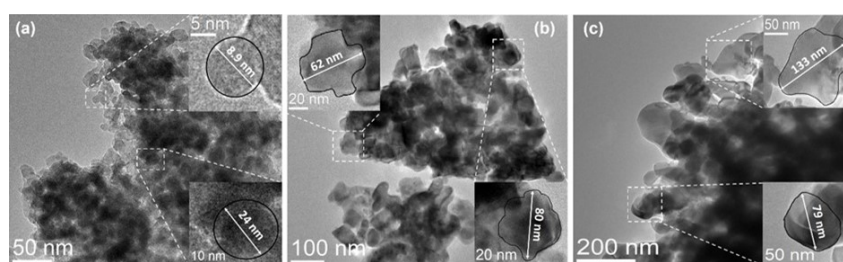


Figura 10 – Micrografias de TEM para os nanocompósitos calcinados a (a) 400 °C (HM400), (b) 500 °C (HM500) e (c) 600 °C (HM600).

A coexistência das duas fases, bem como a natureza policristalina das nanopartículas foram ainda confirmadas usando imagens de HRTEM das amostras HM400 e HM600 (Figuras 11(a)–(b)). Para Fe_3O_4 , os planos cristalográficos [442], [511] e [220] correspondem a espaçamentos interplanares de 0,139, 0,161 e 0,297 nm, respectivamente. A variação observada de 0,01 nm no espaçamento interplanar do plano [511] nas duas amostras confirma modificações estruturais de 400 a 600 °C. As nanopartículas da fase $\alpha - Fe_2O_3$ apresentam os planos cristalográficos [012], [104], [006], [113], [024] e [226], com espaçamentos interplanares de 0,376, 0,161 e 0,297 nm, respectivamente. Contudo, nenhum plano comum pode ser observado entre as amostras calcinadas de 400 a 600 °C, indicando um crescimento anisotrópico distinto das nanopartículas. A análise SAED (Figuras 11(c)–(e)) também confirma a coexistência das fases e policristalinidade das nanopartículas, com anéis concêntricos correspondendo às estruturas cúbicas e romboédricas de Fe_3O_4 e $\alpha - Fe_2O_3$, respectivamente. A fase Fe_3O_4 exibe os planos [622], [440], [220], [111], [752], [500], [400], [311], [444], [531] e [422], enquanto para $\alpha - Fe_3O_4$ os planos [024], [122], [113], [110], [226], [119], [214], [012], [177], [117], [257], [347], [053], [004], [220] e [006] são evidentes. Essas análises confirmam a presença de ambas as fases, sua natureza policristalina

e a influência do aumento da temperatura de calcinação no crescimento anisotrópico.

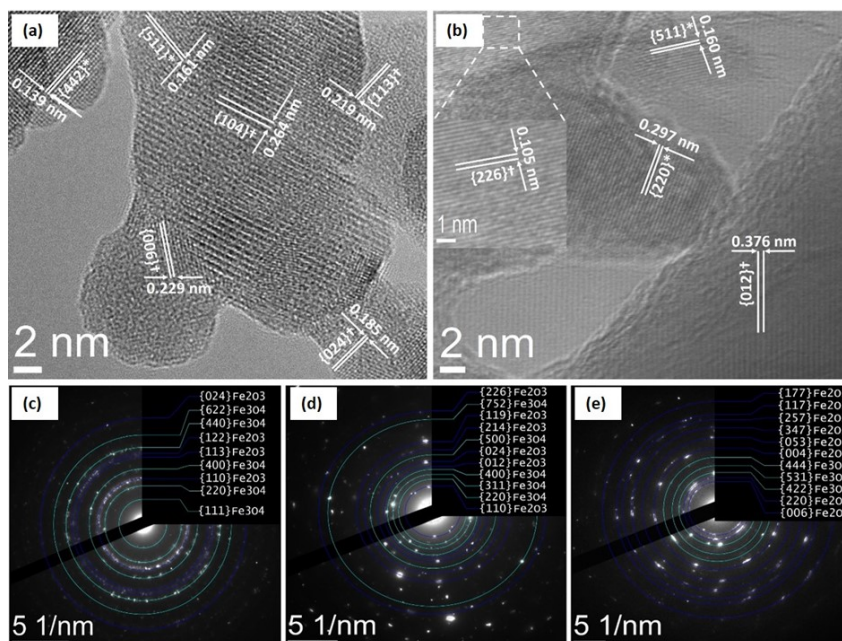


Figura 11 – Figura 11. Imagens de HRTEM das amostras (a) HM400 e (b) HM600 e padrões de SAED para (c) HM400, (d) HM500 e (e) HM600 dos nanocompósitos. Os símbolos * e † indicam planos pertencentes às fases Fe_3O_4 e $\alpha - Fe_2O_3$, respectivamente.

4.6 Propriedades Magnéticas dos Nanocompósitos

Os nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ exibem não apenas características químicas e estruturais únicas dependendo da temperatura de calcinação, mas também propriedades magnéticas notáveis, conforme mostrado na Figura 12. A modificação da estrutura do nanocompósito com o aumento da temperatura afetou significativamente suas propriedades magnéticas, o que está relacionado à coexistência das fases de Fe_3O_4 e $\alpha - Fe_2O_3$. A $\alpha - Fe_2O_3$ é um óxido de ferro antiferromagnético com uma transição de Morin em $\sim 260K$ [151], tornando-se fracamente ferromagnético ligeiramente acima dessa temperatura devido a spins inclinados [152]. Em contraste, a Fe_3O_4 é ferrimagnética, com alta magnetização de saturação e baixa coercividade devido a fortes interações de troca dupla [153, 154], tornando-se paramagnético acima de aproximadamente $\sim 850K$ [155].

