

UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO GRANDE DO NORTE

FACULDADE DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

CURSO DE QUÍMICA

EVAIR VICTOR DOS SANTOS

**SÍNTESE, CARATERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE HIDROALCITA NO  
TRATAMENTO DO EFLUENTE DO SORO DO LEITE**

MOSSORÓ

2022

EVAIR VICTOR DOS SANTOS

**SÍNTESE, CARATERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE HIDROALCITA NO  
TRATAMENTO DO EFLUENTE DO SORO DO LEITE**

Monografia apresentada a Universidade do Estado Rio Grande do Norte (UERN) como requisito obrigatório para obtenção do título de Licenciado em Química.

ORIENTADOR (A): Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Anne Gabriella Dias Santos Caldeira

COORIENTADOR (A): Prof. Dr. Vinicius Patrício da Silva Caldeira.

Mossoró

2022

© Todos os direitos estão reservados a Universidade do Estado do Rio Grande do Norte. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do(a) autor(a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu(a) respectivo(a) autor(a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

**Catálogo da Publicação na Fonte.**  
**Universidade do Estado do Rio Grande do Norte.**

S237s Santos, Evair Victor dos

Síntese, caracterização e aplicação de Hidrotalcita no tratamento do efluente do soro do leite. / Evair Victor dos Santos. - Mossoró, 2022.

61p.

Orientador(a): Profa. Dra. Anne Gabriella Dias Santos.  
Coorientador(a): Prof. Dr. Vinicius Patrício da Silva

Caldeira.

Monografia (Graduação em Química). Universidade do Estado do Rio Grande do Norte.

1. Indústrias de laticínios. 2. Soro do leite. 3. Hidrotalcita. 4. adsorção. 5. Meio ambiente. I. Santos, Anne Gabriella Dias. II. Universidade do Estado do Rio Grande do Norte. III. Título.

EVAIR VICTOR DOS SANTOS

**SÍNTESE, CARATERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE HIDROTALCITA NO  
TRATAMENTO DO EFLUENTE DO SORO DO LEITE**

Monografia apresentada ao departamento de Química da Universidade do Estado Rio Grande do Norte (UERN) como requisito obrigatório para obtenção do título de Licenciado em Química.

Aprovado em: 29/09/2022

Banca Examinadora:



---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Anne Gabriella Dias Santos

Universidade do Estado do Rio Grande do Norte – UERN



---

Prof<sup>a</sup>. Ma. Kelânia Freire Martins Mesquita

Universidade do Estado do Rio Grande do Norte – UERN

---

Prof. Me. Salah Mohamed Yusef

Universidade do Estado do Rio Grande do Norte – UERN

A meu Avô (*In memoriam*).

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus, a quem agradeço nas horas alegres e quem segura minhas mãos nos momentos de dificuldade.

Ao meu amado avô Francisco José (*in memorian*) foi tudo por você vovô doba, me fiz forte em meio a sua ausência. O senhor estará sempre no meu coração.

Aos Pais pelo amor incondicional, apoio e incentivo. Ao irmão e aos demais membros da minha família.

A Gabriel Dickson, pelo incentivo e amizade de todas as horas.

A minha segunda família do grupo de escoteiros 77° Prof. Hermógenes Nogueira da Costa, pelo apoio, incentivo e compreensão nos meus momentos de ausência.

Aos meus queridos amigos de graduação que se tornaram parte da minha família. Maria Izabel, Raissa, Claudia, Antony, Gabrielle, Cibelle, Jessica, Taynara, Natália e Luana, Yuri e Higor. Pela amizade incondicional, apoio e companheirismo. Vocês se tornaram extremamente importantes para mim.

A Joice Teixeira, Larissa Gonçalves e Kaline Carvalho por todo que me ensinaram, pela paciência e por todas as vezes que se fizeram presente para me ajudar quando precisei, admiro vocês.

Aos companheiros do Lacam, principalmente, Marília, Rafael, Miguel, Mayara e Talita e em especial a técnica Adriana.

Aos professores do departamento de Química, em especial a Salah, Keurison, Kelania, Claudio, Luiz Gonzaga (*in memorian*) e Carlos Henrique Catunda pela ajuda e pela paciência com qual guiaram meu aprendizado.

A CAPES e ao CNPQ pelos projetos que tive a oportunidade de participar ao longo da graduação.

A minha orientadora Anne Gabriella (Gabi) pelo incentivo, dedicação, paciência, confiança, pelas valiosas contribuições e por estar presente todas as vezes que necessitei do seu auxílio, você é meu maior exemplo. Agradeço imensamente por ter você como orientadora.

Ao meu coorientador Vinicius Caldeira, pelo incentivo, dedicação e paciência pelas valorosas contribuições e por sua amizade, sou muito grato por sua ajuda.

Por fim, agradeço ao mestre Luiz Di Souza (*in memoriam*), a oportunidade de ter convivido com o senhor foi um privilégio. Sou eternamente grato por seus ensinamentos.

Não adentre a boa noite apenas com ternura,  
a velhice queima e clama ao cair do dia, fúria,  
fúria contra a luz que já não fulgura. Embora  
os sábios, no fim da vida, saibam que a  
escuridão é perdura, pois, suas palavras não  
mais capturam a centelha tardia. Não  
adentram a boa noite apenas com ternura,  
fúria, fúria contra a luz que já não fulgura...

Interestelar, (2014).

## RESUMO

A indústria de laticínios desempenha um importante papel na economia mundial. Nesse sentido, durante a produção de queijos, a indústria gera um subproduto aquoso em grande quantidade, o soro do leite. O mesmo apresenta-se como o principal resíduo poluidor neste setor econômico. Seu descarte inadequado pode acarretar em danos irreversíveis a recursos hídricos, contaminação do solo, emissão na atmosfera e eutrofização das águas. Seu tratamento é necessário pois possui matéria orgânica facilmente degradável e alto teor de proteínas. Nisso, materiais de baixo custo, aplicação diversificada e de fácil obtenção se tornam fundamentais para o seu tratamento. Conforme a literatura, os hidróxidos duplos lamelares (HDL) principalmente a Hidrotalcita (HT), possui características físico-químicas que a torna um excelente material adsorvente, mediante a sua capacidade adsorver ou trocar cátions e sua capacidade adsorviva de compostos orgânicos e/ou inorgânicos. Diante disso, esse trabalho teve por objetivo sintetizar, caracterizar e aplicar a argila Hidrotalcita no tratamento do efluente do soro do leite. O material foi obtido pelo método de co-precipitação com pH variável, e caracterizado por diferentes técnicas tais como: DRX, FRX, FTIR, TG/DTG e MEV. Os parâmetros físico-químicos do soro do leite foram determinados pelas análises de: pH, acidez, Dureza, teor de óleos e graxas (TOG), Carbono orgânico total (TOC), Nitrato, Nitrogênio total e fósforo total e reavaliados após cada teste de adsorção. Posteriormente a argila foi utilizada nos testes de adsorção que foram conduzidos com duas etapas de otimizações avaliadas mediante a capacidade de remoção dos poluentes: a primeira etapa foi realizada otimização no tempo de contato com tempos preestabelecidos de 3, 4 e 7h. com base no melhor tempo de contato, a segunda etapa de otimização foi realizada na massa de adsorvente com massa de HT de 200, 300 e 400 mg. O sólido residual recuperado após cada teste foi analisado por TG/DTG com intuito de avaliar se houve adsorção de proteínas. As análises confirmaram a obtenção da estrutura cristalina do típica do material puramente monofásico, estabilidade térmica e morfologia lamelar. Verificou-se que a condição de otimização de 300 mg de HT com tempo de contato de 4h apresentou o melhor resultado em termos de diminuição da carga poluidora do efluente ressaltando diminuição significativa nos índices de teor de óleos e graxas,

carbono orgânico total, nitrato, nitrogênio e fósforo total que apresentam-se como os principais agentes causadores da poluição das indústrias de laticínios, por outro lado, os índices de acidez e dureza aumentaram após os teste de adsorção um fator comumente indesejável, analisando os termogramas obtidos pode-se ver uma mudança significativa na segunda perda de massa para todos os compostos recuperados, essa diferença do aumento de perda de massa, provavelmente, equivale a proteína adsorvida. A partir dos resultados obtidos é possível inferir que a aplicação da argila hidrotalcita no tratamento do efluente do soro do leite se mostrou um meio eficaz e com um ótimo custo-benefício.

**Palavras-chaves:** Indústrias de laticínios; Soro do leite; hidrotalcita; adsorção; meio ambiente.

## ABSTRACT

The dairy industry plays an important role in the world economy. During cheese production, the industry generates a large quantity of aqueous by-product, the whey. It is the main polluting residue in this economic sector. Its inadequate disposal can lead to irreversible damage to water resources, soil contamination, atmospheric emissions, and eutrophication of waters. Its treatment is necessary because it has easily degradable organic matter and high protein content. Therefore, low cost, diversified application, and easily obtained materials become fundamental for its treatment. According to the literature, lamellar double hydroxides (HDL), especially Hydrotalcite (HT), have physical-chemical characteristics that make it an excellent adsorbent material, through its ability to adsorb or exchange cations and its adsorptive capacity of organic and / or inorganic compounds. In view of this, this work aimed to synthesize, characterize and apply the Hydrotalcite clay TIR, TG/DTG and MEV. The physicochemical parameters of the whey were determined by the analysis of: pH, acidity, hardness, oil and grease content (TOG), total organic carbon (TOC), nitrate, total nitrogen and total phosphorus and re-evaluated after each adsorption test. Subsequently, the clay was used in the adsorption tests that were conducted with two stages of optimization evaluated by the removal capacity of the pollutants: the first stage was performed optimization in the contact time with pre-established times of 3, 4 and 7 h. Based on the best contact time, the second stage of optimization was performed in the adsorbent mass with HT mass of 200, 300 and 400 mg. The residual solid recovered after each test was analyzed by TG/DTG in order to evaluate if there was protein adsorption. The analyses confirmed the attainment of the typical crystalline structure of the purely monophasic material, thermal stability and lamellar morphology. It was verified that the optimization condition of 300 mg of HT with counting time of 4h presented the best result in terms of reduction of the polluting load of the effluent, highlighting a significant decrease in the content indices of oils and grease, total organic carbon, nitrate, nitrogen and total phosphorus, which present themselves as the main agents causing the pollution of dairy industries, On the other hand, the acidity and hardness indices increased after the adsorption tests, a commonly undesirable factor. Analyzing the thermograms obtained, one can see a significant change in the second mass loss for all recovered compounds, this difference in mass loss increase

probably equals the adsorbed protein. From the results obtained, it is possible to infer that the application of the hydrotalcite clay in the treatment of the whey effluent proved to be an effective and cost-effective way.

