

CLEONEIA APARECIDA GONÇALVES DOS SANTOS

RECUPERAÇÃO DE SÍLICA GEL VIA MECANISMOS OXIDATIVOS

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Licenciatura em
Química do Instituto Federal do Paraná,
Campus Irati.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Viviane Paula
Martini

IRATI

2022

FOLHA DE APROVAÇÃO

CLEONEIA APARECIDA GONÇALVES DOS SANTOS

RECUPERAÇÃO DE SÍLICA GEL VIA MECANISMOS OXIDATIVOS

Trabalho de Conclusão de Curso **apresentado** como requisito parcial para obtenção do grau de Licenciado em Química no Instituto Federal do Paraná. Avaliado pela seguinte banca examinadora:



Orientadora: Prof.^a Dr.^a Viviane Paula Martini

Instituto Federal do Paraná – Campus Irati



Prof. Dr. Felipe Dornelles da Silva

Instituto Federal do Paraná - Campus Irati



Prof.^a Dr.^a Giselle Nathaly Calaça da Trindade

Instituto Federal do Paraná- Campus Irati

Irati, 12 de dezembro de 2022.

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

Rua Pedro Koppe, 100 – Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter me concedido saúde e força, para superar as dificuldades e coragem para seguir.

Agradeço aos meus pais Artur e Maria que, mesmo não estando presentes em vida, foram fundamentais para chegar à conclusão deste trabalho. Eles continuam sendo meus maiores exemplos de força, luta e inspiração.

Agradeço ao meu filho Guilherme Recofka, que foi meu principal incentivador, que suportou junto comigo as crises de ansiedade, os choros e alegrias, comemorando quando chegava a um conceito A. Muitas vezes o nosso programa de domingo foi estudado juntos. Gratidão por ser a minha fonte de incentivo.

Agradeço a todos os meus professores do Instituto Federal do Paraná, que contribuíram para a realização do meu trabalho. Professores estes cujo seus ensinamentos tornaram possível a minha formação acadêmica.

Agradeço especialmente a orientação do professor Dr. Felipe Dornelles da Silva e a professora Dr.^a Viviane Paula Martini, que me auxiliaram na realização da pesquisa e incentivaram a sua conclusão. Sem a ajuda de vocês nada disso seria possível. O mundo precisa de mais professores como vocês.

Agradeço aos meus familiares, amigos e colegas, principalmente aos amigos que o IF me presenteou e que caminharam ao meu lado. Sem vocês a minha vida no Instituto não teria sido a mesma.

"Mesmo que um de nós não possa fazer muito, cada um talvez possa pegar um pouco de sabedoria, ainda que modesto e insuficiente, mas que pode despertar o sonho do homem [e da mulher] de alcançar a verdade. Por meio dessas pequenas luzes em nossas trevas, é que veremos pouco a pouco os esboços desse grande projeto que dá forma ao universo. E eu estou entre aqueles que pensam que por este motivo, a ciência tem grande beleza e com sua grande força espiritual limpará um dia este mundo de seus males, sua ignorância, pobreza, doenças, guerras e mágoas. Procurem a clara luz da verdade. Procurem estradas novas desconhecidas, mesmo quando a visão dos homens [e das mulheres] alcançar mais longe que agora. A maravilha divina nunca nos falhará. Cada época tem seus próprios sonhos. Deixe então os sonhos de ontem para trás [ou não]. Você, tome a tocha do conhecimento e construa o palácio do futuro."

A handwritten signature in black ink, appearing to read "M. Curie". The signature is fluid and cursive, with a large initial 'M' and a trailing 'Curie'.

RECUPERAÇÃO DE SÍLICA GEL VIA MECANISMOS OXIDATIVOS

Autoras: Cleoneia Aparecida Gonçalves
dos Santos
Orientadora: Prof.^a Dr.^a Viviane Paula
Martini

RESUMO:

Os resíduos químicos laboratoriais podem ter grandes impactos ambientais e na saúde de todo organismo vivo que estiver suscetível ao seu contato. Para minimizar os impactos ambientais tem se pensado cada vez mais em alternativas para reutilização e aproveitamento de alguns materiais, possibilitando a sua máxima utilização antes do seu descarte. Pensando em questões ambientais e econômicas, surge a necessidade da neutralização ou eliminação de forma consciente de determinados resíduos e materiais. Deste modo, o presente trabalho apresenta uma proposta simples de recuperação e reaproveitamento para a sílica gel. Para recuperação da sílica gel foram utilizados tratamentos com hipoclorito de sódio (NaClO) 3%, 6% e 12% (m/m), com e sem agitação, e peróxido de hidrogênio (H₂O₂) 30% (v/v) com posterior exposição à luz solar ou luz UV. Os ensaios mostraram que o tratamento com NaClO 3% foi aquele que apresentou melhor resultado em termos de recuperação, demonstrando uma boa perspectiva de reaproveitamento e posterior reutilização. Concluiu-se que a recuperação da sílica gel pode ser interessante e acessível do ponto de vista econômico e ambiental, visto que este material é utilizado em grande escala em laboratórios de síntese como fase estacionária em cromatografia em coluna e, seu reaproveitamento, permite a reutilização em aulas práticas de química, tanto para o ensino médio, quanto superior e/ou mesmo em laboratórios de pesquisa.

Palavras-chave: Recuperação de sílica gel, Tratamento químico, Meio ambiente.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	7
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3. OBJETIVOS	15
3.1 OBJETIVO GERAL	15
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	15
4. METODOLOGIA	15
4.1 SOLVENTES E REAGENTES	15
4.2 MÉTODOS E EQUIPAMENTOS	16
4.2.1 TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DA SÍLICA GEL	16
4.2.2 TESTES DA EFICIÊNCIA DA SÍLICA GEL RECUPERADA	19
5. RESULTADOS	22
5.1 TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DA SÍLICA GEL	22
5.2 TESTES DA EFICIÊNCIA DA SÍLICA GEL RECUPERADA	23
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	26
REFERÊNCIAS	27

1. INTRODUÇÃO

Atualmente a preocupação em torno da poluição, em especial a causada pelo lixo, é evidente na população. Nas escolas, a educação ambiental tem sido tema em diversas disciplinas, com o objetivo de ampliar a conscientização das pessoas a respeito das questões ambientais.