As curvas de histerese magnética à temperatura ambiente mostradas fornecem informações sobre a magnetização de saturação (MS), magnetização remanente (MR) e campo coercivo (HC) dos nanocompósitos. O comportamento de histerese de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 provavelmente reflete a interação entre as fases fracamente ferromagnéticas e ferrimagnéticas. Tipicamente, a presença de Fe_3O_4 aumenta a magnetização geral devido à sua alta magnetização de saturação, enquanto o $\alpha - Fe_2O_3$ contribui para o aumento da coercividade devido à sua maior resistência à desmagnetização [156]. Como pode ser observado, os nanocompósitos HM400, HM500 e

HM600 exibem o típico comportamento fracamente ferromagnético. A magnetização de saturação (MS) diminui de HM400 (29,79 emu/g) para HM600 (12,51 emu/g), indicando uma maior fração da fase fracamente ferromagnética $\alpha - Fe_2O_3$ em temperaturas mais altas. No entanto, tanto a magnetização remanente (MR) quanto o campo coercivo (HC) aumentam com a temperatura, evidenciando o aumento do conteúdo de $\alpha - Fe_2O_3$, que é mais difícil de desmagnetizar. Esse comportamento pode ser explicado pela redução da contaminação superficial a temperaturas mais elevadas, que melhorou a cristalinidade das fases de óxido de ferro, aprimorando suas propriedades magnéticas ao proporcionar um ambiente mais uniforme para as interações magnéticas. Além disso, o aumento no tamanho das partículas de $\alpha - Fe_2O_3$, juntamente com a evolução de sua forma, resultou em distorções e mudanças nas posições atômicas em ambas as fases. Essa distorção significativa na rede de $\alpha - Fe_2O_3$ pode potencialmente resultar em defeitos de vacância de ferro (V_{Fe}), o que pode induzir uma diminuição do momento magnético dos nanocompósitos. Apesar do menor momento magnético, a presença de defeitos V_{Fe} perturba a rede e pode criar interações magnéticas localizadas, contribuindo para uma magnetização residual mais forte após a remoção do campo externo. Adicionalmente, a estrutura eletrônica alterada e as mudanças induzidas pelos defeitos na anisotropia magnética podem aumentar a coercividade do material, tornando-o mais resistente a alterações no estado de magnetização. Portanto, temperaturas de calcinação mais altas aumentam a coercividade e a magnetização remanente nos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$, apesar da redução na magnetização de saturação.

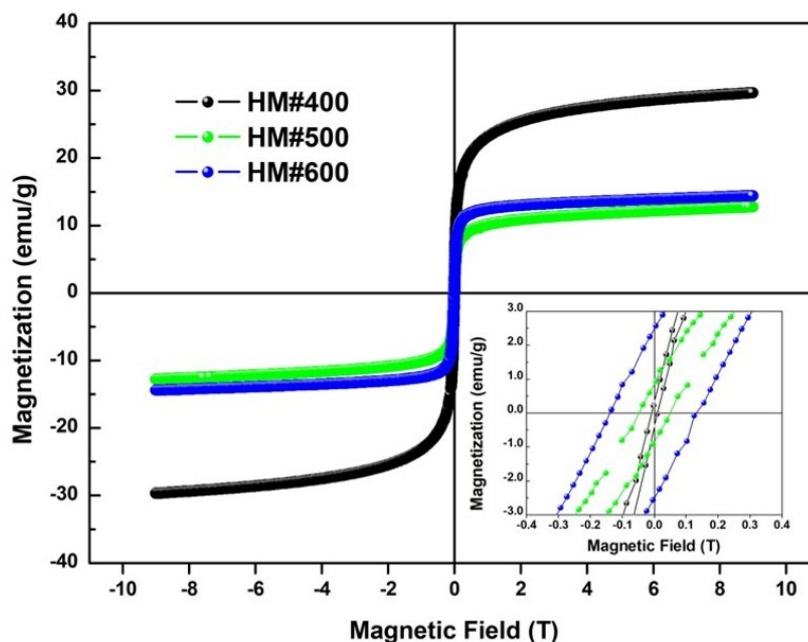


Figura 12 – Curvas de histerese magnética dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. A região crítica ampliada no quarto quadrante foi usada para estimar a magnetização remanente e a coercividade.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho mostra que a síntese de nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ utilizando o extrato de *Maytenus rigida* Mart. como agente bioquelante representa uma abordagem inovadora, sustentável e eficaz para o desenvolvimento de materiais avançados. A pesquisa demonstra que o uso de agentes naturais pode substituir métodos tradicionais que dependem de reagentes químicos tóxicos, contribuindo para a redução de impactos ambientais. O extrato mostrou-se essencial para o processo de síntese, desempenhando múltiplas funções, como a estabilização de precursores metálicos, a formação de nanopartículas e a modulação de suas propriedades químicas e estruturais. A temperatura de calcinação foi um parâmetro crucial, influenciando diretamente a pureza estrutural, a cristalinidade e as propriedades magnéticas dos nanocompósitos. A análise por FTIR e Raman confirmou a coexistência das fases de $\alpha - Fe_2O_3$ e Fe_3O_4 , com transições estruturais significativas durante o processo de calcinação. A caracterização microestrutural revelou que as condições de síntese influenciaram o tamanho e a morfologia das nanopartículas, além de promoverem a interação entre as fases. Do ponto de vista ambiental, os nanocompósitos sintetizados apresentaram potencial significativo para aplicações em remediação, incluindo a remoção de poluentes em águas contaminadas. As propriedades magnéticas observadas podem ser úteis para facilitar processos de separação e recuperação, permitindo múltiplos usos do nanomaterial. Esses aspectos reforçam a relevância dos nanocompósitos $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ como soluções tecnológicas para desafios ambientais. Além disso, o uso de *M. rigida* valoriza a biodiversidade regional e promove a integração entre inovação científica e sustentabilidade. Este trabalho contribui para a ciência e física dos materiais ao demonstrar que rotas alternativas, baseadas em química verde, podem gerar nanocompósitos com alto desempenho funcional. Por fim, os resultados obtidos oferecem uma base sólida para futuros estudos e para a aplicação prática desses materiais em larga escala, integrando avanços tecnológicos às demandas globais de sustentabilidade.