**Keywords:** Dairy products industry; Whey; hydrotalcite; adsorption; environment.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Soro do leite puro .....	21
<b>Figura 2.</b> Estrutura esquemática da brucita ( $Mg(OH)_2$ ).....	25
<b>Figura 3.</b> Representação da estrutura da Hidrotalcita. ....	26
<b>Figura 4.</b> Esquema representativo dos possíveis polítipos para HDLs.....	27
<b>Figura 5.</b> Ramos de aplicação para a HT. ....	32
<b>Figura 6.</b> Ilustração da distinção entre os processos de adsorção e absorção. ....	33
<b>Figura 7.</b> Fluxograma de Síntese, caracterização e aplicação da HT. ....	35
<b>Figura 8.</b> Esquema para os testes de adsorção no soro do leite.....	40
<b>Figura 9.</b> Difratoograma de raio-X exibindo os picos característico da HT.....	42
<b>Figura 10.</b> Espectro de transmitância na região do Infravermelho para a HT.....	43
<b>Figura 11.</b> Curvas de (TG/DTG) para HT. ....	44
<b>Figura 12.</b> Micrografia de MEV, morfologia típica para HT.....	45
<b>Figura 13.</b> Curvas de (TG/DTG) para as amostras dos testes de adsorção. A) 200 mg 4h. B) 300 mg 3h C) 300 mg 4h D) 300 mg 7h E) 400 mg 4h. ....	52

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Componentes do leite e dos soros doce e ácido.....	22
<b>Tabela 2.</b> Porcentagens de metais para HT.....	42
<b>Tabela 3.</b> Eventos térmicos, temperaturas de pico e perdas de massa.....	45
<b>Tabela 4.</b> Parâmetros físico-químicos para o soro do leite. ....	46
<b>Tabela 5.</b> Parâmetros físico-químicos para os testes de 3, 4 e 7h com 300 mg de HT. .....	47
<b>Tabela 6.</b> Parâmetros físico-químicos para os testes com 200, 300 e 400 mg de HT e tempo de contato de 4h.....	49
<b>Tabela 7.</b> Segundo evento térmico, e perdas de massa da HT pura e amostras recuperadas. ....	51

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	17
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	20
2.1.GERAL.....	20
2.2.ESPECÍFICOS .....	20
<b>3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	21
3.1 SORO DO LEITE E MEIO AMBIENTE .....	21
3.2 PROTEINAS DO SORO DO LEITE .....	23
<b>3.2.1 <math>\beta</math>-lactoglobulina</b> .....	23
<b>3.2.2 <math>\alpha</math>-lactoalbumina</b> .....	23
<b>3.2.3 Albumina do soro bovino (BSA)</b> .....	24
3.3 HIDRÓXIDOS DUPLOS LAMERARES – HIDROTALCITA.....	24
<b>3.3.1 Estrutura</b> .....	25
<b>3.3.2 Propriedades</b> .....	27
<b>3.3.3 Métodos de síntese</b> .....	29
3.3.3.1 Métodos de sal – base ou co-precipitação.....	29
3.3.3.2 Método sal-óxido .....	30
3.3.3.3 Síntese Hidrotérmica.....	31
3.3.3.4 Método de troca iônica.....	31
3.3.3.5 Troca iônica por regeneração do percussor calcinado .....	31
<b>3.3.4 Aplicações</b> .....	32
3.4 ADSORÇÃO.....	33
<b>4. METODOLOGIA</b> .....	34
4.1 SINTESE DE HT.....	34
4.2. CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS.....	35
<b>4.2.1 Difração de raios-X (DRX)</b> .....	36
<b>4.2.2 Fluorescência de raios-x (FRX)</b> .....	36
<b>4.2.3 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier - (FTIR)</b> .....	36
<b>4.2.4 Análises termogravimétricas - (TGA/DTGA)</b> .....	36
<b>4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b> .....	37
4.3 CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DO SORO DO LEITE .....	37
<b>4.3.1 pH</b> .....	37

<b>4.3.2 Teor de óleos e graxas (TOG)</b> .....	37
<b>4.3.3 Acidez</b> .....	38
<b>4.3.4 fosforo total</b> .....	38
<b>4.3.5 Carbono orgânico total (TOC) e Nitrogênio total</b> .....	39
<b>4.3.5 Nitrato</b> .....	39
<b>4.4. TESTES DE ADSORÇÃO</b> .....	39
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	41
5.1 DIFRATOGRAMA DE RAIOS – X .....	41
5.2. FLUORESCÊNCIA DE RAIOS – X (FRX) .....	42
5.3 ESPECTROSCOPIA ELETRÔNICA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER .....	43
5.4 ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS – (TG/DTG) .....	43
5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – (MEV) .....	45
5.6 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SORO DO LEITE .....	46
5.7 TESTES COM OTIMIZAÇÃO DO TEMPO DE CONTATO.....	47
5.7 TESTES COM OTIMIZAÇÃO DA MASSA DE ADSORVENTE .....	49
5.8 ANÁLISE DE RESULTADOS .....	50
<b>6. CONCLUSÃO</b> .....	53
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	55

## 1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a degradação do meio ambiente vem chamando a atenção para a procura de soluções que possam minimizar os impactos causados pelas atividades antrópicas que causam danos irreparáveis ao meio ambiente. As diversas formas de efluentes líquidos que são descartados de maneira inadequada no meio ambiente corroboram com contaminação dos recursos hídricos, solo, fauna e flora.

Dentre as várias atividades que movem os setores econômicos, a indústria de laticínios desempenha um papel importante na economia mundial. Se destacando pelos processos realizados para a obtenção dos derivados do leite. Nesse sentido em suas atividades para a produção de queijo, a indústria gera um subproduto líquido originado através de processos para fabricação de queijo que possui uma grande quantidade de matéria orgânica facilmente degradável, o soro do leite (GIRALDO-ZUÑIGA et al., 2004; GUIMARÃES et al., 2010).

O soro do leite apresenta na sua composição, em média, 0,9% de proteínas, 4,9% de lactose, 0,6% de sais minerais, 0,3% de gorduras e 93,3% de água (SANTANA *et al.*, 2005). Segundo Leite et. al., (2012) o soro do leite apresenta-se como principal resíduo poluidor neste setor econômico, pois para a produção de 1kg de queijo são utilizados 10 litros de leite, gerando 9 litros de soro representando 90% do volume do leite. O soro do leite possui uma elevada carga poluidora sendo cerca de 100 vezes maior em comparação ao esgoto doméstico (MOSQUIN et al., 1999). O descarte deste efluente acarreta danos irreversíveis a recursos hídricos, este fluido tem potencial para contaminar os corpos hídricos mais sensíveis, a contaminação do solo, a emissões de poluentes na atmosfera, e a eutrofização das águas.

Frente ao grande volume de geração deste efluente e sua carga poluidora, o destino deste material torna-se uma das maiores preocupações para as indústrias de laticínios, seu descarte vem sendo uma questão de bastante relevância no que se diz respeito os aspectos ambientais para tais indústrias (OLIVEIRA et al., 2012). Sendo assim, surge opções para a reutilização deste material em função de sua qualidade nutricional, podendo ser industrializado e comercializado devido ao fato soro ser rico em proteínas que são benéficas a saúde humana, seu reaproveitamento está

fortemente associado a formulação de novos produtos como, por exemplo, a produtos de panificação, Bebidas lácteas fermentadas, Carnes, Confeitaria e etc (HENRIQUES, 2018). No entanto, para seu reuso e descarte, o soro necessita de tratamento adequado, dificultando seu aproveitamento por parte da industrial. Como consequência, o efluente vem sendo descartado de maneira inadequada causando impactos ambientais ao meio ambiente (PRAZERES et al., 2012).

. De acordo com Silva, M., (2010) existe uma vasta gama de procedimentos e de matérias destinados ao tratamento de efluentes, sendo que a técnica mais apropriada a se usar depende do destino que se dá a este resíduo. No Brasil as resoluções CONAMA nº 357/2005 e nº 430/2011, apresentam a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o enquadramento, e estabelecem os limites de concentração em seus parâmetros para descarte de efluentes em seus leitos.

O grande volume de soro gerado no processo de produção de queijo, sua elevada carga poluidora e sua alta perecibilidade são fatores que acarretam na dificuldade de tratamento deste resíduo. Frente isso, surge a necessidade de criação de novos materiais com aplicação diversificada, de baixo custo e ambientalmente corretos que sejam facilmente sintetizados. Neste contexto, trabalhos (CONCEIÇÃO e PERGUER 2007, RIVEIRA *et al.*, 2009; CARVALHO,2019) mostram que os Hidróxidos duplos lamelares, principalmente a Hidrotalcita, apresentam características físico-químicas que as tornam um ótimo adsorvente de impurezas presente em efluentes.

Os minerais argilosos se encontram naturalmente na natureza, sendo a mais comum a Hidrotalcita de estrutura lamelar composta por cátions de magnésio e Alumínio com carbonato intercalado. A camada metálica do material possui cátions que ocupam centros de octaedros, que compartilham suas arestas, cujo seus vértices são ocupados por ânions hidroxilas. Este arranjo confere uma carga positiva a lamela. Neste sentido, para compensar a carga positiva da lamela ânions carbonato, Hidroxilas e moléculas de água localizam-se intercaladas entre as lamelas da Hidrotalcita neutralizando sua estrutura (CREPALDI e VALIM, 1998).

A Hidrotalcita apresenta propriedades como cristalinidade, estabilidade térmica, capacidade de troca iônica, porosidade e área específica e alta capacidade

de adsorção, estas características tornam esse material promissor nos processos de adsorção e catalise (REIS, 2004).

## 2. OBJETIVOS

### 2.1. GERAL

Sintetizar, caracterizar e aplicar a argila do tipo Hidrotalcita na adsorção de contaminantes do efluente do soro do leite.