A educação ambiental está relacionada à conservação e prevenção do meio ambiente e seus recursos naturais. Em virtude disso, têm se dado ênfase a temas como preservação e sustentabilidade. Atualmente tem se debatido os 7 R's da sustentabilidade que são: Repensar, Recusar, Reduzir, Reparar/Reaproveitar, Reutilizar, Reciclar e Reintegrar. Segundo Zonta, Silveira e Martini (2020, p.77):

“Atualmente os 3 R's da sustentabilidade: REDUZIR, REUTILIZAR e RECICLAR (SILVA, 2014) foram substituídos por 7 R's: 1) REPENSAR (Precisaríamos mesmo de tal aparato tecnológico? Qual o impacto deste para mim e para o meu meio social? Realmente é necessário tal item?) (..) 2) RECUSAR (É a ação a partir da reflexão primária), a recusa de produtos fabricados por empresas que não respeitam a natureza ou prejudicam o meio ambiente (..); 3) REDUZIR (Qual a quantidade de resíduo produzido por aquilo que eu compro?) (..); 4) REPARAR (..), repensar em nossas escolhas nos oportuniza comprar produtos que permitam a sua reparação e termos este objeto por muito mais tempo, o que retarda o seu descarte ao meio ambiente. 5) REUTILIZAR, recriar outros fins e destinos para o objeto que seria descartado indiscriminadamente; 6) RECICLAR, se não deu para reutilizar? Então se recicla e, 7) REINTEGRAR, aquilo que não pode ser reciclado, como restos de alimentos e outros materiais orgânicos, podem ser reintegrados à natureza”.

Na química, é comum encontrarmos o conceito de química verde, ou '*Green Chemistry*', que pode ser compreendido como 'Química Limpa' ou 'Química Sustentável'. Sua designação é, resumidamente, a busca pelo desenvolvimento de metodologias que usem e gerem a menor quantidade de materiais tóxicos ou inflamáveis possíveis, mitigando a poluição causada por resíduos de diversas áreas da química. Nesse contexto, há doze tópicos que precisam ser seguidos quando se pretende implementar esse conceito em uma indústria ou instituição de ensino e pesquisa. Deste modo, este trabalho está atrelado a alguns destes conceitos:

- A síntese de um produto químico deve utilizar e gerar substâncias que possuam pouca ou nenhuma toxicidade à saúde humana e ao meio ambiente;
- Os processos químicos devem ser conduzidos à temperatura e pressão ambientes e, quando isso se torna inviável, é necessário minimizar ao máximo a

utilização de energia em virtude de seus impactos ambientais e econômicos. (LENARDÃO *et al.*; 2003).

Neste viés, o trabalho aqui apresentado vem ao encontro dos princípios da química verde e dos R's da sustentabilidade, uma vez que o trabalho consiste na recuperação e posterior reaproveitamento da sílica gel antes da mesma ser descartada.

A sílica gel é um produto bastante usado em laboratórios de pesquisas e universidades. É uma substância coloidal de alta capacidade de absorção, um dos materiais mais utilizados em laboratório, chegando a ser usado aproximadamente 1 kg ao decorrer de um mês. Seu principal uso é para fins de isolamento e purificação de compostos químicos, o que gera resíduos sólidos contaminados com substâncias químicas. Com isso, alguns estudos têm sido realizados a fim de buscar maneiras de retirar a matéria orgânica retida na sílica e, assim, utilizá-la novamente. Alguns métodos pesquisados são capazes de diminuir os resíduos deste material, podendo, então, não ser descartado logo após o seu primeiro uso, reduzindo o impacto ao meio ambiente (ANDREÃO, 2010; TEIXEIRA, 2003; LOUREIRO, 1991 e RIEHL, 1988).

Dentre as suas diversas aplicabilidades, pode-se destacar a sua utilização como fase estacionária em cromatografia, a qual, consiste em um método físico-químico de separação capaz de separar os componentes de uma mistura com base nas interações intermoleculares que ocorrem entre o analito e as fases móvel e estacionária.

Além disso, considerando que a sílica gel tem seu uso recorrente em técnicas de separação, muitos trabalhos e pesquisas na literatura têm estudado formas para recuperar este material e, assim, poder reutilizá-lo, diminuindo os resíduos gerados e minimizando os gastos relacionados à compra de materiais de consumo. Ademais, seu reaproveitamento é uma maneira de diminuir os resíduos nos laboratórios de química além de minimizar os gastos com a compra da mesma.

Dentre deste contexto, os estudos dos Processos Oxidativos Avançados (POAs), têm se destacado de maneira expressiva na pesquisa e desenvolvimento de tecnologias de tratamento de águas residuais, POAs, são processos eficientes que reduzem os impactos ambientais, que se baseiam na geração de espécies reativas

de oxigênio (ERO's), principalmente o radical hidroxila ($\text{OH}\cdot$), qual possui alto poder oxidante e pode promover a degradação de vários compostos poluentes eficientemente. Este radical pode ser gerado através de processos fotoquímicos, processo este, muito utilizado no tratamento de efluentes (OLIVEIRA et al.,2019).

Além disso, espécies reativas de oxigênio (ERO's) também são geradas quando misturados hipoclorito de sódio (NaClO) e peróxido de hidrogênio (H_2O_2) (SHIOZAWA, 2000).

A ideia central da maioria das metodologias estudadas na literatura baseia-se na realização de um processo oxidativo onde a matéria orgânica é destruída, possibilitando o reaproveitamento do material recuperado como adsorvente.

Portanto, este trabalho apresenta uma consciência ambiental, visto que reduzir os resíduos gerados de reações químicas em laboratórios é um dos principais tópicos que faz parte da "Química Verde". Além disso, o trabalho buscou estudos e práticas de recuperação, redução e reutilização, princípios inerentes aos 7 R's da sustentabilidade e que fazem parte de um processo de conscientização sobre a importância de mudanças no comportamento, reduzindo o consumo e desperdício, adotando práticas que promovam a reflexão sobre valores e hábitos, portanto, recuperar, reciclar são habilidades a serem desenvolvidas em nosso contexto contemporâneo a fim de que novos produtos tecnológicos impactem o menos possível o meio ambiente.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A cromatografia é um método físico-químico de separação. Através dela alguns componentes são adicionados formando entre eles duas fases: a fase móvel e a fase estacionária, sendo que os constituintes dessa mistura interagem entre si através de forças intermoleculares e interações iônicas qual a técnica baseia -se na interação diferencial entre íons de carga opostas, fazendo a separação. A mistura pode ser separada em várias partes distintas ou ainda ser purificada eliminando-se as substâncias indesejáveis.

A cromatografia abrange vários campos da ciência como, por exemplo, a química. Devido à sua praticidade de separação, permite em alguns casos a identificação e quantificação de uma mistura de compostos químicos. O termo cromatografia deriva das palavras gregas “*chroma*” (cor) e “*grafein*” (grafia) (COLLINS,1995).

Esse processo não depende de alterações de cores mas, geralmente, a cor característica fica impregnada na sílica possibilitando a diferenciação dos compostos envolvidos. Quando uma amostra de uma mistura corre por um suporte apropriado, líquido ou sólido, seus componentes interagem de maneiras diferenciadas com o material suporte, de acordo com a maior ou menor afinidade química existente entre eles. Cromatografia é uma separação dos componentes de uma mistura através da distribuição destes entre duas fases – uma estacionária e outra móvel (COLLINS,1995).

Em uma cromatografia líquida, a primeira fase (estacionária) consiste em uma substância que absorve a mistura sob exame. Já a segunda fase (móvel) é uma substância, geralmente líquida, que induz a eluição da mistura.