REFERÊNCIAS

- [1] ASHRAF, S. A. ET AL., *Innovations in nanoscience for the sustainable development of food and agriculture with implications on health and environment*, Science of The Total Environment, v. 768, p. 144990, maio 2021. Citado na página 7.
- [2] KUSIOR, A. ET AL., *Surface-Controlled Photocatalysis and Chemical Sensing of TiO₂, α – Fe₂O₃, and Cu₂O Nanocrystals*, Crystals, v. 9, n. 3, p. 163, 20 mar. 2019. Citado na página 7.
- [3] NGUYEN, M. D. ET AL., *Fe₃O₄ Nanoparticles: Structures, Synthesis, Magnetic Properties, Surface Functionalization, and Emerging Applications*, Applied Sciences, v. 11, n. 23, p. 11301, 29 nov. 2021. Citado 2 vezes nas páginas 7 e 13.
- [4] SHAHRODIN, N. S. M. ET AL., *Superparamagnetic Iron Oxide as Photocatalyst and Adsorbent in Wastewater Treatment – A Review*, Micro and Nanosystems, v. 12, n. 1, p. 4–22, 21 jan. 2020. Citado na página 7.
- [5] AHMED, S. F. ET AL., *Recent developments in physical, biological, chemical, and hybrid treatment techniques for removing emerging contaminants from wastewater*, Journal of Hazardous Materials, v. 416, p. 125912, ago. 2021. Citado na página 7.
- [6] HUSSAIN, I. ET AL., *Green synthesis of nanoparticles and its potential application*, Biotechnology Letters, v. 38, n. 4, p. 545–560, abr. 2016. Citado na página 7.
- [7] MISHRA, M. ET AL., *Green synthesis interventions of pharmaceutical industries for sustainable development*, Current Research in Green and Sustainable Chemistry, v. 4, p. 100174, 2021. Citado na página 7.
- [8] MORETO, R. F. ET AL., *Potencial das geotecnologias para monitoramento do impacto da colonização na floresta nativa na microbacia do Rio Enganado, Amazônia Ocidental, Brasil*, RECIMA21 - Revista Científica Multidisciplinar - ISSN 2675-6218, v. 2, n. 7, p. e27588, 22 ago. 2021. Citado na página 7.
- [9] PRAKALATHAN, D.; KAVITHA, G.; KUMAR, G. D., *Bioinspired copper oxide nanocomposites: harnessing plant extracts for enhanced photocatalytic performance*, Environmental Science and Pollution Research, v. 31, n. 39, p. 51415–51430, 7 ago. 2024. Citado na página 8.
- [10] SAFAJOU, H. ET AL., *Green Synthesis and Enhanced Photocatalytic Performance of rGO/ZnO/Fe₃O₄ Nanocomposites: A Sustainable Approach to Environmental Remediation*, Journal of Fluorescence, 24 out. 2024. Citado na página 8.

- [11] KHARISSOVA, O. V. ET AL. Greener synthesis of chemical compounds and materials. *Royal Society Open Science*, v. 6, n. 11, p. 191378, 6 nov. 2019. Citado na página 8.
- [12] AFONSO, I. S. ET AL. Green synthesis of nanoparticles from olive oil waste for environmental and health applications: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 12, n. 5, p. 114022, out. 2024. Citado na página 8.
- [13] PATIÑO-RUIZ, D. A. ET AL. Environmental Sustainability Evaluation of Iron Oxide Nanoparticles Synthesized via Green Synthesis and the Coprecipitation Method: A Comparative Life Cycle Assessment Study. *ACS Omega*, v. 6, n. 19, p. 12410–12423, 18 maio 2021. Nenhuma citação no texto.
- [14] ALI, A. ET AL. Synthesis, characterization, applications, and challenges of iron oxide nanoparticles. *Nanotechnology, Science and Applications*, v. 9, p. 49–67, ago. 2016. Citado na página 8.
- [15] NISTICÒ, R. A synthetic guide toward the tailored production of magnetic iron oxide nanoparticles. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, v. 60, n. 1, p. 29–40, jan. 2021. Citado na página 8.
- [16] GUPTA, A. K.; GUPTA, M. Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications. *Biomaterials*, v. 26, n. 18, p. 3995–4021, jun. 2005. Citado na página 8.
- [17] STOJANOVIC, B. D.; DZUNUZOVIC, A. S.; ILIC, N. I. Review of methods for the preparation of magnetic metal oxides. In: *Magnetic, Ferroelectric, and Multiferroic Metal Oxides*. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 333–359. Citado na página 8.
- [18] HASANY, S. ET AL. Magnetic Iron Oxide Nanoparticles: Chemical Synthesis and Applications Review. *Current Nanoscience*, v. 9, n. 5, p. 561–575, 1 ago. 2013. Citado na página 8.
- [19] ROY, S. D.; DAS, K. C.; DHAR, S. S. Conventional to green synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles; its application as catalyst, photocatalyst and toxicity: A short review. *Inorganic Chemistry Communications*, v. 134, p. 109050, dez. 2021. Citado na página 8.
- [20] HUSTON, M. ET AL. Green Synthesis of Nanomaterials. *Nanomaterials*, v. 11, n. 8, p. 2130, 21 ago. 2021. Citado na página 9.
- [21] IJAZ, I. ET AL. Detail review on chemical, physical and green synthesis, classification, characterizations and applications of nanoparticles. *Green Chemistry Letters and Reviews*, v. 13, n. 3, p. 223–245, 2 jul. 2020. Citado na página 9.

- [22] JADOON, S. ET AL. Green synthesis of nanoparticles using plant extracts: a review. *Environmental Chemistry Letters*, v. 19, n. 1, p. 355–374, 13 fev. 2021. Citado na página 9.
- [23] MONDAL, P.; ANWESHAN, A.; PURKAIT, M. K. Green synthesis and environmental application of iron-based nanomaterials and nanocomposite: A review. *Chemosphere*, v. 259, p. 127509, nov. 2020. Citado na página 9.
- [24] EL-SEEDI, H. R. ET AL. Metal nanoparticles fabricated by green chemistry using natural extracts: biosynthesis, mechanisms, and applications. *RSC Advances*, v. 9, n. 42, p. 24539–24559, 2019. Citado na página 9.
- [25] MD ISHAK, N. A. I.; KAMARUDIN, S. K.; TIMMIATI, S. N. Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles via plant extracts: an overview. *Materials Research Express*, v. 6, n. 11, p. 112004, 10 out. 2019. Citado na página 9.
- [26] KHAN, S. A. ET AL. Green Synthesis of Chromium Oxide Nanoparticles for Antibacterial, Antioxidant Anticancer, and Biocompatibility Activities. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 22, n. 2, p. 502, 6 jan. 2021. Citado na página 9.
- [27] BEGUM, S. J. P. ET AL. Recent Advances in Green Synthesis, Characterization, and Applications of Bioactive Metallic Nanoparticles. *Pharmaceuticals*, v. 15, n. 4, p. 455, 8 abr. 2022. Citado na página 9.
- [28] SINGH, H. ET AL. Revisiting the Green Synthesis of Nanoparticles: Uncovering Influences of Plant Extracts as Reducing Agents for Enhanced Synthesis Efficiency and Its Biomedical Applications. *International Journal of Nanomedicine*, v. 18, p. 4727–4750, ago. 2023. Citado na página 9.
- [29] HULKOTI, N. I.; TARANATH, T. C. Biosynthesis of nanoparticles using microbes—A review. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 121, p. 474–483, set. 2014. Citado na página 9.
- [30] IRAVANI, S.; ZOLFAGHARI, B. Green Synthesis of Silver Nanoparticles Using *Pinus eldarica* Bark Extract. *BioMed Research International*, v. 2013, p. 1–5, 2013. Citado na página 9.
- [31] MITTAL, A. K.; CHISTI, Y.; BANERJEE, U. C. Synthesis of metallic nanoparticles using plant extracts. *Biotechnology Advances*, v. 31, n. 2, p. 346–356, mar. 2013. Citado na página 9.
- [32] KIM, Y.; LI, C.-J. Perspectives on green synthesis and catalysis. *Green Synthesis and Catalysis*, v. 1, n. 1, p. 1–11, jun. 2020. Citado na página 9.