### 2.2. ESPECÍFICOS

- Sintetizar a Hidrotalcita pelo método de co-precipitação a pH variável;
- Determinar as características físico-químicas do adsorvente pelas seguintes técnicas: Difração de raios X (DRX), Florescência de raios X (FRX), Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier - (FTIR), análises termogravimétricas (TG/DTG) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Determinar as características físico-químicas do soro do leite pelas seguintes técnicas: pH, Nitrato, Nitrogênio Total, fosforo total, Teor de óleos e graxas (TOG), Carbono Orgânico total (TOC) e acidez;
- Alterar variáveis no processo de remoção dos poluentes, como: tempo de contato e a massa de adsorvente;
- Analisar as variáveis aplicadas, afim de avaliar a eficiência destas na remoção de poluentes e na recuperação da proteína do soro de leite.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 SORO DO LEITE E MEIO AMBIENTE

Oriundo dos processos para produção de queijo, o soro do leite apresenta-se como o subproduto aquoso obtido a partir da precipitação e remoção da caseína durante a fabricação de queijo, caracteriza-se como um líquido opaco de coloração amarelada, Figura 1, este fluido representa de 80 a 90% do volume do leite estando presente em sua composição cerca da metade de seus nutrientes (FOEGEDING *et al.*, 2002; YOSHIDA e ANTUNES, 2009; OLIVEIRA *et al.*, 2012).

**Figura 1.** Soro do leite puro



**Fonte:** Autoria própria.

O soro é composto em média por, 93,3% de água 5% de Lactose, 0,9% de proteínas, 0,6% de sais minerais e 0,3% de gorduras (ALMEIDA *et al.*, 2013). Seu teor proteico é composto em especial por  $\beta$ -lactoglobulina,  $\alpha$ -lactalbumina, imunoglobulinas dentre outras frações proteicas (SISO, 1996). Tais propriedades conferem ao soro um elevado valor nutricional (HARAGUCHI *et al.*, 2006).

A metodologia empregada no processo de separação da caseína, gera dois tipos de soro, doce e ácido (SILVEIRA e ABREU, 2003; TAVARES *et al.*, 2013). O soro doce é obtido a partir da coagulação da caseína por precipitação enzimática, sendo o tipo mais comum com pH (5,8 a 6,5), por sua vez, o soro ácido é resultado

da coagulação em meio ácido com pH (4,5 a 4,8) a sistemática para a obtenção do soro exerce influência direta em sua composição como pode ser visto na tabela 1, que mostra a composição do leite e do soro doce e ácido (OLIVEIRA et al., 2012; ROSA, 2015).

**Tabela 1.** Componentes do leite e dos soros doce e ácido.

<b>Componentes</b>	<b>Leite (%)</b>	<b>Soro doce (%)</b>	<b>Soro ácido (%)</b>
<b>Água</b>	<b>87</b>	<b>93,6</b>	<b>93,8</b>
<b>Sólidos totais</b>	<b>13</b>	<b>6,4</b>	<b>6,2</b>
<b>Proteínas</b>	<b>3,6</b>	<b>0,8</b>	<b>0,75</b>
<b>Gordura</b>	<b>3,9</b>	<b>0,5</b>	<b>0,04</b>
<b>Lactose</b>	<b>4,6</b>	<b>4,6</b>	<b>4,2</b>
<b>Sais minerais</b>	<b>0,8</b>	<b>0,5</b>	<b>0,8</b>
<b>Ácido láctico</b>	<b>-</b>	<b>0,05</b>	<b>0,4</b>

**Fonte:** Adaptado de ANTUNES (2003).

Devido ao alto teor de matéria orgânica, o soro do leite apresenta-se como o principal resíduo poluidor das indústrias de laticínios, com uma demanda bioquímica de oxigênio (DBO) de 30.000 – 50.000 ppm e demanda química de oxigênio (DQO) de 60.000 – 80.000 ppm (SISO, 1996; HENRIQUES, 2018).

Segundo MOREIRA *et al.*, 2000 a produção de 20 litros de soro, possui o mesmo potencial poluidor dos efluentes gerados por dez indivíduos. Este subproduto é muito perecível, e não suporta ser armazenado por períodos prolongados, medidas devem ser adotadas para o reaproveitamento ou tratamento e descarte que não venha acarretar em danos ao meio ambiente (SERPA, 2005).

Os destinos mais comumente dados ao soro do leite são os despejos em rios, esgotos, solo, alimentação de animais dentre muitos outros. (CARDI, 2007; SILVA et al., 2010). Este fato é preocupante O descarte de maneira inadequada deste efluente pode acarretar em danos irreversíveis a recursos hídricos, contaminação do solo e emissão de gases na atmosfera e eutrofização das águas (CHAVES et al., 2010).

Frete ao grande volume produzido e seu poder poluente, as indústrias têm dificuldade em buscam alternativas para o aproveitamento, pelo fato desta fração aquosa ser frequentemente associada como resíduo e não como matéria prima

(ROHFES et al., 2011). Frente a isso, é de fundamental importância a busca por tratamento deste coproduto como uma forma de diminuir os impactos ambientais causados por este resíduo e propostas para um adequado aproveitamento tendo em vista seu autovalor nutricional e a eficiência da econômica das indústrias de laticínios (MOREIRA, 2018).

## 3.2 PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE

As proteínas do soro possuem formato semelhante ao globo contendo algumas pontes de dissulfeto, que conferem certa rigidez estrutural e estabilidade (ROSA, 2015; MORIMOTO, 2019). Mediante ao seu alto teor de aminoácidos e seu valor nutricional essas proteínas são utilizadas nas indústrias para a formulação de novos produtos, como: alimentos de panificação, suplementos alimentícios, bebidas lácteas, doces entre outros, atribuindo a esses produtos excelentes propriedades aromáticas, funcionais e nutricionais (SGARBIERI, PACHECO, 1999; HARAGUCHI et al., 2006). As principais proteínas majoritárias no soro do leite são representadas pela  $\beta$ -lactoglobulina,  $\alpha$ -lactoalbumina e albumina do soro bovino que serão descritas a seguir (ALMEIDA *et al.*, 2013).

### 3.2.1 $\beta$ -lactoglobulina

A  $\beta$ -lactoglobulina ( $\beta$ -LG) é a proteína mais abundante no soro de bovinos, ovinos e caprinos, constituindo aproximadamente 50% da composição do soro. É a proteína com maior teor de aminoácidos de cadeia ramificada, representando cerca de 25,1%. Esses peptídeos são definidos por sua sequência primária. Sua molécula contém 162 aminoácidos e uma única cadeia peptídica é sensível ao pH ácido e a alta temperatura; seu peso molécula está entre 18 kDa (SGARBIERI, 2005; HARAGUCHI et al., 2006; HERNÁNDEZ et al., 2008).

### 3.2.2 $\alpha$ -lactoalbumina

A  $\alpha$ -lactoglobulina ( $\alpha$ -LA) é a segunda proteína mais comum no soro do leite, é esférica, pesa 14 kDa, é composta por 123 resíduos de aminoácidos a ( $\alpha$ -LA) é rica em aminoácidos essenciais, como triptofano, niacina e seus derivados, importantes no metabolismo celular. É uma proteína resistente a altas temperaturas porque pode se

renaturar em baixas temperaturas (SGARBIERI, 2005; HARAGUCHI et al., 2006; MORIMOTO, 2019).

### 3.2.3 Albumina do soro bovino (BSA)

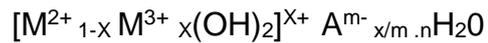
A albumina do soro bovino é rica em aminoácidos essenciais e constitui cerca de 5% da proteína do soro do leite. O peso molecular BSA é de 66kDa, com uma estrutura de 582 resíduos de aminoácidos e 17 pontes de dissulfeto. Possui a capacidade de se ligar com ácidos graxos livres e outros lipídeos, desempenhando papel importante nas atividades fisiológicas e funcionais, a BSA também é precursora na síntese de glutamina, um tripeptídeo com atividade antioxidante e anticancerígena (ROSA, 2015; ALMEIDA, 2013; HARAGUCHI et al., 2006).

### 3.3 HIDRÓXIDOS DUPLOS LAMERARES – HIDROTALCITA

As argilas aniônicas são materiais formados por camadas de hidróxidos duplos contendo espécies aniônicas no domínio interlamelar. Esta designação é referente ao paralelo com a expressão “argilas catiônicas” atribuída aos materiais compostos de camadas de aluminossilicatos carregadas negativamente, possuindo cátions no espaço interlamelar compensando suas cargas. O termo “Hidróxido duplo lamelar” (HDL) se refere às características estruturais e a presença de dois cátions metálicos compondo a lamela destes compostos. (CREPALDI; VALIM, 1998; FARIAS, 2011; CIPOLLI, 2012; CARVALHO 2019).

Os minerais argilosos vêm sendo reportados desde o século XIX, sendo a Hidrotalcita, uma argila aniônica natural, composta por ânions carbonatos intercalados entre as lamelas de hidróxidos duplos de magnésio e alumínio. Quando a ocorrência de mudança dos cátions ou ânions na estrutura do material, os compostos passam a ser conhecidos como “compostos do tipo Hidrotalcita” (REICHLE, 1986; CREPALDI; VALIM, 1998; CARDOSO, 2002; BERTELLA, 2014).