A fase móvel passa pela fase estacionária, que pode estar dentro de uma coluna (cromatografia em coluna) ou sobre uma placa (quando a cromatografia é planar), e os componentes da mistura são separados pela diferença de afinidade pelas duas fases (MONTEIRO *et al.*,2011).

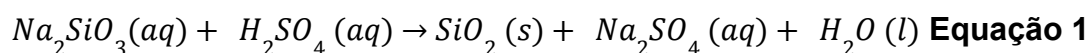
A literatura apresenta vários tipos de cromatografia, como no caso da cromatografia líquida em coluna, sendo a fase estacionária é constituída de partículas sólidas, empacotadas em uma coluna, qual será percorrida por uma fase líquida, a cromatografia supercrítica, cromatografia por exclusão, cromatografia por troca iônica, cromatografia por bioafinidade, etc. Há vários métodos de cromatográficos existentes como também a cromatografia em camada delgada ou em papel (cromatografia planar) e ainda a cromatografia gasosa.

A cromatografia em coluna é considerada simples em relação às outras e consiste na separação dos componentes da amostra através da interação dos mesmos com a fase estacionária (a qual irá reter os componentes de maior afinidade na coluna) e a fase móvel (a qual irá arrastar consigo os componentes de maior afinidade com a mesma) (MENEGUELLI; SILVA, 2019).

Para poder isolar as espécies separadas é feito a introdução de uma quantidade suficiente de fase móvel na coluna para que esta provoque o aparecimento de zonas individuais, as quais serão estimuladas a sair pela extremidade inferior onde podem ser detectadas ou coletadas (SKOOG, 2002). A fase móvel tem a função de solvente e se denomina eluente (COLLINS, 1995).

A sílica gel é um dos materiais mais utilizados em processos cromatográficos para o isolamento e purificação de compostos, em especial, em cromatografia em coluna. A sílica gel é um composto fortemente adsorvente, não tóxico, quimicamente inerte e estável. Essas características a tornam um excelente recurso para ser utilizado como fase estacionária em cromatografia em coluna nas áreas como: química, medicina, farmácia e biológicas (MENEGUELLI; SILVA, 2019). Aproximadamente sabe-se que no setor de laboratório, o uso de sílica gel ultrapassa o equivalente a 1 kg/mês (TEIXEIRA, 2003).

A sílica existe na forma cristalina e amorfa. Na sílica cristalina, os átomos de oxigênio e silício são agrupados dentro de um padrão regular que abrange todo o cristal. Já a sílica amorfa é o resultado da ação de condições naturais ou artificiais sobre o dióxido de silício (SiO_2). A sílica pode ser encontrada naturalmente na forma de terras diatomáceas e sílicas biogênicas. Outros tipos, como a sílica precipitada e a sílica gel, são produzidas sinteticamente. A sílica gel é produzida através da reação aquosa do silicato de sódio (Na_2SiO_3) com o ácido sulfúrico (H_2SO_4). É formada pela acidificação de soluções aquosas de silicato de sódio, como mostra na Equação 1, o qual gera um precipitado gelatinoso. O precipitado é lavado com água para eliminar eletrólitos e depois desidratado, seja por aquecimento ou por secagem por pulverização (GOMES; FURTADO; SOUZA, 2018, p.1025).



Como a sílica gel é um material muito utilizado nos laboratórios de pesquisa, uma alternativa interessante é o seu tratamento e recuperação. Processos oxidativos avançados são métodos que se mostraram eficazes para recuperação de matrizes de sílica gel contaminadas com compostos orgânicos. A ideia central da maioria das metodologias encontradas na literatura está baseada na realização de

um processo oxidativo onde a matéria orgânica é destruída, possibilitando novamente o uso do material recuperado como adsorvente. Dentre estas técnicas, pode-se citar a oxidação com permanganato de potássio em meio ácido (RIEHL, 1988) e o tratamento térmico em temperaturas elevadas (LOUREIRO, 1991).

Um dos oxidantes que tem um alto poder de oxidação e tem se mostrado efetivo para a recuperação de compostos principalmente da sílica gel é o peróxido de hidrogênio, o qual, é um dos oxidantes mais versáteis existentes em nosso meio, superior ao cloro gasoso, dióxido de cloro e permanganato de potássio. Além disso, pode ser convertido, através de catálise, em radical hidroxila ($\text{OH}\cdot$).

O peróxido de hidrogênio difere da água apenas pela quantidade de átomos de oxigênio, fazendo com que essa molécula apresenta um poderoso caráter oxidante. Por esse motivo, o peróxido de hidrogênio é um limpador versátil, e que precisa ser usado com cautela, pois decompõe-se rapidamente quando entra em contato com o ar ou com a água. Por este motivo, é considerado mais seguro para o meio ambiente do que os produtos químicos utilizados com cloro (LEGNAIOLI, 2016).

Outro oxidante usado para a lavagem da sílica gel, é o hipoclorito de sódio (NaClO), uma substância sólida de coloração branca com temperatura de fusão na faixa de $18,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $18,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ (forma pentahidratada), e de ebulição $101\text{ }^{\circ}\text{C}$ se decompõe. A molécula contém um cátion de sódio ($1+$) e um ânion hipoclorito ($1-$) unidos por interações eletrostáticas.

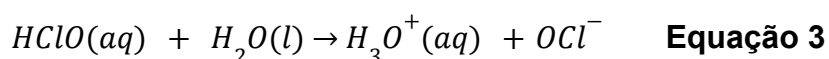
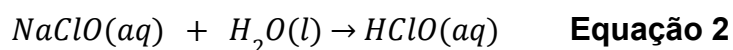
Agentes de branqueamento líquido à base de hipoclorito de sódio foram desenvolvidos em 1785 pelo francês Claude Louis Berthollet. No início, foi usado para branquear algodão, mas logo se tornou um composto popular para branquear outros materiais de vestuário (PAUL MAY, 2011).

Hipoclorito de sódio é um pó branco solúvel em água. Quando em solução, possui uma coloração amarelada com odor característico. Suas concentrações têm diferente potência para o branqueamento, para o uso doméstico. O alvejante contém 5% (m/m) de hipoclorito de sódio, que equivale a um potencial hidrogeniônico (pH) de aproximadamente 11, já o concentrado (10-15% (m/m) hipoclorito de sódio) é altamente alcalino (pH =13), corrosivo, podendo queimar a pele no contato.

Hipoclorito de sódio é muito reativo, e realmente instável. Deixado exposto à

atmosfera, o cloro evapora da solução a uma taxa considerável. Além disso, quando aquecido, o hipoclorito de sódio decompõe-se em cloreto de sódio (NaCl) e oxigênio. Isso também acontece quando entra em contato com ácidos, luz solar, certos metais e muitos gases, e é uma das razões pelas quais o alvejante é usado em larga escala - depois de usá-lo se decompõe a produtos benignos (sal e água) que podem ser lavados no sistema de drenagem sem problemas (PAUL MAY,2011).

Quando o hipoclorito de sódio é dissolvido em água, observa-se a formação de duas substâncias: o ácido hipocloroso (HClO) (Equação 2) e o íon hipoclorito (Equação 3). A razão dessas duas substâncias é determinada pelo pH da água.