- [33] SAMUEL, M. S. ET AL. A Review on Green Synthesis of Nanoparticles and Their Diverse Biomedical and Environmental Applications. *Catalysts*, v. 12, n. 5, p. 459, 20 abr. 2022. Citado na página 9.
- [34] CROZIER, A.; CLIFFORD, M. N.; ASHIHARA, H. (EDS.). *Plant Secondary Metabolites*. [s.l.] Wiley, 2006. Citado na página 10.
- [35] NOBAHAR, A. ET AL. A review of plant metabolites with metal interaction capacity: a green approach for industrial applications. *BioMetals*, v. 34, n. 4, p. 761–793, 7 ago. 2021. Citado na página 10.
- [36] CHEN, Z. ET AL. Exploring the Correlation Between the Molecular Structure and Biological Activities of Metal–Phenolic Compound Complexes: Research and Description of the Role of Metal Ions in Improving the Antioxidant Activities of Phenolic Compounds. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 25, n. 21, p. 11775, 1 nov. 2024. Nenhuma citação no texto.
- [37] ZHOU, Y. ET AL. The role of secondary metabolites in the production of CuO nanoparticles by fungi: a physiological and metabolic approach. *Environmental Science: Nano*, v. 11, n. 11, p. 4487–4500, 2024. Citado na página 10.
- [38] RAJENDARAN, K.; MUTHURAMALINGAM, R.; AYYADURAI, S. Green synthesis of Ag–Mo/CuO nanoparticles using *Azadirachta indica* leaf extracts to study its solar photocatalytic and antimicrobial activities. *Materials Science in Semiconductor Processing*, v. 91, p. 230–238, mar. 2019. Citado na página 10.
- [39] BISWAS, K. ET AL. Green synthesis of silver nanoparticles from waste leaves of tea (*Camellia sinensis*) and their catalytic potential for degradation of azo dyes. *Journal of Molecular Structure*, v. 1318, p. 139448, dez. 2024. Citado na página 10.
- [40] SHAFEY, A. M. EL. Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles from plant leaf extracts and their applications: A review. *Green Processing and Synthesis*, v. 9, n. 1, p. 304–339, 18 jun. 2020. Citado na página 10.
- [41] MATOS, R. S. ET AL. Effect of the amapá-latex chelating agent contents on the microstructure and photocatalytic properties of ZnO nanoparticles. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 22, p. 2673–2689, jan. 2023. Citado 3 vezes nas páginas 10, 24 e 26.
- [42] MATOS, R. S. ET AL. Evaluation of the Photocatalytic Activity of Distinctive-Shaped ZnO Nanocrystals Synthesized Using Latex of Different Plants Native to the Amazon Rainforest. *Nanomaterials*, v. 12, n. 16, p. 2889, 22 ago. 2022. Citado na página 10.

- [43] MATOS, R. S. ET AL. Novel Amapá latex-mediated synthesis of defective $\alpha - Fe_2O_3$ nanoparticles with enhanced ferromagnetism and sunlight photocatalytic activity. *Ceramics International*, jun. 2022. Citado na página 10.
- [44] RAJAN, R. ET AL. Plant extract synthesized silver nanoparticles: An ongoing source of novel biocompatible materials. *Industrial Crops and Products*, v. 70, p. 356–373, ago. 2015. Citado na página 10.
- [45] NGUYEN, N. T. T. ET AL. Formation, antimicrobial activity, and biomedical performance of plant-based nanoparticles: a review. *Environmental Chemistry Letters*, v. 20, n. 4, p. 2531–2571, 25 ago. 2022. Citado na página 10.
- [46] ADEYEMI, J. O. ET AL. Plant Extracts Mediated Metal-Based Nanoparticles: Synthesis and Biological Applications. *Biomolecules*, v. 12, n. 5, p. 627, 24 abr. 2022. Citado na página 10.
- [47] LIMA, A. P. ET AL. Avaliação da atividade cicatrizante do extrato etanólico da casca da *Maytenus rigida* Mart. (Celastraceae). *Scientia Plena*, v. 6, n. 3, p. 2010, 11 jun. 2010. Citado na página 10.
- [48] SANTOS, V. ET AL. Avaliação da atividade antimicrobiana de *Maytenus rigida* Mart. (Celastraceae). *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*, v. 13, n. 1, p. 68–72, 2011. Citado na página 11.
- [49] SILVA, M. R. P. ET AL. Advanced Microtexture Evaluation of Dextran Biofilms Obtained from Low Cost Substrate Loaded with *Maytenus rigida* Extract. *Materials Research*, v. 24, n. 4, 2021. Citado 3 vezes nas páginas 11, 23 e 24.
- [50] KARAMACÍ, M. Chelation of Cu(II), Zn(II), and Fe(II) by Tannin Constituents of Selected Edible Nuts. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 10, n. 12, p. 5485–5497, 22 dez. 2009. Citado na página 11.
- [51] DALY, D. C.; MITCHELL, J. D. 14. Lowland Vegetation of Tropical South America: An Overview. In: *Imperfect Balance*. [s.l.] Columbia University Press, 2000. p. 391–454. Citado na página 11.
- [52] OLIVEIRA, A. F. M.; MEIRELLES, S. T.; SALATINO, A. Epicuticular waxes from caatinga and cerrado species and their efficiency against water loss. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, v. 75, n. 4, p. 431–439, dez. 2003. Citado na página 11.
- [53] SUN, Y.-F. ET AL. Metal Oxide Nanostructures and Their Gas Sensing Properties: A Review. *Sensors*, v. 12, n. 3, p. 2610–2631, 27 fev. 2012. Citado na página 11.