De acordo com a literatura a síntese de HDL iniciou-se em 1942 com Feiknecht, pela abordagem sintética baseada na precipitação controlada de soluções aquosas de sais metálicos com uma solução alcalina (CONCEIÇÃO et al., 2007). Estes compostos apresentam a seguinte fórmula geral (VACCARI, 1998):



Onde:

$M^{2+}$  corresponde ao cátion metálico divalente;

$M^{3+}$  corresponde ao cátion metálico trivalente;

$A^{m-}$  representa o ânion intercalado com carga  $m^-$ ;

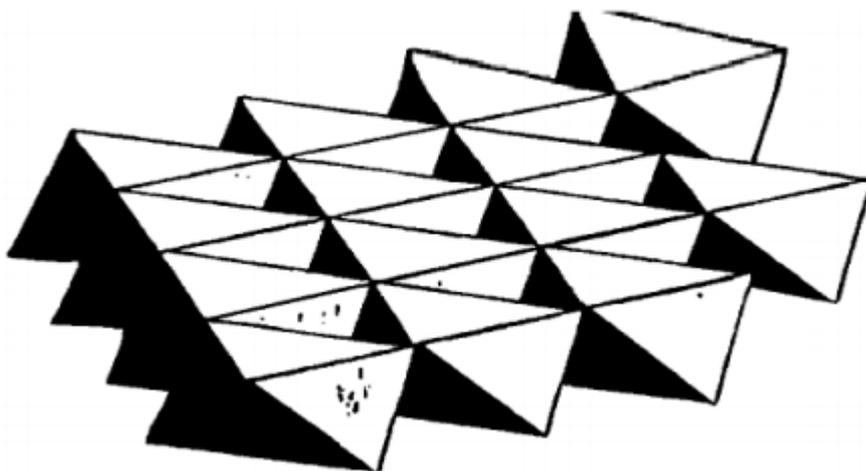
$X$  corresponde a razão ( $M^{2+}/M^{3+}$ );

$n$  representa o número de moléculas de água.

### 3.3.1 Estrutura

A estrutura da Hidrotalcita deriva da brucita, Figura 2, um mineral de  $(Mg(OH)_2)$  que compõe uma série de hidróxidos duplos lamelares de metais divalentes. A estrutura brucita consiste em cátions de Magnésio que ocupam centros de octaedros que compartilham suas arestas, cujo seus vértices são ocupados por ânions hidroxilas. Baseado neste arranjo são formadas as camadas neutras infinitas que se mantem empilhadas por intermédio de forças de forças de Van Der Waals e ligações de hidrogênio (CARLINO, 1997; CREPALDI e VALIM, 1998; CARDOSO, 2002; CARVALHO, 2019).

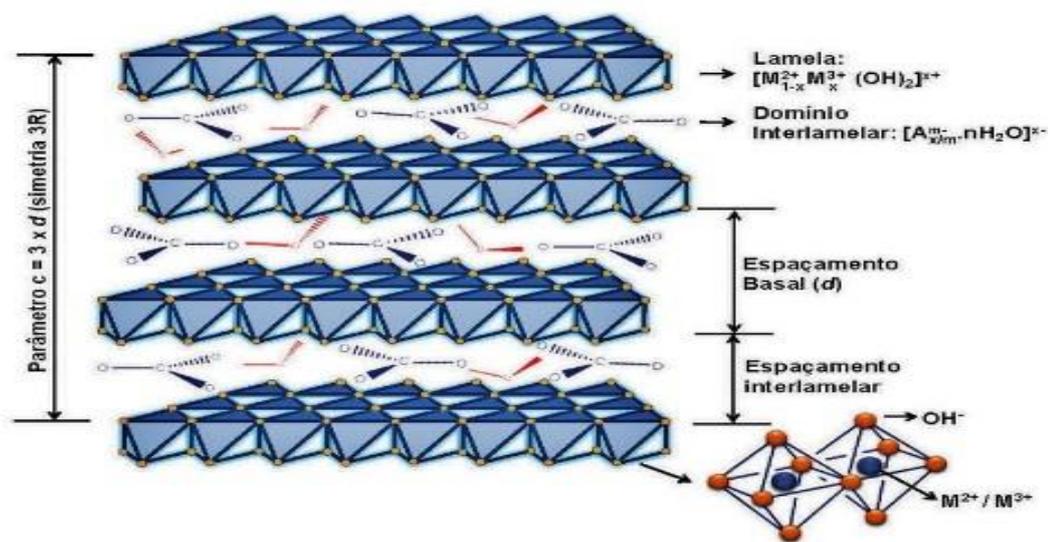
**Figura 2.** Estrutura esquemática da brucita  $(Mg(OH)_2)$ .



Fonte: Scielo.br.

Na Hidrotalcita ocorre a substituição isomórfica de uma parcela dos cátions divalentes de  $Mg^{2+}$  por Cátions trivalentes de  $Al^{3+}$  originado um excesso de carga positiva na camada lamelar do tipo Brucita. Para compensar a carga positiva da lamela o espaçamento interlamelar é ocupado pelo ânion carbonato e moléculas de água que se localizam intercaladas entre as lamelas da Hidrotalcita neutralizando sua estrutura (PERGHER et al., 2005; CUNHA, et. al., 2010; ROSSI, 2015). Um esquema da estrutura de HDL's é representado na Figura 3.

**Figura 3.** Representação da estrutura da Hidrotalcita.



**Fonte:** CUNHA et. al., (2010).

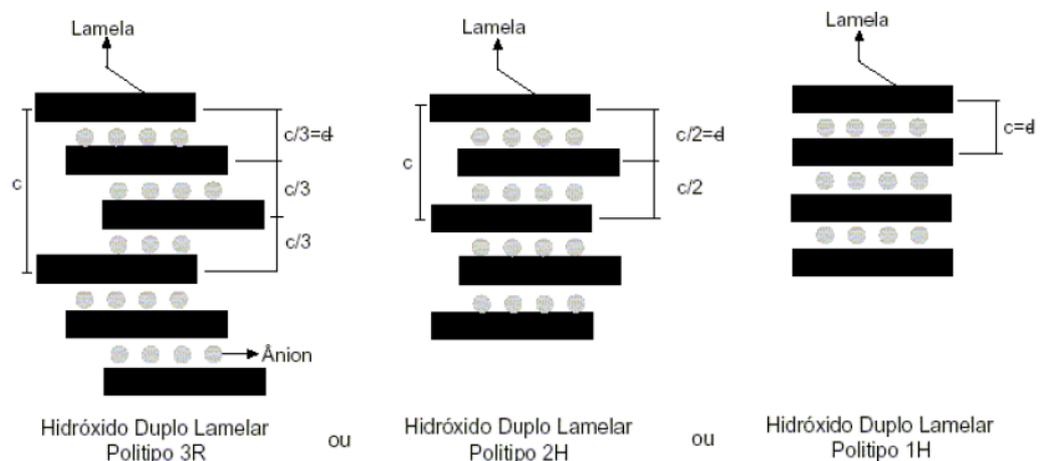
Uma gama de ânions, tanto orgânicos quanto inorgânicos, pode ocupar a região interlamelar, juntamente com moléculas de água estão dispostos de maneira bastante desordenada em comparação as camadas inorgânicas, estes íons podem se mover livremente quebrado e formando ligações com as lamelas. Por exemplo, os átomos de oxigênio das moléculas de água e dos grupos carbonatos são distribuídos em torno de um eixo de simetria que passa pelos grupos hidroxilas da lamela. A estrutura resultante do compartilhamento de camadas positivamente carregadas, nas quais ânions e moléculas de água ocupam a região interlamelar, é comum a todos os hidróxidos duplos lamelares (CARVALHO, 2019).

Encontram-se na literatura HDLs classificados em dois tipos de sistemas cristalinos, que diferem na sequência do empilhamento das camadas inorgânicas: Sistema romboédrico (3R) e sistema hexagonal (2H) (RODRIGUES, 2007; REIS, 2009).

Para simetria romboédrica, a hidrotalcita se cristaliza no sistema romboédrico, com parâmetros de célula  $a$  e  $c = 3d$ ,  $c$  corresponde a espessura de uma folha do tipo brucita,  $d$  representa o espaço basal,  $a$  representa a distância entre os cátions metálicos. Com parâmetro  $c$  varia de acordo com o tamanho e grau de hidratação do ânion interlamelar e corresponde a 3 vezes a distância simples entre as camadas intelamelares, pertencendo ao grupo espacial 3R. Para simetria hexagonal, a Hidrotalcita se cristaliza em um sistema com simetria hexagonal com parâmetros de célula  $a$  e  $c = 2d$ , uma terceira ordem de organização é descrita na literatura correspondente ao sistema hexagonal designada por 1H com parâmetros de célula  $a$  e  $c = d$  (RODRIGUES, 2007; CEPOLLI, 2012; CARVALHO 2019).

O sistema romboédrico é mais comumente encontrado em HDLs naturais e sintéticos, já o sistema hexagonal está relacionado à formação sob condições de alta temperatura e pressão, o polítipo 1H encontra-se associado a materiais altamente hidratados (GEORGETTI, 2018) a Figura 4 ilustra os possíveis polítipos para HDL expõe suas diferenças.

**Figura 4.** Esquema representativo dos possíveis polítipos para HDLs.



**Fonte:** RODRIGUES (2007).

### 3.3.2 Propriedades

Por intermédio da sua composição e método de síntese, os HDLs são dotados de propriedades que proporcionam a este material um amplo espectro de aplicações (CREPALDI, VALIM, 1998), destaque para algumas destas características físicas a seguir:

**Capacidade de troca iônica:** A capacidade de troca iônica apresenta-se como uma das principais propriedades dos HDL's estando relacionada com o movimento ânions interlaminares e a formação de novos compostos (CAVANI, et. al., 1991; CARDOSO, 2006).

**Estabilidade térmica:** A calcinação em Hidrotalcitas e seus similares sintéticos promove mudanças em seus parâmetros físico-químicos, sua decomposição térmica da origem a formação de óxidos simples ou óxidos mistos sem as características do material. Durante o processo de decomposição térmica observa-se, tanto para Hidrotalcita natural, quanto para sintética, faixas de temperatura na qual certas espécies são decompostas, estas faixas de temperaturas vão se diferenciando de material para material (CREPALDI, VALIM, 1998). A sequência do processo de decomposição da Hidrotalcita e retrata através de três eventos preponderantes segundo a literatura, estes eventos são: Desidratação, Desidroxilação e Descarboxilação (BENÍCIO, 2016; TEIXEIRA, 2011).

**Porosidade e área específica:** Área específica e a porosidade são propriedades interligadas de extrema relevância para aplicação dos HDL's como adsorventes e catalisadores, os valores mais comuns para área superficial são reportados na literatura, na faixa de 50 a 100 m<sup>2</sup>/g. porém, REICHLE (1985) realizou um aquecimento com taxa de variação de temperatura de 65°C a 300°C, em um HDL's de do tipo Mg-Al-CO<sub>3</sub> e obteve uma área específica de 200 m<sup>2</sup>/g para a amostra tratada na temperatura 65°C. (CREPALDI, VALIM, 1998; CARVALHO, 2019). Em relação a porosidade, este material é composto de poros superficiais, não interconectados e situados na faixa de microporos (<2nm) e mesoporos (2-50nm) (REICHLE, 1985; SANFILIPPO, 1997; CREPALDI; VALIM, 1998).