O ácido hipocloroso (HClO) pode atacar as ligações químicas em um composto colorido, destruindo completamente o cromóforo (a parte da molécula que lhe dá sua cor), ou convertendo as ligações duplas no cromóforo em ligações simples, impedindo assim que a molécula absorva a luz visível (PAUL MAY,2011).

Foram analisados alguns artigos sobre a metodologia empregada na recuperação da sílica gel, alguns deles são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1- Artigos encontrados na literatura referenciando a recuperação de sílica gel

TRATAMENTO	RESULTADO DOS EXPERIMENTOS	AUTORES
(1) Purificação do cardanol e a recuperação de sílica gel, através do processo de oxidação, com peróxido de hidrogênio e hipoclorito de sódio.	Comprovaram que a sílica gel recuperada com o tratamento proposto, isolou o componente de sua matriz em cromatografia de coluna líquida, de forma eficaz.	MAIA et al. (2013)
(2) Recuperação de sílica gel através de processos oxidativos avançados e tratadas por diferentes meios de calor, envolvendo uma metodologia simples e de baixo custo.	Comprovaram que as sílicas tratadas com metodologias, que foram secas a luz solar apresentaram a melhor separação dos componentes, enquanto as sílicas tratadas termicamente mostraram-se ineficientes para promover a separação dos mesmos componentes.	TEXEIRA, MATHIAS e CANELA (2003)

<p>(3) Recuperação de sílica gel, qual estava impregnada com nitrato de prata(I), através da cromatografia de argentação (cromatografia que gera materiais pesados). O tratamento foi realizado com peróxido de hidrogênio + ácido nítrico e, com água + ácido sulfúrico.</p>	<p>A textura da sílica recuperada, após comparação de tratamento com altas temperaturas apresentaram um decréscimo de área específica e de volume de poros. O resultado foi praticamente o mesmo para todos os tratamentos com extrato cromatográfico metanólico usado nas amostras. Concluiu que essas estavam livres de contaminação.</p>	<p>ANDREÃO et al, (2010)</p>
---	---	------------------------------

O trabalho realizado por Maia et al. (2013) demonstrou ser uma técnica alternativa de tratamento de sílica gel, a qual utilizou uma combinação de reagentes químicos como o hipoclorito de sódio e peróxido de hidrogênio na presença de luz solar e estufa a altas temperaturas. O experimento foi de baixo custo e baixo risco ambiental. A sílica recuperada foi usada novamente em colunas cromatográficas. Esse tratamento mostrou-se eficaz quando o adsorvente tratado foi usado na separação do cardanol e apresentou similaridade ao fator de retenção do padrão de cardanol, obtido a partir de sílica gel nova.

Outro trabalho de Teixeira, Mathias e Canela (2003), apresentado também na Tabela 1, evidencia uma metodologia diferenciada, onde foram utilizadas amostras de 100 g de resíduos de sílica gel, tratadas com água destilada (H₂O) e alguns reagentes químicos como: etanol (C₂H₆O), metanol (CH₄O), permanganato de potássio (KMnO₄) e ácido oxálico (C₂H₂O₄). Essas amostras foram expostas à radiação solar e também ao aquecimento sob altas temperaturas. Embora algumas amostras apresentaram a presença de peróxido de hidrogênio residual, identificadas através da reação com metavanadato de amônio e posterior análise espectrofotométrica, foi possível identificar a eficiência de separação através de cromatografia em coluna com extrato de espinafre. As amostras tratadas na radiação solar apresentaram a melhor resultado de separação dos componentes, do que as que foram tratadas termicamente.

Andreão et al (2010) apresentaram um método simples de reciclagem de sílica gel e de nitrato prata(I). Este procedimento utiliza, inicialmente, um tratamento com peróxido de hidrogênio (H₂O₂) e ácido nítrico (HNO₃), com tratamento subsequente de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) e ácido sulfúrico (H₂SO₄), permitindo uma reciclagem eficiente de ambos os componentes. Após tratamento, os autores

perceberam mudança da textura da sílica recuperada, principalmente as que passaram por tratamento com altas temperaturas. Isto é, um decréscimo de 10% de área específica e de volume de poros, o qual não afetou os resultados de seu reuso. Para todos os tratamentos com extratos cromatográficos metanólicos, os resultados foram praticamente os mesmos, concluindo que a sílica estava livre de contaminação. Deste modo, os autores definiram a metodologia como simples e eficiente, a qual removeu as impurezas dos dois compostos, não modificando parâmetros de retenção nem superfície específica.

Comparando os métodos expostos na Tabela 1 com a proposta deste trabalho, este apresenta uma testagem de metodologia de fácil execução e baixo custo de recuperação da sílica gel, a fim de obter a sílica gel atóxica e reutilizável para as aulas laboratoriais experimentais de química do Instituto Federal do Paraná – Campus Irati.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Analisar a eficiência de dois processos oxidativos de recuperação da sílica gel.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Recuperar os resíduos de sílica gel usados através de dois processos oxidativos;
- Analisar a eficácia dos processos de tratamento, de forma qualitativa, através de cromatografia em coluna;
- Identificar o procedimento com melhor custo e benefício;
- Disponibilizar a sílica gel recuperada para as aulas experimentais de química do Instituto Federal do Paraná – Campus Irati.

4. METODOLOGIA

4.1 SOLVENTES E REAGENTES

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

Rua Pedro Koppe, 100 – Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

Os solventes e reagentes comerciais utilizados nos procedimentos descritos neste trabalho foram adquiridos diretamente no laboratório do próprio campus do IFPR - Irati.

Além disso, o álcool etílico utilizado para lavagem das amostras foi armazenado para posterior destilação e reutilização do mesmo.

4.2 MÉTODOS E EQUIPAMENTOS

4.2.1 TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DA SÍLICA GEL

A sílica gel submetida ao tratamento de recuperação, foi obtida como doação/colaboração pela professora Dr.^a Cássia Gonçalves Magalhães e seu grupo de pesquisa da UEPG (UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA). Para os testes foram utilizadas alíquotas de 50 gramas de sílica gel. Foram utilizados dois tratamentos de recuperação. Os métodos usados para o tratamento e recuperação da sílica gel foram baseados em artigos de Maia et al (2013), Texeira, Mathias e Canela (2003) e Andreão *et al* (2010), os quais utilizaram hipoclorito de sódio (NaClO) e peróxido de hidrogênio (H₂O₂) para o tratamento. Para estes métodos, as amostras passaram pelos processos de agitação em uma mesa agitadora com velocidade de 150 RPM, da marca Nova Técnica, modelo NT-146, seguido do processo de filtração em uma bomba a vácuo, da marca Suryha, de vazão 5 CFM, 120 L/min - 1/3 Hp. Uma das amostras foi levada para secagem em uma Câmara de Fluxo Laminar de Segurança Biológica Vertical Classe II A1, modelo MA 1500/90, da marca Kientro, equipada com filtro HEPA, atingindo uma velocidade do ar 0,45m/s +/-20%, sob luz da lâmpada UV com potência de 30 W. Posteriormente ao tratamento, foi realizada a cromatografia em coluna.