- [54] GERVASINI, A. ET AL. Insight into the properties of Fe oxide present in high concentrations on mesoporous silica. *Journal of Catalysis*, v. 262, n. 2, p. 224–234, 10 mar. 2009. Citado na página 11.
- [55] ZHANG, Y. ET AL. Titania-Morphology-Dependent Pt–TiO₂ Interfacial Catalysis in Water-Gas Shift Reaction. *ACS Catalysis*, v. 13, n. 1, p. 392–399, 6 jan. 2023. Citado na página 11.
- [56] SUN, Y. ET AL. The Applications of Morphology Controlled ZnO in Catalysis. *Catalysts*, v. 6, n. 12, p. 188, 30 nov. 2016. Citado na página 11.
- [57] COSTA, Í. C. ET AL. Caracterização de nanopartículas poliméricas preenchidas com óleo essencial de *Piper nigrum* por microscopia de força atômica. *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 26, n. 2, 2021. Citado na página 11.
- [58] YADAV, S.; RANI, N.; SAINI, K. A review on transition metal oxides based nanocomposites, their synthesis techniques, different morphologies and potential applications. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, v. 1225, n. 1, p. 012004, 1 fev. 2022. Citado na página 11.
- [59] AMBREEN, T.; KIM, M.-H. Influence of particle size on the effective thermal conductivity of nanofluids: A critical review. *Applied Energy*, v. 264, p. 114684, abr. 2020. Citado na página 11.
- [60] MEYERS, M. A.; MISHRA, A.; BENSON, D. J. Mechanical properties of nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, v. 51, n. 4, p. 427–556, maio 2006. Citado na página 12.
- [61] BEYDOUN, D. ET AL. Role of nanoparticles in photocatalysis. *Journal of Nanoparticle Research*, v. 1, n. 4, p. 439–458, 1999. Citado na página 12.
- [62] MARINESCU, L. ET AL. Optimized Synthesis Approaches of Metal Nanoparticles with Antimicrobial Applications. *Journal of Nanomaterials*, v. 2020, p. 1–14, 22 dez. 2020. Citado na página 12.
- [63] STANKIC, S. ET AL. Pure and multi metal oxide nanoparticles: synthesis, antibacterial and cytotoxic properties. *Journal of Nanobiotechnology*, v. 14, n. 1, p. 73, 24 dez. 2016. Citado na página 12.
- [64] LIANGDY, A. ET AL. Versatile Fe₃O₄-impregnated catalytic ceramic membrane for effective atrazine removal: Confined catalytic oxidation processes, reactive oxygen species selectivity and performance in real wastewater. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 12, n. 3, p. 112727, jun. 2024. Citado na página 12.

- [65] BATOOL, S. ET AL. Green synthesized ZnO-Fe₂O₃-Co₃O₄ nanocomposite for antioxidant, microbial disinfection and degradation of pollutants from wastewater. *Biochemical Systematics and Ecology*, v. 105, p. 104535, dez. 2022. Citado na página 12.
- [66] OCHIAI, T.; FUJISHIMA, A. Photoelectrochemical properties of TiO₂ photocatalyst and its applications for environmental purification. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, v. 13, n. 4, p. 247–262, dez. 2012. Citado na página 12.
- [67] NOMAN, M. T.; AMOR, N.; PETRU, M. Synthesis and applications of ZnO nanostructures (ZONSS): a review. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, v. 47, n. 2, p. 99–141, 4 mar. 2022. Citado na página 12.
- [68] SHEKAR G. C., S. ET AL. Enhanced photo-Fenton activity over a sunlight-driven ignition synthesized α -Fe₂O₃-Fe₃O₄/CeO₂ heterojunction catalyst enriched with oxygen vacancies. *Journal of Molecular Liquids*, v. 335, p. 116186, ago. 2021. Nenhuma citação no texto.
- [69] ESSAWY, A. A. ET AL. One-Pot Phyto-Mediated Synthesis of Fe₂O₃/Fe₃O₄ Binary Mixed Nanocomposite Efficiently Applied in Wastewater Remediation by Photo-Fenton Reaction. *Catalysts*, v. 14, n. 7, p. 466, 20 jul. 2024. Citado na página 12.
- [70] ALQARNI, Z. Enhanced Antibiotic Degradation and Antioxidant Activity Using a Novel Biosynthesized PVP-Modified Fe₂O₃/Fe₃O₄ Nanocomposite: A Dual Approach to Environmental and Human Health. *Journal of Cluster Science*, 9 maio 2024. Citado na página 12.
- [71] TAHIR, M. ET AL. Investigation of optical, electrical and magnetic properties of hematite α -Fe₂O₃ nanoparticles via sol-gel and co-precipitation method. *Journal of King Saud University - Science*, v. 35, n. 5, p. 102695, jul. 2023. Citado na página 12.
- [72] ASHRAF, M. ET AL. Hematite and Magnetite Nanostructures for Green and Sustainable Energy Harnessing and Environmental Pollution Control: A Review. *Chemical Research in Toxicology*, v. 33, n. 6, p. 1292–1311, 15 jun. 2020. Citado na página 12.
- [73] XUE, Y.; WANG, Y. A review of the α -Fe₂O₃ (hematite) nanotube structure: recent advances in synthesis, characterization, and applications. *Nanoscale*, v. 12, n. 20, p. 10912–10932, 2020. Citado na página 12.
- [74] CARVALHO-JR, W. M. ET AL. Annealing control of hydrothermally grown hematite nanorods: Implication of structural changes and Cl concentration on weak ferromagnetism. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 799, p. 83–88, ago. 2019. Citado na página 12.
- [75] XIA, C. et al. Tuning the band gap of hematite -Fe₂O₃ by sulfur doping. *Physics Letters A*, v. 377, n. 31–33, p. 1943–1947, out. 2013. Citado na página 12.