**Efeito memória:** O termo efeito memória está relacionado com a capacidade de reestruturação da estrutura lamelar dos HDLs calcinados. Neste caso, a conversão dos óxidos mistos em HDLs referido como regeneração. Quando o material é submetido a calcinação, ocorre a decomposição dos precursores da Hidrotalcita, mediante a volatilização destes compostos como o carbonato, a restauração da estrutura lamelar ocorre quando o material entra em contato com vapor D'água e CO<sub>2</sub> (FARIAS, 2011).

### 3.3.3 Métodos de síntese

A ocorrência natural de HDLs é relatada na literatura (HORA, 2014), sua reprodutibilidade em laboratório é efetivada com facilidade e com custo baixo por intermédio de meios ambientalmente corretos (REIS, 2004; EFFTING, 2017). Diversos métodos relacionados a síntese destes materiais vêm sendo estudados, com intuito de atender à crescente demanda por novos materiais multifuncionais (CUNHA, 2010).

Para a síntese de Hidróxidos Duplos lamelares, alguns fatores são de extrema relevância, tendo como exemplo (CREPALDI, VALIM, 1998; REIS, 2004):

- O grau de substituição de cátions divalentes por trivalentes;
- A natureza dos cátions;
- A natureza do ânion interlamelar;
- pH da síntese;
- Temperatura.

Além disso, De acordo com Rodrigues, 2007. Para obtenção de materiais com boa cristalinidade alguns parâmetros devem ser controlados como: a concentração das soluções, a velocidade de adição, grau de hidratação, pH e temperatura da mistura (CREPALDI; VALIM, 1998).

A literatura descreve inúmeros métodos de síntese para HDLs. Comumente estes métodos podem ser classificados em duas categorias: Métodos de síntese direta ou indireta (HORA, 2014). Nos métodos diretos, os HDLs são obtidos através de sais, óxidos e ou alcóxidos. Os mais empregados são: precipitação, síntese hidrotermal, método sal-óxido e método sol-gel (CARDOSO, 2002; TRONTO, 2006; RODRIGUES, 2007). Já nos métodos de síntese indireta envolvem a substituição do ânion interlamelar de um HDL obtido por síntese direta. Os mais conhecidos são: troca iônica, troca iônica com ataque ácido e regeneração do percussor calcinado (NEWMAN al et., 1998; CREPALDI et al., 2000; REIS, 2009). Em seguida são apresentados a alguns métodos de síntese:

#### 3.3.3.1 Métodos de sal – base ou co-precipitação

Este é o método mais comumente empregado para síntese de HDLs. Na literatura uma série de trabalhos utilizam essa abordagem sintética, que pode ser

realizada de duas formas diferentes: coprecipitação em pH constante e coprecipitação em pH variável (TRONTO, 2006).

A Coprecipitação em pH variável utilizada neste trabalho envolve a adição (gota-gota) de uma solução contendo os cátions divalentes e trivalente sobre uma solução contendo hidróxido e o ânion a ser intercalado em meio alcalino sob agitação constante seguida de tratamento hidrotérmico (REICHLE, 1985). Para garantia de obtenção de um material com maior grau de pureza e cristalinidade é de extrema relevância o controle de alguns parâmetros neste método de síntese, como: concentração dos reagentes, a velocidade de adição de uma solução sobre outra, grau de agitação, temperatura, o tempo de banho hidrotérmico e o pH da suspensão formada (CREPALDI, VALIM, 1998; SANTOS; CORREIA, 2011; CARVALHO, 2019). Cabe ressaltar que o controle de pH e temperatura é fundamental para evitar formação de fases indesejadas, como por exemplo, a precipitação dos hidróxidos simples (RODRIGUES, 2007).

Já a coprecipitação a pH constante, uma solução de sais de cátions é adicionada sobre a solução contendo o ânion a ser intercalado, simultaneamente à adição de uma solução alcalina para o controle do pH, geralmente, Hidróxido de sódio ou potássio. Portanto, se faz necessário o acompanhamento seguido de controle de pH. Essa abordagem tem como vantagem a maior homogeneidade dos compostos obtidos e um alto grau de pureza de fase e cristalinidade e maior versatilidade em relação a condições de controle. Embora possua custo mais elevado, se comparados aos outros métodos de síntese, por conta da sua aparelhagem (CAVANI et. al., 1991; CREPALDI et. al., 2000; BEZERRA, 2018; CARVALHO, 2019).

#### 3.3.3.2 Método sal-óxido

Consiste na reação entre uma suspensão do óxido do metal divalente com uma solução contendo o metal trivalente e o ânion a ser intercalado. Neste caso, a técnica envolve a adição de uma quantidade constante de metal trivalente sobre a suspensão do óxido divalente. A adição deve ser feita lentamente para manter o pH constante, controlando o tempo de adição entre uma alíquota a outra. As principais limitações desta abordagem são: a possível formação de óxidos do metal divalente formados no decorrer da síntese que sofrem hidrólise lenta ao reagir com o metal trivalente da

solução, o ânion a ser intercalado deve ser capaz de formar uma solução solúvel com o sal do cátion trivalente (CREPALDI et al., 1998; CARDOSO, 2002; TRONTO, 2006).

#### 3.3.3.3 Síntese Hidrotérmica

Para esta síntese, utilizam-se suspensões dos cátions divalentes e trivalentes na forma de óxidos. Esses óxidos são suspensos em água e a esta suspensão é adicionada uma solução de ácido, no qual a sua base conjugada se pretende intercalar. Em alguns casos utiliza-se o anidrido invés de soluções ácidas, comparado aos outros métodos, sua vantagem está relacionada a não conter sais dos cátions, entretanto, esta síntese é pouco reproduzida, tendo em vista a existência de métodos mais simples no qual são obtidos resultados semelhantes (RODRIGUES, 2007; BENICIO, 2016).

#### 3.3.3.4 Método de troca iônica

Este método envolve o uso de um HDL produzido previamente por síntese direta como precursor, com ânions interlaminares  $\text{Cl}^-$  ou  $\text{NO}_3^-$ , e uma solução concentrada do ânion a ser intercalado. Esta abordagem é baseada na mobilidade dos ânions que ocupam a região interlamelar via processo de troca iônica. Neste caso, com a adição da solução concentrada o ânion que está entre as lamelas sai e dá espaço para a nova espécie aniônica que se deseja intercalar. A capacidade de estabilização do íon interlamelar intercalado deve ser superior à do precursor e o mesmo deve estar em maior quantidade para o deslocamento do equilíbrio no sentido da troca (BEZERRA, 2018).

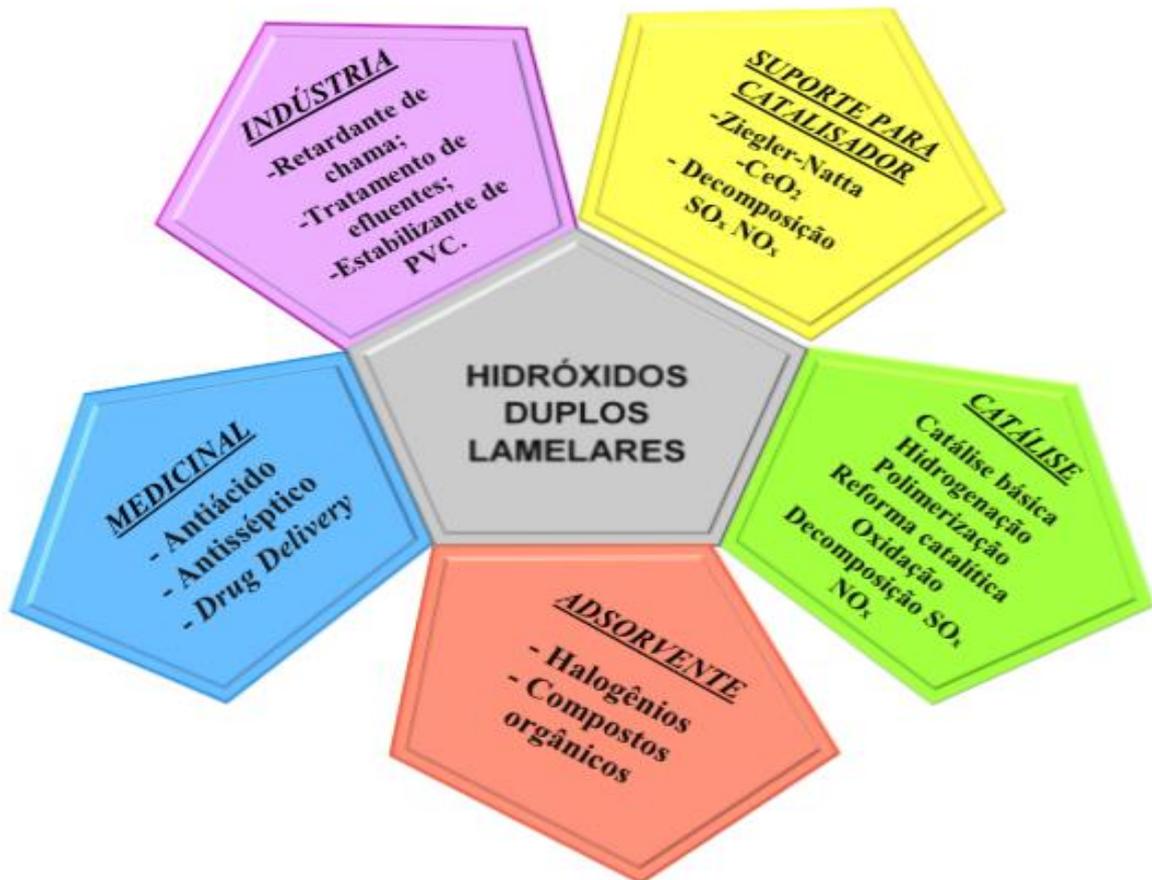
#### 3.3.3.5 Troca iônica por regeneração do precursor calcinado

Nesse método, o precursor contendo ânion carbonato HDL é calcinado, geralmente, a uma temperatura abaixo de  $500^\circ\text{C}$ , para eliminar o ânion carbonato e, nessa temperatura, a maioria dos grupos hidroxilas também são eliminados. Após a calcinação, obtém-se um grupo oxi-hidróxido duplo, que quando em contato com uma solução aquosa contendo o ânion de interesse para a intercalação dando origem a um novo HDL, (HORA, 2014) no entanto, esta abordagem é restrita para os HDLs que não apresentam propriedade de regeneração, “o efeito memória” (VACCARI, 1998; REIS, 2004; BENICIO, 2016; CARVALHO, 2019).