a) TRATAMENTO DA SÍLICA GEL COM HIPOCLORITO DE SÓDIO (NaClO)

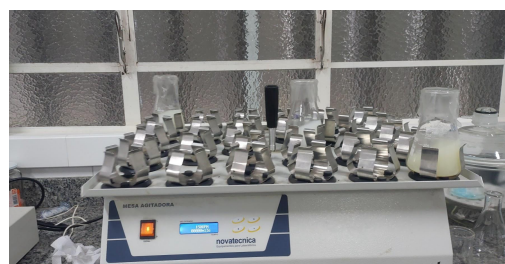
Este tratamento baseou-se nos métodos de Texeira, Mathias e Canela (2003) e Andreão et al (2010), com modificações. Para os testes, utilizou-se hipoclorito de sódio (NaClO) nas concentrações 12%, 6% e 3% (m/m). Foram pesados, para cada

amostra, cerca de 50 g de sílica gel. Essas diferenças de concentração foram aplicadas com a finalidade de comparar as eficiências de recuperação em cada uma das concentrações propostas. Na solução 12% (m/m) utilizou-se 500 mL (0,89 mols; 66,6 g) da solução pura. A solução de 6% (m/m) foi preparada a partir da diluição de 250 mL de hipoclorito de sódio (x%) (0,45 mols; 32,1 g) em 250 mL de água destilada. Já a solução concentração 3% (m/m) foi preparada pela diluição de 125 mL (X mols; X g) de hipoclorito de sódio (x%) em 375 mL de água destilada (0,22 mols; 16,6 g) (Figura 1a). As amostras de sílica gel com hipoclorito, exceto a amostra de concentração de 12% (m/m), que se manteve em repouso com a solução pura de hipoclorito de sódio, ficaram em agitação por 20 minutos em um agitador orbital, na velocidade de rotação 150 RPM, equivalente a $3 \times g$ (g = Força Centrífuga Relativa) (Figura 1b). Após tratamento, cada amostra/alíquota foi lavada com etanol e filtrada utilizando um funil de Büchner acoplado a um sistema de auto vácuo (Figura 1c) e posteriormente secas em um dessecador de vidro por 7 dias, para posterior análise cromatográfica (Figura 1d).

Figura 1- Tratamento da sílica gel com hipoclorito de sódio (NaClO). (a) Amostras de sílica gel e NaClO, antes do tratamento. (b) Amostras de sílica gel com NaClO em tratamento no agitador orbital. (c) Imagem da amostra de NaClO e sílica gel sendo filtrada em filtração à vácuo. (d) Amostras após lavadas e filtradas foram armazenadas em um dessecador. FONTE: Autoria própria.



a)



b)



c)

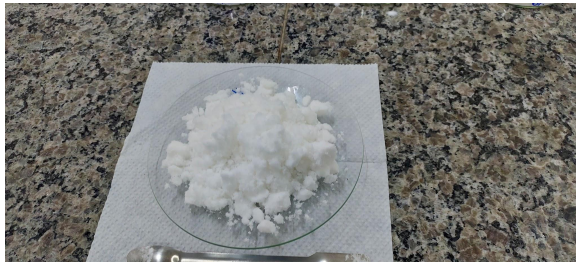


d)

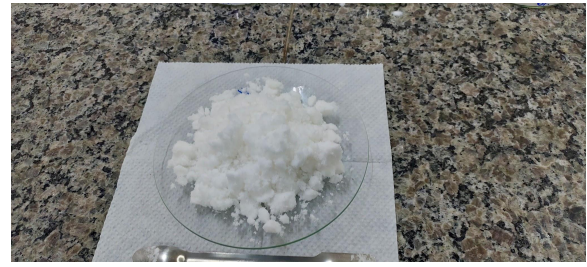
b) TRATAMENTO COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO (H₂O₂)

Este tratamento baseou-se nos métodos Teixeira, Mathias e Canela (2003), com modificações. Neste, foi utilizado o reagente peróxido de hidrogênio (H₂O₂), na concentração de 30% (m/m). Para tal, foi realizada a diluição a partir da solução de peróxido de hidrogênio (H₂O₂) 50% (m/m). Foram feitos testes com duas amostras de 50 g de sílica gel (Figura 2a). As amostras de sílica foram colocadas em Erlenmeyer com 250 mL na solução 30% (m/m) e colocadas sob agitação no agitador orbital, na velocidade de rotação 150 RPM, por 40 minutos, (Figura 2b). Posteriormente, cada amostra foi lavada com etanol (C₂H₆O) e filtrada utilizando um funil de Büchner acoplado a um sistema de auto vácuo (Figura 2c). Após foram secas em diferentes fontes de calor/oxidação, isto é, a exposição a luz UV da câmara de fluxo laminar por duas horas (Figura 2d) e, a outra a exposição de luz solar por cinco horas sob temperatura variando dos 15 C° a 18 C° (Figura 2e). As amostras foram, posteriormente, acondicionadas no dessecador de vidro, para posterior análise cromatográfica.

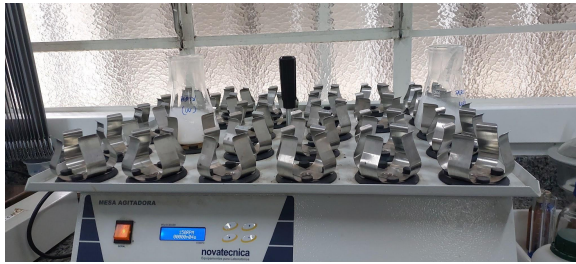
Figura 2- Tratamento com peróxido de hidrogênio (H₂O₂). (a) Amostras de 50g de sílica gel, antes do tratamento com H₂O₂. (b) Amostras de sílica gel em tratamento com peróxido de hidrogênio (H₂O₂), no agitador orbital. (c) Amostra sendo filtrada por filtração à vácuo e lavadas com etanol C₂H₆O. (d) Amostra exposta a luz na câmara de fluxo laminar. (e) Amostra exposta na secagem ao sol.
FONTE: A autoria própria.



a)



b)



c)



d)



e)



f)

4.2.2 TESTES DA EFICIÊNCIA DA SÍLICA GEL RECUPERADA

Para análise da sílica gel recuperada, isto é, identificação da eficiência em uma nova separação cromatográfica pós-tratamento, foram realizadas a duas cromatografias, como teste qualitativos: a) a cromatografia do extrato de pimentão e b) a cromatografia do extrato de espinafre. Para os testes foram confeccionadas colunas cromatográficas utilizando-se de seringas descartáveis de 20 mL, marca Descarpak, sem o êmbolo. As colunas cromatográficas são utilizadas para identificar, qualitativamente, a eficiência dos métodos. Com as seringas as colunas cromatográficas foram montadas da mesma maneira, isto é, utilizando sílica gel tratada como fase estacionária nas condições de recuperação anteriormente

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

Rua Pedro Koppe, 100 - Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

realizadas para o teste comparativo. A coluna foi montada com um pequeno pedaço de algodão na sua extremidade, em seguida adicionado 20 g de sílica gel. Foram preparadas seis colunas cromatográficas (seringas) (uma para cada teste). O algodão adicionado à extremidade foi umedecido com o solvente da fase móvel e, em seguida, foi adicionada a sílica gel dispersa no mesmo solvente.