- [76] HITAM, C. N. C.; JALIL, A. A. A review on exploration of Fe₂O₃ photocatalyst towards degradation of dyes and organic contaminants. *Journal of Environmental Management*, v. 258, p. 110050, mar. 2020. Citado na página 12.
- [77] AZFAR SHAIDA, M. et al. Critical analysis of the role of various iron-based heterogeneous catalysts for advanced oxidation processes: A state of the art review. *Journal of Molecular Liquids*, v. 374, p. 121259, mar. 2023. Citado na página 12.
- [78] MUBASHER et al. Nanohybrids of hematite nanoparticles and reduced graphene oxide nanosheets: Anode materials for lithium ion batteries. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 907, p. 164392, jun. 2022. Citado na página 13.
- [79] SIVULA, K.; LE FORMAL, F.; GRÄTZEL, M. Solar Water Splitting: Progress Using Hematite (-Fe₂O₃) Photoelectrodes. *ChemSusChem*, v. 4, n. 4, p. 432–449, 18 abr. 2011. Citado na página 13.
- [80] JADHAV, V. V. et al. Hematite nanostructures: Morphology-mediated liquefied petroleum gas sensors. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 188, p. 669–674, nov. 2013. Citado na página 13.
- [81] MAHMOUDABADI, Z. S.; RASHIDI, A.; MAKLAVANY, D. M. Optimizing treatment of alcohol vinasse using a combination of advanced oxidation with porous -Fe₂O₃ nanoparticles and coagulation-flocculation. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v. 234, p. 113354, abr. 2022. Citado na página 13.
- [82] AHMED, A. et al. Sustainable fabrication of hematite (-Fe₂O₃) nanoparticles using biomolecules of Punica granatum seed extract for unconventional solar-light-driven photocatalytic remediation of organic dyes. *Journal of Molecular Liquids*, v. 339, p. 116729, out. 2021. Citado na página 13.
- [83] KUMAR, P. et al. Photodegradation of methyl orange dye by using Azadirachta indica and chemically mediated synthesized cobalt doped -Fe₂O₃ NPs through co-precipitation method. *Materials Today: Proceedings*, fev. 2023. Citado na página 13.
- [84] ARCHANA, V.; JOSEPH PRINCE, J.; KALAINATHAN, S., Simple One-Step Leaf Extract-Assisted Preparation of $\alpha - Fe_2O_3$ Nanoparticles, Physicochemical Properties, and Its Sunlight-Driven Photocatalytic Activity on Methylene Blue Dye Degradation. *Journal of Nanomaterials*, v. 2021, p. 1–25, 1 jun. 2021. Citado na página 13.
- [85] TIAN, Y. ET AL., Core-Shell Nanostructure of $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$. *Journal of Nanomaterials*, v. 2011, p. 1–5, 2011. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 14.
- [86] MOHAMED, M. M. ET AL., Optimization of $\alpha - Fe_2O_3 @ Fe_3O_4$ incorporated N-TiO₂ as super effective photocatalysts under visible light irradiation. *Applied Surface Science*, v. 412, p. 668–682, ago. 2017. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 14.

- [87] BIDE, Y.; TORABIAN, Z., Carbon shell derived from bottle waste PET on $\alpha - Fe_2O_3/Fe_3O_4$ heterostructure core as synergetic Fenton-like catalyst for degradation of antibiotics. *Surfaces and Interfaces*, v. 50, p. 104435, jul. 2024. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 14.
- [88] KUMAR, S.; KUMAR, M.; SINGH, A., Synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles ($\alpha - Fe_2O_3, Fe_3O_4$): a brief review. *Contemporary Physics*, v. 62, n. 3, p. 144–164, 3 jul. 2021. Citado na página 13.
- [89] RUKHSAR, M. ET AL., An Overview of Iron Oxide (Fe_3O_4) Nanoparticles: From Synthetic Strategies, Characterization to Antibacterial and Anticancer Applications. *Crystals*, v. 12, n. 12, p. 1809, 12 dez. 2022. Citado na página 13.
- [90] KOLI, P. B.; KAPADNIS, K. H.; DESHPANDE, U. G., Transition metal decorated Ferrosferric oxide (Fe_3O_4): An expeditious catalyst for photodegradation of Carbol Fuchsin in environmental remediation. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 7, n. 5, p. 103373, out. 2019. Citado na página 13.
- [91] LIN, C.-H. ET AL., Continuous Biodiesel Production from Waste Soybean Oil Using a Nano $-Fe_3O_4$ Microwave Catalysis. *Processes*, v. 9, n. 5, p. 756, 26 abr. 2021. Citado na página 13.
- [92] FATMAWATI, T. et al. Synthesis Methods of Fe_3O_4 Nanoparticles for Biomedical Applications. *Chemical Engineering & Technology*, v. 46, n. 11, p. 2356–2366, 8 nov. 2023. Citado na página 13.
- [93] LIU, M. et al. Recent Advances of Magnetite (Fe_3O_4)-Based Magnetic Materials in Catalytic Applications. *Magnetochemistry*, v. 9, n. 4, p. 110, 20 abr. 2023. Citado na página 13.
- [94] XUE, S. et al. Adsorption of heavy metals in water by modifying Fe_3O_4 nanoparticles with oxidized humic acid. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 616, p. 126333, maio 2021. Citado na página 13.
- [95] LÓPEZ, J. et al. Preparation of a new green magnetic $Fe_3O_4@TiO_2$ -P25 photocatalyst for solar advanced oxidation processes in water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v. 11, n. 3, p. 109999, jun. 2023. Citado na página 13.
- [96] LENDZION-BIELUŃ, Z. et al. Effective processes of phenol degradation on $Fe_3O_4 -TiO_2$ nanostructured magnetic photocatalyst. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 136, p. 109178, jan. 2020. Citado na página 13.
- [97] GHAMARI KARGAR, P.; MALEKI, B.; GHANI, M. $Fe_3O_4/Fe_2O_3/TiO_2/Ag$: an innovative photocatalyst under visible light irradiation in deep eutectic solvent for efficient

- conversion of 5-HMF to chemo-and bio-based chemicals besides their determination using HPLC. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 22 dez. 2023. Citado na página 13.
- [98] MASSOUMI, B. et al. A novel multi-stimuli-responsive theranostic nanomedicine based on $Fe_3O_4@Au$ nanoparticles against cancer. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, v. 46, n. 11, p. 1832–1843, 1 nov. 2020. Citado na página 14.
- [99] JABIR, M. S. et al. Supermagnetic Fe_3O_4 -PEG nanoparticles combined with NIR laser and alternating magnetic field as potent anti-cancer agent against human ovarian cancer cells. *Materials Research Express*, v. 6, n. 11, p. 115412, 1 nov. 2019. Citado na página 14.
- [100] CHEN, X. et al. Fe_3O_4 -Based Anodes with High Conductivity and Fast Ion Diffusivity Designed for High-Energy Lithium-Ion Batteries. *Energy & Fuels*, v. 35, n. 2, p. 1810–1819, 21 jan. 2021. Citado na página 14.
- [101] PERVEEN, R. et al. Development of a ternary conducting composite (PPy/Au/CNT@Fe₃O₄) immobilized FRT/GOD bioanode for glucose/oxygen bifuel cell applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 46, n. 4, p. 3259–3269, jan. 2021. Citado na página 14.
- [102] ZÚÑIGA-MIRANDA, J. et al. Iron Oxide Nanoparticles: Green Synthesis and Their Antimicrobial Activity. *Nanomaterials*, v. 13, n. 22, p. 2919, 8 nov. 2023. Citado na página 14.
- [103] TUMBELAKA, R. M. et al. Green Synthesis of Fe_3O_4/TiO_2 Nanoparticles Using Extracts of *Moringa oleifera*: Microstructural and Optical Properties. *Solid State Phenomena*, v. 332, p. 91–99, 30 maio 2022. Citado na página 14.
- [104] ROY, N. et al. Studies on the removal of acid violet 7 dye from aqueous solutions by green ZnO@ Fe_3O_4 chitosan–alginate nanocomposite synthesized using *Camellia sinensis* extract. *Journal of Environmental Management*, v. 303, p. 114128, fev. 2022. Citado na página 14.
- [105] SOLTYS, L. et al. Green Synthesis of Metal and Metal Oxide Nanoparticles: Principles of Green Chemistry and Raw Materials. *Magnetochemistry*, v. 7, n. 11, p. 145, 31 out. 2021. Citado na página 14.
- [106] PATEL, R.; PATEL, C.; KS, RAJESH. Quantitative Analytical Applications of FTIR Spectroscopy in Pharmaceutical and Allied Areas. *Journal of Advanced Pharmacy Education & Research*, v. 4, n. 2, p. 145–157, 2014. Citado na página 14.
- [107] THEOPHANIDES, T. (Ed.). *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. Dordrecht: Springer Netherlands, 1984. Citado na página 14.