### 3.3.4 Aplicações

Devido a fácil reprodutibilidade em laboratório, ao custo baixo, e suas propriedades uma gama de HDLs contendo uma ampla variedade de cátions e ânions vem sendo sintetizados e empregados nas mais diversas finalidades tais como: adsorventes, trocadores aniônicos, catalisadores, suporte para catalisadores, aplicações biomédicas e entre diversas outras (CREPALDI, VALIM 1998; VACCARI, 1998; VIEIRA, 2009; FARIAS, 2011, BEZERRA, 2019).

**Figura 5.** Ramos de aplicação para a HT.



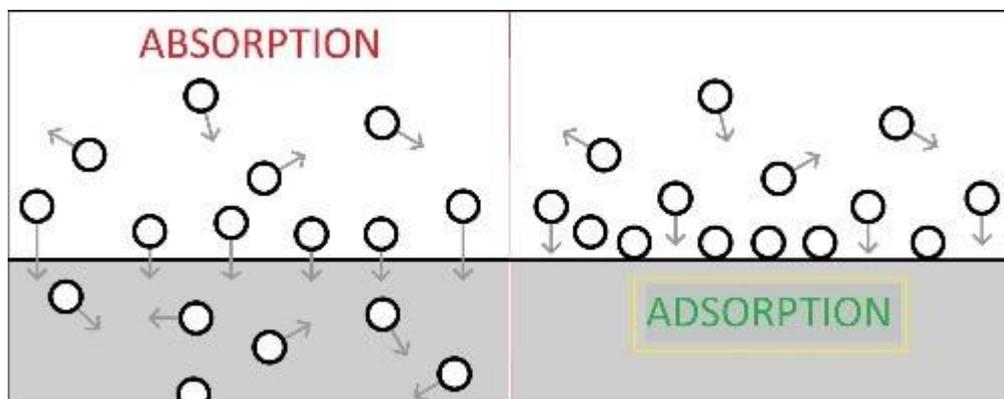
Fonte: CARVALHO (2019).

### 3.4 ADSORÇÃO

O processo de adsorção é um fenômeno de superfície que consiste na operação de transferência de massa entre adsorvato e o adsorvente, neste sentido o adsorvato concentra na superfície do adsorvente. E ocorre a separação entre estes componentes (NASCIMENTO *et al.*, 2014).

A adsorção pode ser classificada como física (fisissorção) ou química (quimissorção). A primeira envolve a interação entre o adsorvato – adsorvente por meio de forças de Van Der Waals, enquanto que a segunda se liga através da superfície por meio de ligações químicas com a transferência ou compartilhamento de elétrons (NASCIMENTO *et al.*, 2014). O processo de adsorção difere do de absorção pelo fato de que na segunda a adsorção ocorrer em uma região específica o adsorvato penetra os sítios do adsorvente. Outra variável é que a fisissorção é reversível e a quimissorção por sua vez, é irreversível. Já a sorção é utilizada para englobar ambos os eventos, Figura 6 ilustra a diferença entre estes fenômenos.

**Figura 6.** Ilustração da distinção entre os processos de adsorção e absorção.



**Fonte:** <https://www.pall.co.in/en/food-beverage/spirits/activated-carbon-treatment.html>.

De acordo com a literatura a Hidrotalcita apresenta-se como material promissor no tratamento de água contaminada por metais pesados, agentes tóxicos orgânicos e inorgânicos. Sua aplicação na remoção de contaminantes é vista como uma via econômica para o tratamento e a diminuição da poluição causada por compostos tóxicos indústrias em corpos d'água (CARDOSO, 2006; TOLEDO, 2014).

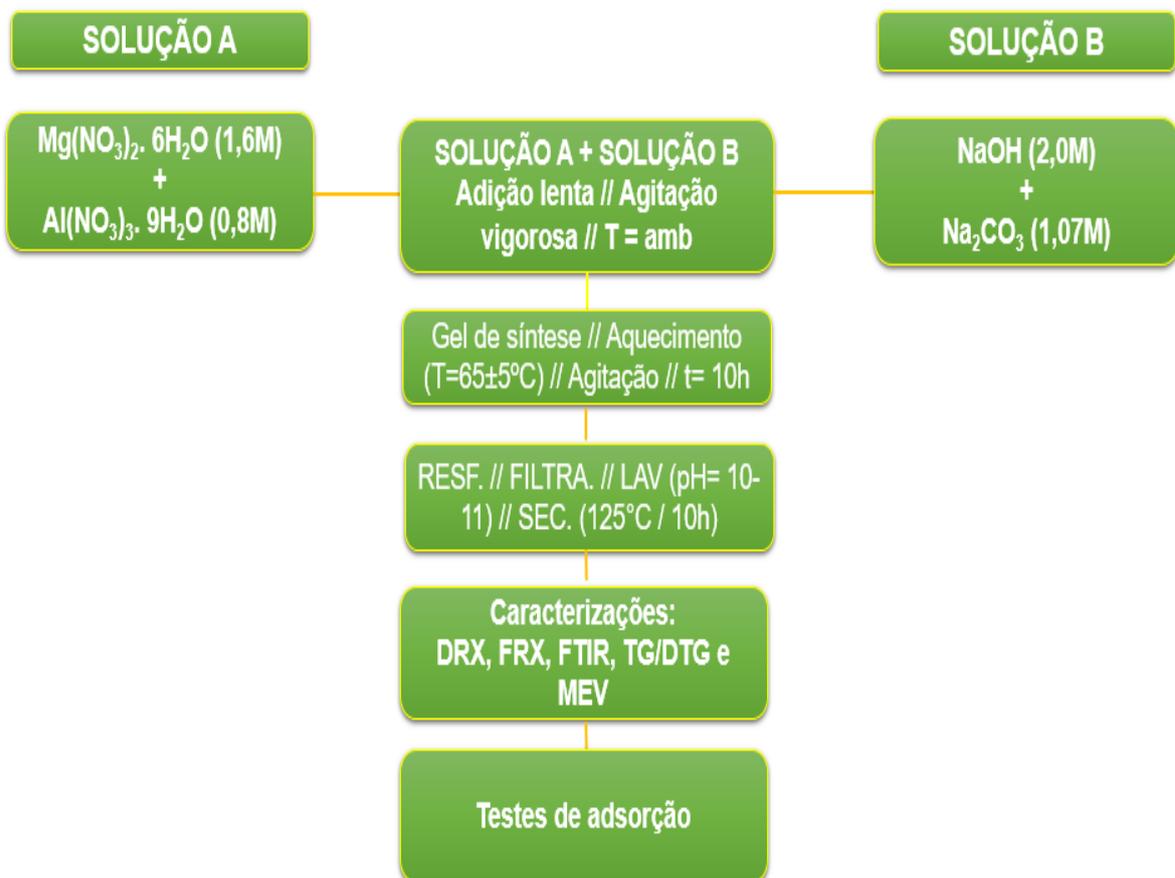
## 4. METODOLOGIA

O presente trabalho foi executado na Universidade do Estado do Rio Grande do Norte - (UERN) nos seguintes laboratórios: Laboratório de Catálise, ambiente e materiais – Departamento de química (LACAM-DQ); Laboratório de propriedade magnéticas e ópticas – Departamento de Física (LAMOP-DF); e o Laboratório de Eletroquímica e Química Analítica (LEQA – DQ). A Hidrotalcita utilizada foi sintetizada pelo método de coprecipitação a pH variável entre 10 e 11 seguido de tratamento hidrotérmico baseado na sistemática descrita por RICHELI *et al.*, (1985), descrito a seguir.

### 4.1 SINTESE DE HT

A síntese consiste inicialmente no preparo de duas soluções, a solução (A) contendo os cátions metálicos composta por nitrato de magnésio hexaidratado ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) e Nitrato de alumínio nonaidratado ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), e a solução (B) contendo o ânion intercalado e hidroxilas composta de carbonato de sódio anidro ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) e Hidróxido de Sódio ( $\text{NaOH}$ ) para uma razão de  $\text{Mg}/\text{Al} = 2/1$ . Posteriormente a solução A foi adicionada lentamente a solução B gota a gota sob agitação constante a  $35^\circ\text{C}$  através de um sistema de gotejamento composto de uma bureta e agitador mecânico. Logo após o gotejamento o gel percussor obtido foi submetido a tratamento hidrotérmico a um aquecimento de  $65 \pm 5^\circ\text{C}$  durante 10 h, após o término do tratamento hidrotérmico, o gel obtido foi resfriado até temperatura ambiente, em seguida filtrado e lavado até o pH da água de lavagem estar próximo de 10-11. O sólido foi seco a  $125^\circ\text{C}$  durante 10h e logo após homogeneizado com pistilo. A Figura 7 representa o fluxograma de síntese, caracterização e aplicação da HT.

**Figura 7.** Fluxograma de Síntese, caracterização e aplicação da HT.



**Fonte:** Autoria própria.

#### 4.2. CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

A Hidrotalcita utilizada neste trabalho foi caracterizada pelas técnicas de difração de raios-X (DRX), fluorescência de raios-X (FRX), Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análises termogravimétricas (TG/DTGA) com intuito de determinar

as propriedades físico-químicas, estruturais, térmicas, morfológicas a composição química deste material.

#### **4.2.1 Difração de raios-X (DRX)**

A análise de difração de raios-x foi empregada com intuito de verifica a obtenção da estrutura cristalina e a determinação dos parâmetros de célula unitária do material. Os padrões de difração da HT foram efetuados em um equipamento Rigaku, modelo Mini Flex II, utilizando o método de pó, com radiação de ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) e as medidas foram realizadas com varredura de ângulo  $2\theta$  ( $5^\circ$ - $70^\circ$ ), e passo de  $0,02^\circ/\text{s}$ .