Para a utilização na fase móvel do teste cromatográfico foram preparados dois extratos (pimentão vermelho e extrato de espinafre). Para a cromatografia do extrato do pimentão vermelho foi utilizado como fase móvel hexano e acetona na proporção de 8:2 (V/V), sendo que o pimentão foi submetido a alguns processos como a trituração por mixer, no aparelho da Oster modelo FPSTHB2610R, para remoção dos solventes voláteis. A solução colocada em um balão volumétrico de 250 mL e concentrada utilizando-se um evaporador rotativo, marca Tecnal, modelo TE-2011. Já para cromatografia do extrato de espinafre foram utilizados espinafres frescos, juntamente com uma solução de éter de petróleo e acetona na proporção de 8:2 (V/V). Para os testes utilizou-se como referência os artigos de RIBEIRO E NUNES (2008) para a cromatografia do pimentão e OLIVEIRA, SIMONELLI E MARQUES (1998) para a cromatografia do espinafre.

a) CROMATOGRAFIA USANDO PIMENTÃO VERMELHO

A cromatografia foi realizada segundo RIBEIRO E NUNES (2008), com modificações. Para preparação do extrato foi usado um pimentão vermelho (176,5 g) sem sementes e folhas. O mesmo foi macerado (Figura 3a) juntamente com 300 mL de hexano e 60 mL de acetona. Em seguida, triturou-se com mixer e filtrou-se utilizando um pedaço de tecido (3X) (Figura 3b). Após filtração, o extrato foi para o funil de separação para separar a fase orgânica da fase aquosa. E adicionado sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) para retirar o restante da água contida na fase orgânica. Após a separação, o extrato foi rota-evaporado na temperatura de 67 °C (Figura 3c). Ao término da preparação, levou-se o extrato à geladeira sob uma temperatura de 8°C para posterior teste em cromatografia em coluna (Figura 3d).

Figura 3- Preparação do extrato do pimentão vermelho para posterior cromatografia. (a) Imagem do pimentão vermelho após maceração com hexano C_6H_{14} e Acetona C_3H_6O . (b) Filtração do extrato de pimentão usando tecido, após trituração com mixer, (c) Rotaevaporação do extrato orgânico. (d) Amostra concentrada de extrato do pimentão vermelho para posterior cromatografia. FONTE: Autoria própria.



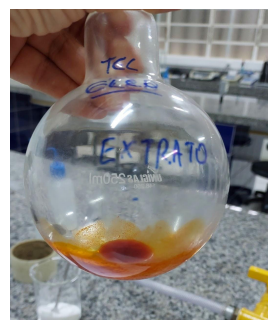
a)



b)



c)



d)

b) CROMATOGRAFIA DO EXTRATO DE ESPINAFRE

A cromatografia foi realizada segundo OLIVEIRA, SIMONELLI E MARQUES (1998), com modificações. O extrato de espinafre foi preparado a partir de 20 g de espinafre fresco. Este foi macerado com almofariz e pistilo com 18 mL de éter de petróleo (30-60) com 2 mL de acetona C_3H_6O . Após a maceração foi realizada a filtração simples em papel filtro. Após o extrato pronto (Figura 4a), foi realizado o teste em cromatografia em coluna (na seringa) onde utilizou-se uma mistura de 0,5 mL do extrato de espinafre com a sílica recuperada. As colunas cromatográficas foram montadas com as amostras de sílica gel recuperadas. Foi usada uma seringa de 20 mL para cada tratamento de sílica, a fim de realizar uma comparação da eficiência dos métodos utilizados. A Figura 4b mostra as colunas cromatográficas já montadas com a finalização do processo de cromatografia.

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

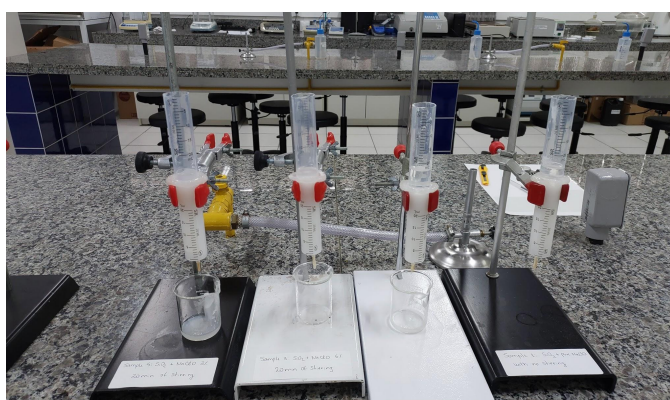
Rua Pedro Koppe, 100 - Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

Foram realizadas seis amostras para análise. Em cada uma das amostras foi adicionado lentamente a mistura de 30 mL do éter de petróleo com 7,5 mL (0,102 mol; 35,1 g) de acetona, até completar o volume da seringa. Enquanto o eluente percorria a coluna, manteve-se constante o volume de 2 mL acima da interface pastilha extrato/sílica utilizando pipeta Pasteur.

Figura 4- Preparação do extrato e cromatografia do espinafre. (a) Extrato de espinafre para a cromatografia, (b) Colunas cromatográficas montadas com as amostras de sílica gel recuperadas. FONTE: Autoria própria.



a)



b)

5. RESULTADOS

5.1 TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DA SÍLICA GEL

Os resultados obtidos neste trabalho mostraram que foi possível o tratamento de recuperação da sílica gel de maneira simples e de baixo custo usando materiais, reagentes e equipamentos do próprio laboratório da instituição. Nos processos de recuperação com hipoclorito de sódio (NaClO) em diferentes concentrações - 12%, 6% e 3% (m/m) - e com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) 30% (m/m) exposta a diferentes fontes de radiação, não apresentaram mudanças físicas visíveis a olho nu. Na Figura 5 é possível identificar as quatro amostras recuperadas com o hipoclorito de sódio (NaClO).

Figura 5- Amostras recuperadas com hipoclorito de sódio (NaClO) nas concentrações 12% (m/m) sem agitação, 12% (m/m), 6% (m/m) e 3% (m/m) com agitação, respectivamente (ordem das amostras da esquerda para direita). FONTE: Autoria própria.