- [108] JAGGI, N.; VIJ, D. R. FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROSCOPY. In: *Handbook of Applied Solid State Spectroscopy*. Boston, MA: Springer US, [s.d.]. p. 411–450. Citado na página 14.
- [109] KUMARI, A.; KAUR, J.; BHATTACHARYYA, S. Application of Fourier Transform Infrared Spectroscopy as a Tool for Early Cancer Detection. *American Journal of Biomedical Sciences*, n. July 2018, p. 139–148, 2018. Nenhuma citação no texto.
- [110] PRIME, R. B. ET AL. Thermogravimetric Analysis (TGA). In: *Thermal Analysis of Polymers*. [s.l.] Wiley, 2009. p. 241–317. Citado na página 16.
- [111] DE BLASIO, C. Thermogravimetric Analysis (TGA). In: [s.l.: s.n.]. p. 91–102. Citado na página 16.
- [112] YOGURTCU, B. ET AL. A Review of Non-Destructive Raman Spectroscopy and Chemometric Techniques in the Analysis of Cultural Heritage. *Molecules*, v. 29, n. 22, p. 5324, 12 nov. 2024. Citado na página 17.
- [113] SONI, R. A.; RANA, R. S.; GODARA, S. S. Characterization Tools and Techniques for Nanomaterials and Nanocomposites. In: *Nanomaterials and Nanocomposites*. First edition. Boca Raton, FL: CRC Press, 2021. p. 61–83. Citado na página 17.
- [114] MOREIRA, A. J. ET AL. Photocatalytic degradation of Prozac® mediated by TiO_2 nanoparticles obtained via three synthesis methods: sonochemical, microwave hydrothermal, and polymeric precursor. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 27, n. 21, p. 27032–27047, 9 jul. 2020. Citado na página 17.
- [115] SCHRÖDER, S. ET AL. Effects of pulsed laser and plasma interaction on Fe, Ni, Ti, and their oxides for LIBS Raman analysis in extraterrestrial environments. *Journal of Raman Spectroscopy*, v. 51, n. 9, p. 1667–1681, set. 2020. Citado na página 17.
- [116] ZHANG, Y. ET AL. Sulfurized hematite for photo-Fenton catalysis. *Progress in Natural Science: Materials International*, v. 27, n. 4, p. 443–451, ago. 2017. Citado na página 17.
- [117] BUTLER, H. J. ET AL. Using Raman spectroscopy to characterize biological materials. *Nature Protocols*, v. 11, n. 4, p. 664–687, 10 abr. 2016. Nenhuma citação no texto.
- [118] GOUADEC, G.; COLOMBAN, P. Raman Spectroscopy of nanomaterials: How spectra relate to disorder, particle size and mechanical properties. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, v. 53, n. 1, p. 1–56, mar. 2007. Nenhuma citação no texto.
- [119] MAYEEN, A. ET AL. Morphological Characterization of Nanomaterials. In: *Characterization of Nanomaterials*. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 335–364. Citado na página 18.
- [120] LYU, Z. ET AL. Electron Microscopy Studies of Soft Nanomaterials. *Chemical Reviews*, v. 123, n. 7, p. 4051–4145, 12 abr. 2023. Citado na página 18.

- [121] SU, D. S.; ZHANG, B.; SCHLÖGL, R. Electron Microscopy of Solid Catalysts—Transforming from a Challenge to a Toolbox. *Chemical Reviews*, v. 115, n. 8, p. 2818–2882, 22 abr. 2015. Citado na página 18.
- [122] DODRILL, B.; LINDEMUTH, J. R. Vibrating Sample Magnetometry. In: *Magnetic Measurement Techniques for Materials Characterization*. Cham: Springer International Publishing, 2021. p. 15–37. Citado na página 19.
- [123] SHUKLA, V. Introduction of Vibrating Sample Magnetometer for Magnetic Characterization. In: *Handbook of Magnetic Hybrid Nanoalloys and their Nanocomposites*. Cham: Springer International Publishing, 2022. p. 1–24. Citado 2 vezes nas páginas 19 e 20.
- [124] MITCHELL, D. R. G.; SCHAFFER, B. Scripting-customised microscopy tools for Digital Micrograph™. *Ultramicroscopy*, v. 103, n. 4, p. 319–332, jul. 2005. Nenhuma citação no texto.
- [125] KLINGER, M.; JÄGER, A. Crystallographic Tool Box (CrysTBox): automated tools for transmission electron microscopists and crystallographers. *Journal of Applied Crystallography*, v. 48, n. 6, p. 2012–2018, 1 dez. 2015. Nenhuma citação no texto.
- [126] ESTEVAM, C. S. ET AL. Perfil fitoquímico e ensaio microbiológico dos extratos da entrecasca de *Maytenus rigida* Mart. (Celastraceae). *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 19, n. 1b, p. 299–303, mar. 2009. Citado na página 23.
- [127] LIMA, R. J. C. ET AL. Taninos hidrolisáveis em *Bixa orellana* L. *Química Nova*, v. 29, n. 3, p. 507–509, jun. 2006. Citado na página 23.
- [128] CHAVES, N. O. ET AL. Associating Physical and Photocatalytic Properties of Recyclable and Reusable Blast Furnace Dust Waste. *Materials*, v. 17, n. 4, p. 818, 8 fev. 2024. Citado na página 23.
- [129] SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 8th ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2005. Citado na página 24.
- [130] KOODYNSKA, D.; RYCZKOWSKI, J.; HUBICKI, Z. FT-IR/PAS studies of chelates adsorption on anion exchangers. *The European Physical Journal Special Topics*, v. 154, n. 1, p. 339–343, fev. 2008. Nenhuma citação no texto.
- [131] FERREIRA, N. S. ET AL. Visible-Light-Responsive Photocatalytic Activity Significantly Enhanced by Active [V Zn + V O +] Defects in Self-Assembled ZnO Nanoparticles. *Inorganic Chemistry*, v. 60, n. 7, p. 4475–4496, 5 abr. 2021. Citado na página 25.