#### **4.2.2 Fluorescência de raios-x (FRX)**

A fluorescência de raios-x foi realizada com intuito de verificar a composição química da HT, identificar e quantificar os metais presentes na amostra (razão molar entre magnésio e alumínio). O equipamento utilizado foi EDX-700, Shimadzu, para esta análise a amostra foi coletada em um suporte de plástico coberto com um filme LDPE, e as varreduras foram sob vácuo para evitar interferências.

#### **4.2.3 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier - (FTIR)**

A Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier foi realizada com o objetivo de identificar a presença de grupos funcionais na estrutura da HT. O equipamento utilizado foi IRAffinity-1, da marca Shimadzu. A análise foi realizada na faixa de  $4000$  a  $400 \text{ cm}^{-1}$ , com resolução de  $4 \text{ cm}^{-1}$  e 16 varreduras utilizando-se pastilhas prensadas de  $1,8 \text{ Kbar}$  sob vácuo de 1% da amostra e 99% de KBr.

#### **4.2.4 Análises termogravimétricas - (TGA/DTGA)**

As análises termogravimétricas foi realizada com intuito de avaliar a estabilidade térmica do material, através da variação de perda de massa em função do aumento da temperatura. A análise foi realizada utilizando um equipamento Netzsch, modelo STA 449, com leitura na faixa de temperatura de  $25$  a  $900^\circ\text{C}$ , taxa de aquecimento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , fluxo de  $100 \text{ mL}$  em atmosfera de inerte.

#### **4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A microscopia eletrônica de varredura foi empregada com intuito de obter informações sobre a morfologia do material, as micrografias foram obtidas através do equipamento TESCAN modelo VEJA 3 LMU.

### **4.3 CARATERIZAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DO SORO DO LEITE**

O soro do Leite (In natura) foi cedido pela indústria de laticínios do sertão (EITE) situada na cidade de Mossoró – RN, posteriormente foi armazenado no laboratório de catalise, ambiente e matérias (LACAM) e caracterizado pelas análises de pH, Teor de óleos e graxas (TOG), acidez, dureza, Fosforo Total, Nitrato, Nitrogênio total e carbono orgânico total (COT) com intuito de determinar os parâmetros físico-químicos desse subproduto aquoso.

#### **4.3.1 pH**

O potencial Hidrogeniônico (pH) fornece informações relacionadas a concentração de íons Hidrogênio em uma solução, a escala de pH varia de 0 a 14 indicando acidez, neutralidade ou alcalinidade (BACCAN *et, al.*, 2001). O equipamento utilizado foi o pHmetro da marca QUIMIS, para realizar a medida o aparelho foi ligado e aguardou-se sua estabilização, posteriormente este foi calibrado empregando as soluções tamponantes de pH 7,0 e 4,0. Logo em seguida a medida foi efetuada introduzindo o eletrodo na amostra e realizou-se a leitura. Análise foi realizada seguindo o procedimento proposto no manual de análises de água do LAcam.

#### **4.3.2 Teor de óleos e graxas (TOG)**

O método analítico consiste na recuperação de um conjunto de substâncias orgânicas que compreendem hidrocarbonetos, gorduras, ceras, ésteres, dentre outros. Através de extração (líquido/líquido) e solubilização em um determinado solvente orgânico seguido de gravimetria (SILVA, 2018). A determinação deste parâmetro físico-químico basear-se na diferença de massa e inicialmente pesou-se um béquer frio e sem amostra e anotou-se sua massa. Posteriormente em um funil de decantação foi adicionado 500mL amostra e 15mL de Hexano, em seguida foi feita a

homogeneização e a mistura ficou em repouso por 5 minutos até a separação das fases. Por seguinte a fase inferior foi descartada e a fase superior foi transferida para béquer e encaminhada para a estufa a 100°C por 24h, para a evaporação do solvente cabe ressaltar que neste processo a porta da estufa permanece entreaberta. Posteriormente pesou-se o béquer frio com amostra, e a concentração de óleo e graxas foi obtida em mg/L. Análise foi realizada seguindo o procedimento proposto no manual de análises de água do LAcam.

#### **4.3.3 Acidez**

Para a análise de acidez, utilizou-se da técnica de volumetria de neutralização que consiste basicamente na determinação do volume de uma solução de concentração conhecida que reage quantitativamente com o analito cuja concentração se deseja obter. No qual a concentração molar da amostra é obtida através da adição vagarosa de uma solução alcalina (SKOOG et. al., 2006). O procedimento experimental iniciou-se na preparação de uma solução de Hidróxido de sódio 0,1M, posteriormente em um béquer adicionou-se 25ml da amostra e em seguida 2 gotas do indicador fenolftaleína. A solução de NaOH foi adicionada lentamente ao analito com auxílio de um sistema composto de bureta e agitador mecânico, observou-se a mudança de coloração rósea permanente e no ponto de equivalência, anotou-se o volume de titulante gasto. A concentração foi obtida em mg/L de CaCO<sub>3</sub>. Análise foi realizada seguindo o procedimento proposto no manual de análises de água do LAcam.

#### **4.3.4 fosforo total**

O método analítico consiste inicialmente em uma previa digestão da amostra para a conversão do fosforo orgânico a forma da espécie de interesse, ortofosfato, seguida da leitura do analito em espectrofotômetro para quantificar sua concentração (SANTOS, F., 2008). A determinação do fosforo total envolve duas etapas, primeiramente foram preparadas quatro soluções: Ácido sulfúrico 5N; Molibdato de Amônio; Tartarato de Potássio e Antimônio e ácido ascórbico. Por seguinte pipetou-se certa 50mL da solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 5mL de tartarato, 15mL de Molibdato e 30 mL de C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>, transferiu-se todos os respectivos volumes para um balão de 100ml. Esta mistura forma a solução mista que é adicionada a amostra antes da leitura no

equipamento. Posteriormente pipetou-se 10mL da amostra para um tubo de ensaio e logo em seguida a amostra foi encaminhada para autoclave por 40 minutos. Ao termino deste processo a amostra foi resfriada, acrescentou-se 1ml do reagente misto e após 5 minutos foi realizada a leitura no espectrofotômetro UV-Visível modelo UV-mini 1240 da marca SHIMADZU, em uma curva de padrão de fosforo salva no equipamento no comprimento de onda de 882nm. Após a leitura anotou-se o resultado, e concentração foi obtida mg/L de P. Análise foi realizada seguindo o procedimento proposto no manual de análises de água do LAcam.

#### **4.3.5 Carbono orgânico total (TOC) e Nitrogênio total**

O método analítico consiste na oxidação dos compostos orgânicos presente na amostra, convertendo a matéria orgânica em CO<sub>2</sub>. E este CO<sub>2</sub> é determinado por espectroscopia de infravermelho, por intermédio de um sensor infravermelho não dispersivo. O equipamento utilizado foi o analisador de carbono orgânico – TOC - V<sub>CPN</sub>, da marca Shimadzu. O procedimento experimental consiste inicialmente na filtragem da amostra logo após injeta-la no equipamento, a partir dessa análise é possível obter também a concentração de nitrogênio Total, uma vez que a análise esta relaciona com a quantificação do carbono ligados organicamente presentes na amostra, a concentração de TOC foi obtida em mg/L de C já a concentração de Nitrogênio total foi obtida em mg/L de N (**PROTOCOLO PARA DETERMINAÇÃO DE CARBONO TOTAL EM SOLUCÕES AQUOSAS, 2012**).

#### **4.3.5 Nitrato**

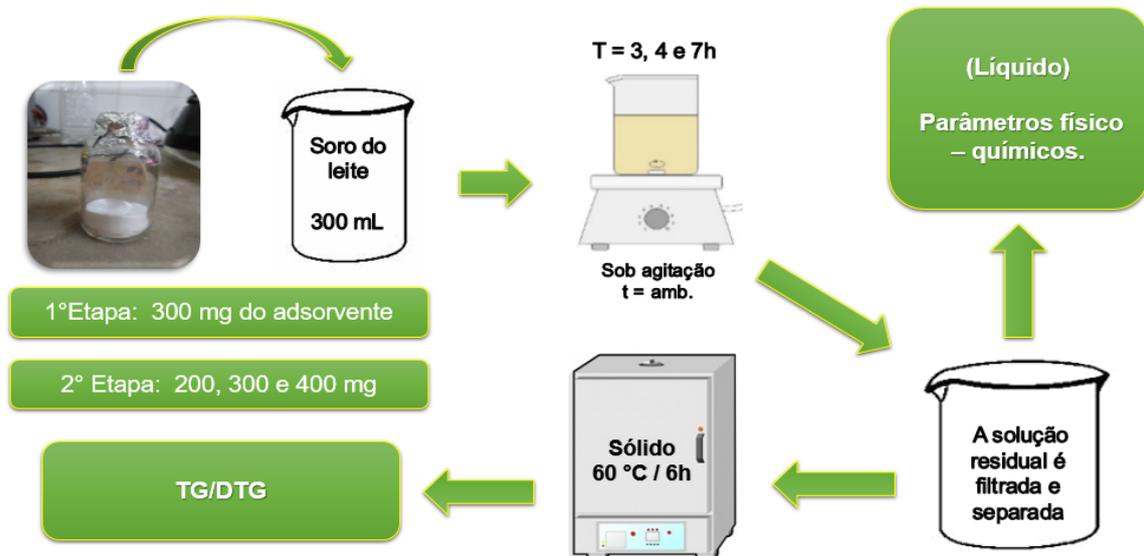
Este parâmetro foi obtido atreves de aproximação do resultado da análise de nitrogênio total que foi realizada no analisador de carbono orgânico – TOC –V<sub>CPN</sub>, da marca shimadzu. A concentração de Nitrato foi obtida em mg/L de NO<sub>3</sub>.