5.2 TESTES DA EFICIÊNCIA DA SÍLICA GEL RECUPERADA

Para análise da eficiência dos métodos de recuperação da sílica gel em presença de hipoclorito de sódio (NaClO) em diferentes concentrações e em peróxido de hidrogênio (H₂O₂) em diferentes tempos e fontes de luz foram realizados dois testes qualitativos a fim de identificar o método mais adequado. Para tal foram realizadas a cromatografia do extrato de pimentão e extrato de espinafre e os resultados são apresentados a seguir.

a) CROMATOGRAFIA DO EXTRATO DO PIMENTÃO

A extração dos componentes presentes no pimentão foi executada de acordo com o protocolo de Ribeiro e Nunes (2008), com algumas modificações. Inicialmente foi realizada a maceração, mas posteriormente optou-se por usar o mixer, onde triturou-se todo o pimentão, ficando difícil o processo de filtração no papel como descrito no artigo. Foi, então, realizada a filtração em tecido (3X) e, posteriormente, realizada a filtração a vácuo. Após a separação no funil de separação da fase orgânica da fase aquosa foi adicionado sulfato de sódio anidro (Na₂SO₄) para retirar os resíduos de água contida na fase orgânica. O extrato contido na fase orgânica de qual era 100 mL de volume foi rotaevaporado, resultando num volume final de 50 mL, como mostra a Figura 6a.

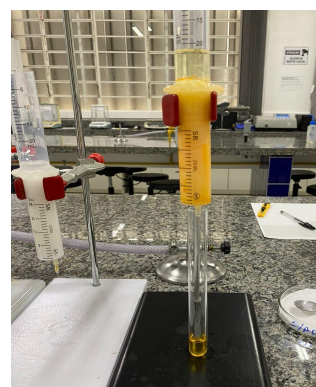
Através da análise cromatográfica, não foi possível visualizar a separação dos componentes, como é possível observar na Figura 6b. Isso pode ter ocorrido devido

ao fato de o tamanho da coluna não proporcionar uma separação satisfatória. Outro fator que pode ter ocorrido é que a escolha do solvente da fase móvel (proporção hexano: acetona) não tenha sido adequada, impossibilitando a interação com a sílica gel e, assim, os componentes do extrato do pimentão não foram separados.

Figura 6- Preparo do extrato de pimentão vermelho. (a) Extrato do pimentão vermelho após rotoevaporação a partir de um volume inicial de 50 mL. (b) Resultado da cromatografia de coluna (seringa) a partir do extrato de pimentão. FONTE: Autoria própria.



(a)



(b)

b) CROMATOGRAFIA DO EXTRATO DE ESPINAFRE

A extração do espinafre para o teste cromatográfico em coluna baseou-se nos métodos usados por Oliveira, Simoneli e Marques (1998). Segundo os autores, esse é um experimento comumente utilizado devido ao fato de ser possível identificar visualmente os componentes coloridos presentes no extrato, tais como: clorofilas e carotenoides.

Através desse experimento foi possível identificar o melhor método de recuperação da sílica empregada, visto que a separação destes componentes neste experimento foi satisfatória.

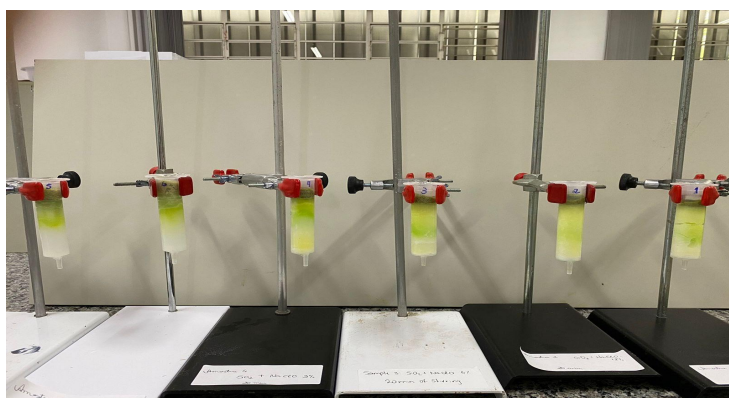
Todas as amostras tratadas com o peróxido de hidrogênio (H_2O_2) permaneceram com resíduo de oxigênio. Essa evidência fica clara ao observar o desprendimento de bolhas na coluna empacotada.

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

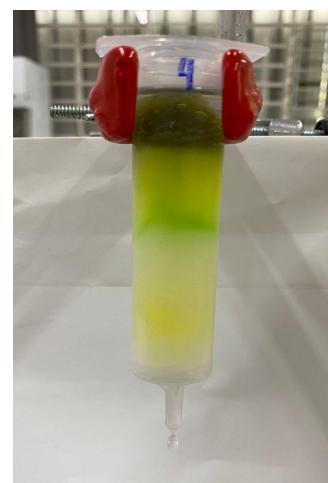
Rua Pedro Koppe, 100 – Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

Já as amostras tratadas com o hipoclorito de sódio (NaClO), foram as que apresentaram a melhor separação dos componentes clorofila, β -caroteno e xantofilas (Figura 7a). A amostra 4, sílica tratada com hipoclorito de sódio 3% (m/m), foi a que apresentou uma melhor separação dos componentes, como é possível observar na Figura 7b.

Figura 7- Cromatografia do espinafre. (a) As colunas da direita para a esquerda de 1 a 4 tratadas com hipoclorito de sódio (NaClO), concentrações 12% (m/m) sem agitação, 12% (m/m), 6% (m/m) e 3% (m/m) com agitação, respectivamente. As colunas 6 e 5 tratadas com peróxido de hidrogênio (H_2O_2) 30% (m/m), 2 h na luz UV e 5 h na luz solar, respectivamente. (b) Amostra 4 tratada com 3% (m/m) de NaClO . Separação do extrato do espinafre em três pigmentos: clorofilas (verde), xantofilas (amarelo claro) e β -caroteno (amarelo). FONTE: Autoria própria.



a)



b)

É possível observar na Figura 7b a separação dos pigmentos amarelos na coluna, (constituídos principalmente de β -caroteno e xantofilas) e dos pigmentos verdes clorofila “a” e “b”. Vale destacar que a separação dos pigmentos na Amostra 4 (Figura 7b), foi de maneira rápida e eficiente, obtendo um intervalo visível entre as três faixas coloridas, devido às diferenças das afinidades e das interações intermoleculares dos constituintes do extrato com as fases estacionária e móvel do sistema cromatográfico.

Embora tenha apresentado a menor concentração de hipoclorito de sódio, as amostras de sílica tratadas dessa forma apresentaram melhor separação, o que foi

INSTITUTO FEDERAL DO PARANÁ | Campus Irati

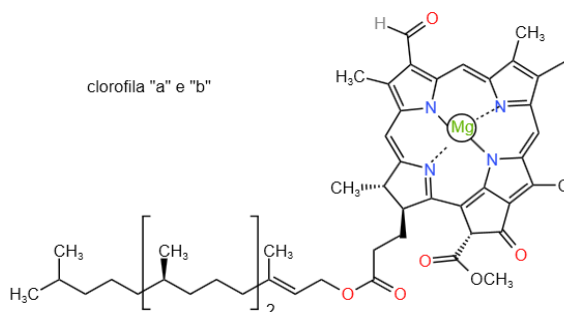
Rua Pedro Koppe, 100 – Vila Matilde, Irati - PR | CEP 84500-000 - Brasil

uma surpresa. Esse resultado está em conformidade com um dos princípios da química verde, e com dois dos 7 Rs da sustentabilidade, pois reduz o descarte de materiais, permitindo a recuperação e reutilização de recursos renováveis.