- [132] ÇOBAN ÖZKAN, D.; TÜRK, A.; CELİK, E. Synthesis and characterizations of LaMnO₃ perovskite powders using sol–gel method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v. 32, n. 11, p. 15544–15562, 17 jun. 2021. Citado na página 24.
- [133] CAI, W.; WAN, J. Facile synthesis of superparamagnetic magnetite nanoparticles in liquid polyols. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 305, n. 2, p. 366–370, jan. 2007. Citado na página 25.
- [134] SCHWERTMANN, U.; CORNELL, R. *Iron Oxides in the Laboratory*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH, 2000. Citado na página 25.
- [135] LIU, H. ET AL. Transformation of ferrihydrite in the presence or absence of trace Fe(II): The effect of preparation procedures of ferrihydrite. *Journal of Solid State Chemistry*, v. 182, n. 7, p. 1767–1771, jul. 2009. Citado na página 25.
- [136] JING, Z.; WU, S. Synthesis and characterization of monodisperse hematite nanoparticles modified by surfactants via hydrothermal approach. *Materials Letters*, v. 58, n. 27–28, p. 3637–3640, nov. 2004. Citado na página 25.
- [137] MAHMOUD, H. H.; BATTISHA, I. K.; EZZ-ELDIN, F. M. Structural, optical and magnetic properties of -irradiated SiO₂ xerogel doped Fe₂O₃. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, v. 150, p. 72–82, nov. 2015. Citado na página 26.
- [138] MELERO, J. A. ET AL. Crystallization mechanism of Fe-MFI from wetness impregnated Fe₂O₃–SiO₂ amorphous xerogels: Role of iron species in Fenton-like processes. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 74, n. 1–3, p. 11–21, set. 2004. Citado na página 26.
- [139] CHAMRITSKI, I.; BURNS, G. Infrared- and Raman-Active Phonons of Magnetite, Maghemite, and Hematite: A Computer Simulation and Spectroscopic Study. *The Journal of Physical Chemistry B*, v. 109, n. 11, p. 4965–4968, 1 mar. 2005. Citado na página 26.
- [140] SHEBANOVA, O. N.; LAZOR, P. Raman spectroscopic study of magnetite (Fe₃O₄): a new assignment for the vibrational spectrum. *Journal of Solid State Chemistry*, v. 174, n. 2, p. 424–430, set. 2003. Citado 2 vezes nas páginas 26 e 27.
- [141] MARSHALL, C. P.; DUFRESNE, W. J. B.; RUFLEDT, C. J. Polarized Raman spectra of hematite and assignment of external modes. *Journal of Raman Spectroscopy*, v. 51, n. 9, p. 1522–1529, 22 set. 2020. Citado 2 vezes nas páginas 26 e 27.
- [142] SHEBANOVA, O. N.; LAZOR, P. Raman study of magnetite (Fe₃O₄): laser-induced thermal effects and oxidation. *Journal of Raman Spectroscopy*, v. 34, n. 11, p. 845–852, nov. 2003. Citado na página 26.

- [143] VAINSTHEIN, B. K. *Fundamentals of Crystals*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1994. Citado na página 26.
- [144] ARORA, A. K. ET AL. Raman spectroscopy of optical phonon confinement in nanostructured materials. *Journal of Raman Spectroscopy*, v. 38, n. 6, p. 604–617, 11 jun. 2007. Citado na página 27.
- [145] RESTREPO, C. V.; VILLA, C. C. Synthesis of silver nanoparticles, influence of capping agents, and dependence on size and shape: A review. *Environmental Nanotechnology, Monitoring Management*, v. 15, p. 100428, maio 2021. Citado na página 28.
- [146] KIM, D. ET AL. Influences of surface capping on particle size and optical characteristics of ZnS:Cu nanocrystals. *Materials Science and Engineering: B*, v. 131, n. 1–3, p. 13–17, jul. 2006. Citado na página 28.
- [147] KUMAR, S. V.; GANESAN, S. Preparation and Characterization of Gold Nanoparticles with Different Capping Agents. *International Journal of Green Nanotechnology*, v. 3, n. 1, p. 47–55, jan. 2011. Citado na página 28.
- [148] PARVEEN, R.; DATTA, A.; KUMAR MAITI, P. Concentration of Capping Agent Controls Size Selection, Agglomeration and Antimicrobial Action of Silver Nanoparticles. *Journal of Surface Science and Technology*, 9 abr. 2021. Citado na página 28.
- [149] GOH, H. T.; CHEOK, C. Y.; YEAP, S. P. Green synthesis of silver nanoparticles using banana peel extract and application on banana preservation. *Food Frontiers*, v. 4, n. 1, p. 283–288, 25 mar. 2023. Citado na página 28.
- [150] SHARMA, P. ET AL. Capping agent-induced variation of physicochemical and biological properties of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, v. 258, p. 123899, jan. 2021. Citado na página 28.
- [151] IVANTSOV, R. ET AL. Magnetic circular dichroism in the canted antiferromagnet $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$: Bulk single crystal and nanocrystals. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 498, p. 166208, mar. 2020. Citado na página 29.
- [152] MOHAPATRA, J. ET AL. Ferromagnetism in 2D $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanosheets. *Applied Physics Letters*, v. 118, n. 18, 3 maio 2021. Citado na página 29.
- [153] DAWN, R. ET AL. Origin of Magnetization in Silica-coated Fe_3O_4 Nanoparticles Revealed by Soft X-ray Magnetic Circular Dichroism. *Brazilian Journal of Physics*, v. 52, n. 3, p. 99, 18 jun. 2022. Citado na página 29.
- [154] RAMOS, A. V. ET AL. Artificial antiphase boundary at the interface of ferrimagnetic spinel bilayers. *Physical Review B*, v. 79, n. 1, p. 014401, 5 jan. 2009. Citado na página 29.

-
- [155] OBAIDAT, I. ET AL. Investigating Exchange Bias and Coercivity in Fe₃O₄--Fe₂O₃ Core–Shell Nanoparticles of Fixed Core Diameter and Variable Shell Thicknesses. *Nanomaterials*, v. 7, n. 12, p. 415, 26 nov. 2017. Citado na página 29.
- [156] SATHEESH, M. Magnetic properties of iron oxide and iron oxide in graphitic matrix. [s.l.] Cochin University of Science and Technology, 2018. Citado na página 29.