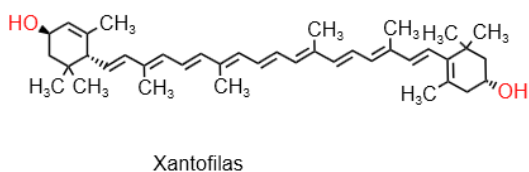
O espinafre possui alguns pigmentos que aparecem em maior quantidade, como, por exemplo, as clorofilas “a” e “b” (Figura 8a), xantofilas (Figura 8b), que aparecem mais discretamente, e o β - caroteno (Figura 8c). A separação dos três componentes observados durante a cromatografia ocorre devido a diferença de polaridade entre a fase móvel e fase estacionária dos extratos presentes no espinafre. O composto mais polar, presente e visível no extrato do espinafre, é a clorofila, pois ela interage mais com a sílica gel (fase estacionária) eluindo mais lentamente. Já o composto menos polar (β -caroteno), interage mais com a fase móvel, (solvente mais apolar, isto é, éter de petróleo e acetona 8:2), juntamente com as xantofilas e espera-se que seja eluído primeiro da coluna (LANÇAS,2009).

Figura 8- Fórmulas estruturais dos pigmentos visíveis na cromatografia do espinafre. Em (a) clorofilas “a” e “b”, em (b) xantofilas e em (c) β - caroteno.

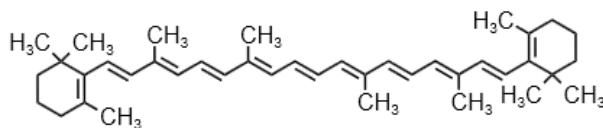
a)



b)



c)



β caroteno

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foi possível através da realização deste trabalho apresentar um método de recuperação da sílica gel, sendo este um método simples e economicamente viável.

Pode-se concluir que a amostra de hipoclorito de sódio 3% (m/m), apresentou melhor resultado, de acordo com análise cromatográfica utilizando o extrato de espinafre.

Além disso, o tratamento e recuperação da sílica gel utilizando processos oxidativos mostrou-se como uma excelente alternativa para evitar o descarte, indo ao encontro dos princípios da química verde e os 7 Rs, principalmente o recuperar e reutilizar.

Portanto na realização desse trabalho todos os experimentos foram de baixo custo, analisando o valor de mercado da sílica gel nova, podemos concluir que o custo benefício foi melhor do que esperado.

REFERÊNCIAS

ANDREÃO, Patrícia S.S; GIACOMINI, Rosana A.; STUMBO, Alexandre M.; WALDMAN, Walter R.; BRAZ, Raimundo Filho; LIGIÉRO, Carolina B.P.; MIRANDA, Paulo C.M.L ...Utilização e recuperação de sílica gel impregnada com nitrato de

prata **Química Nova**, v.33, p.1, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000100036>>. Acesso em: 02 nov.2022.

COLLINS, Carol H., BRAGA, Gilberto L., BONATO, Pierina S. **Introdução a métodos cromatográficos**. Campinas: Editora da Unicamp, 1995

GOMES, L. S. FURTADO, A. C. R. SOUZA, M. C. A. **Sílica e suas particularidades**. Revista Virtual de Química, v.10, p. 1018-1038, 2018. Disponível em:<"<http://rvq.s bq.org.br/imagebank/pdf/v10n4a19.pdf>".PDF >. Acesso em: 06 out. 2022.

LANÇAS, F.M.; **Cromatografia líquida moderna (HPLC/CLAE)**. Editora Átomo, Campinas, p382, 2009.

LENARDÃO, E.J.; FREITAGI, R. A.; DABDOUB, M. J.; BATISTA, A. C. F.; SILVEIRA, C. C.; "Green Chemistry"- Os 12 princípios da química verde e sua inserção nas atividades de ensino e pesquisa. **Química Nova**, v.26, 2003.

LOUREIRO, A. P.; SOUZA, J. A. APARECIDO, D. FERNANDES, J. B.. **Recuperação de sílica gel: Nova alternativa**. Química Nova, v.14, 1991.

MAIA, J.C.; NOBRE, F.X.BATISTA, F.S.C.L.; FREITAS, A.R.e RIOS, M.A.S. **Processo de Recuperação de Sílica-gel 60 para aplicação em procedimentos de purificação da cardanol**.Rio de Janeiro/RJ, outubro. 2013. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2013/trabalhos/8/1881-15692.html> **53° CBQ - PROCESSO DE RECUPERAÇÃO DE SÍLICA-GEL 60 PARA A**>. Acesso em: 02 nov. 2022.

MENEGUELI, I. M. F.; SILVA, K. J. C. **Recuperação de sílica gel utilizando tratamento oxidativo**. 2019. 30 p. Projeto de Trabalho de Conclusão de Curso Bacharelado em Engenharia Química – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2019.

MONTEIRO, L.R. ; GONÇALVES, C.; COTRIM, M.B. ; PORFIRIO, D.M.; PIRES, M.A.F. . **Caracterização iônica de águas salinas e salobras por cromatografia de íons**. In: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE OCEANOGRAFIA, 5., 17-20 de abril, 2011, Santos, SP. Anais... 2011

OLIVEIRA, Alfredo Ricardo M. de. MARQUES Fábio Simonelli Francisco de Assis. Cromatografando com giz e espinafre: um experimento de fácil reprodução nas escolas do ensino médio. **Química Nova**, maio de 1998. Disponível em: <http://qnesc.s bq.org.br/online/qnesc07/exper2.pdf> > Acesso em: 02 de nov. de 2022

RIBEIRO, N. M. & NUNES, C. R. Análise de pigmentos de pimentões por cromatografia em papel. **Química Nova**, n. 20, agosto de 2008.

RIEHL, C. A. S. PINTO, A. C. Sílica-gel: Uma alternativa. **Química Nova**, v.11, 1988.

SHIOZAWA, A.; **Characterization of Reactive Oxygen Species Generated from the Mixture of NaClO and H₂O₂ Used as Root Canal Irrigants.** Journal of Endodontics, v.26,2000.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental.** 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2002.

TEIXEIRA, S. C. G.; MATHIAS, L.; CANELA, M. C. Recuperação de sílica-gel utilizando processos oxidativos avançados: uma alternativa simples e de baixo custo. **Química Nova**, v.26, 2003.

MAY, P. **Sodium hypochlorite - Molecule of the Month October 2011.** FigShare, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.6084/m9.figshare.5255599.v1> > Acesso em: 02 nov. 2022

ZONTA A.C.B; SILVEIRA R.M.C.F; MARTINI V.P. Contribuições formativas da abordagem CTS sobre o tema solo nas aulas de ciências na fase 1 do ensino fundamental. ISSN –1982-4866. **Revista Dynamis.** FURB, Blumenau, V.26, N.2, - P.66 - 82, 2020.