#### **4.4. TESTES DE ADSORÇÃO**

Os testes de sorção foram conduzidos inicialmente com 300mg de HT para 300ml do soro do leite, sob agitação vigorosa em temperatura ambiente. A primeira etapa de otimização foi feita no tempo de contato, com tempo preestabelecidos de (3, 4 e 7h). Com base no melhor tempo, a segunda etapa de otimização foi realizada na massa do adsorvente com testes com massa de (200, 300 e 400mg). Ao final de cada

teste a solução residual foi filtrada e separada, no líquido foram reavaliados os parâmetros físico-químicos de pH, Teor de óleos e graxas (TOG), acidez, dureza, Fosforo Total, Nitrato, Nitrogênio total e carbono orgânico total (COT) com intuito de averiguar a eficiência do tratamento, mediante os padrões estabelecidos pela legislação ambiental por meio das Resoluções CONAMA nº 357/2005 e nº 430/2011. O sólido residual (adsorvente + Adsorvato) foi seco em estufa a 60°C e submetido as análises termogravimétricas de TG/DTG. Cabe ressaltar que essa análise têm a finalidade de avaliar se houve de fato adsorção de proteína.

**Figura 8.** Esquema para os testes de adsorção no soro do leite.



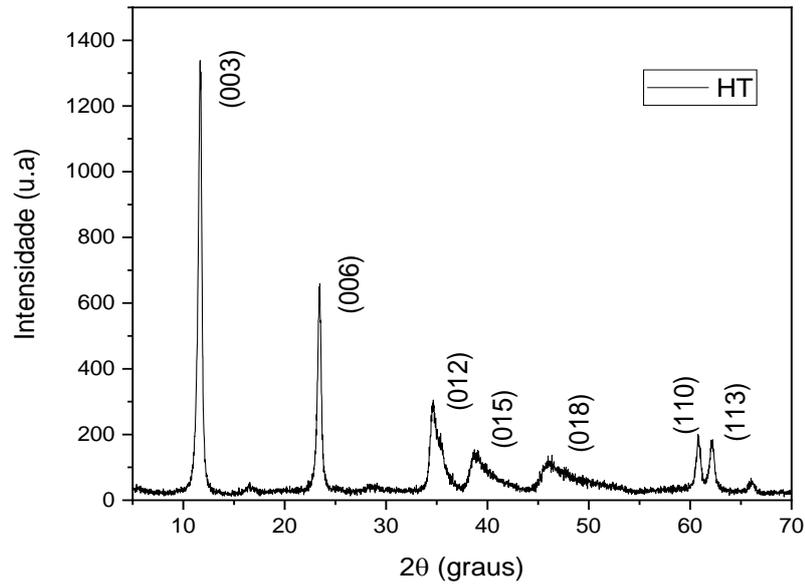
Fonte: Autoria própria

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 DIFRATOGRAMA DE RAIO – X

A Figura 9 apresenta o difratograma típico obtido para Hidrotalcita. Observa-se os picos de alta intensidade ( $11,6^\circ$ ,  $23,4^\circ$  e  $34,7^\circ$ ) em valores baixos para  $2\theta$ , referentes aos planos basais (003), (006) e (012) e os picos assimétricos de base larga ( $38,9^\circ$ ,  $45,6^\circ$ ,  $60,8^\circ$  e  $62,1^\circ$ ) para altos valores de  $2\theta$ , referentes aos planos (015), (018), (110) e (113). Este perfil de picos é característico do material conforme descrito carta cristalográfica CIF9009272 carregada do banco de dados Crystallography Open Database e indica a formação da estrutura do tipo hidrotalcita de simetria romboédrica 3R (CAVANI et al., 1991; MIOTTO, 2013). Os resultados são semelhantes aos encontrados na literatura (CHAGAS et al., 2012; PARK et al., 2018) o material constitui-se como uma estrutura cristalina monofásica, o difratograma apresentou um perfil de picos estreitos e intensos, sobre uma linha de base reta, indicativo de um material com elevada cristalinidade. Os parâmetros de célula calculados foram de  $a=b = 3,04 \text{ \AA}$  que corresponde a distância entre os cátions na camada brucita e  $C = 22,84 \text{ \AA}$  que corresponde ao espaçamento basal, para uma simetria romboédrica. O volume da célula unitária foi de  $181,9 \text{ \AA}^3$ , cabe ressaltar que todos esses resultados são semelhantes a literatura aos encontrados na literatura de (CARVALHO, 2019).

**Figura 9.** Difratoograma de raio-X exibindo os picos característico da HT.



**Fonte:** Autoria própria.

## 5.2. FLUORESCÊNCIA DE RAIOS – X (FRX)

A composição química do material foi obtida por FRX determinando-se os percentuais de Mg (48%) e Al (52%) e sua razão real molar de Mg/Al = 0,92, esse resultado mostra que a razão obtida foi inferior se comparado ao valor teórico proposto para Ht de Mg/Al = 2:1. Este desvio na razão real pode estar relacionado possivelmente ser devido a maior incorporação de íons  $\text{Al}^{3+}$  nos centros dos octaedros, devido a maior solubilidade do sal que cedeu o alumínio se comparada a solubilidade do sal que cedeu Magnésio (PEDROTTI, 2010; CARVALHO 2018). Vale salientar que nenhum outro átomo diferente foi obtido a partir dos precursores usados, atestando a qualidade dos reagentes utilizados.

**Tabela 2.** Porcentagens de metais para HT

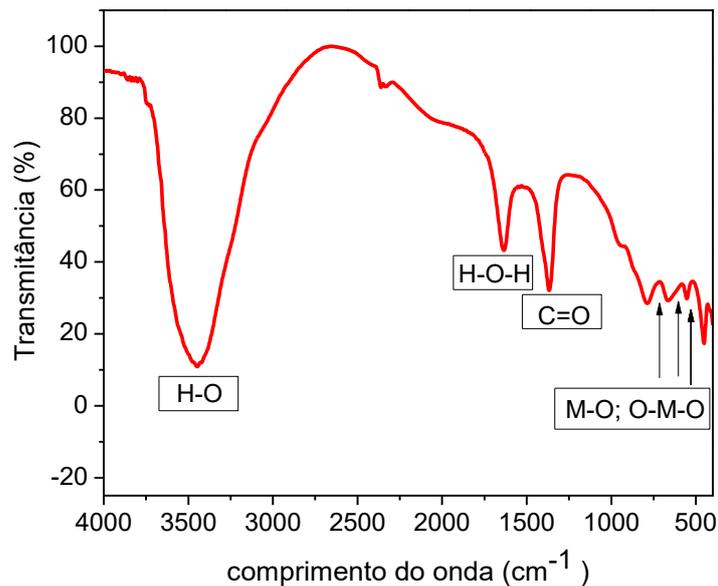
Amostra	Mg	Al	Rteórica	Rreal
HT	48%	52%	2:1	0,92

**Fonte:** Autoria própria.

### 5.3 ESPECTOSCOPIA ELETRONICA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRASFORMADA DE FOURIER

A Figura 10 expõem o espectro de absorção no infravermelho para HT. Pode-se observar uma banda larga e intensa em  $3450\text{ cm}^{-1}$  que é referente as vibrações de estiramento da ligação H–O, que pertencente aos grupos hidroxilas, compreendendo a camada de hidróxidos do tipo brucita (CHAGAS, et al., 2012) a banda  $1640\text{ cm}^{-1}$  é atribuída a deformação angular de moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$ . (DAVILA, et al., 2008). O espectro também evidencia vibrações de estiramento da ligação C=O referente ao ânion carbonato intercalado entre as lamelas correspondente a banda  $1370\text{ cm}^{-1}$  (DANTAS, 2012). Os picos  $785$ ,  $660$ , e  $550\text{ cm}^{-1}$  estão associados ao estiramento das ligações M–O e O–M–O ( $\text{Mg}^{2+}$  ou  $\text{Al}^{3+}$ ) nas camadas inorgânicas do material (CARVALHO, 2019).

**Figura 10.** Espectro de transmitância na região do Infravermelho para a HT.



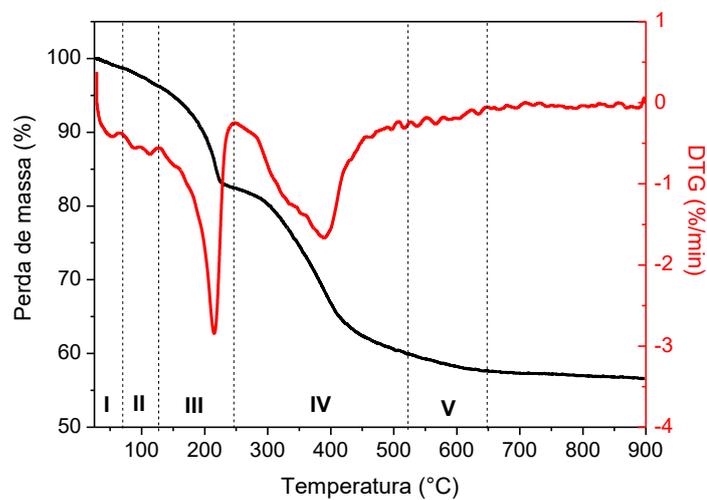
**Fonte:** Autoria própria.

### 5.4 ANÁLISES TERMOGRAVIMÉTRICAS – (TG/DTG)

A Figura 11 exibe as curvas termogravimétricas TG/DTG para HT, como pode ser visto o material apresenta cinco eventos térmicos. O primeiro e o segundo eventos

estão relacionados com a saída de moléculas de água adsorvida na superfície do material e água que compreendem a região interlamelar, o terceiro é atribuído a perda de massa dos grupos hidroxilas que integram a camada semelhante a brucita, o quarto evento é relacionado com a decomposição de íons carbonato na região interlamelar e o quinto evento é atribuído a formação de resíduos do tratamento térmicos, óxidos mistos de Magnésio e ou alumínio (RIVEIRA,2009; RODRIGUES,2007; SANTOS, CORRÊA, 2011; CHAGAS *et. al.*, 2012;).

**Figura 11.** Curvas de (TG/DTG) para HT.



**Fonte:** Autoria própria.

A Tabela 3 resume os eventos térmicos que ocorrem mediante o aumento de temperatura e as informações quantitativas das perdas de massa, ao termino da análise térmica as perdas de massa foram de 1,3% referente a água fisisorvida, 2,4 para água interlamelar, 13,8% referente a decarbonatação, 22,3% referente a dessidroxilação e 2,4% para formação de resíduos: óxidos de magnésio e ou alumínio. A massa residual após os eventos térmicos foi de 57,6% corroborando com uma das principais características deste composto a elevada estabilidade térmica em relação a degradação total dos componentes que a constituem (CREPALDI, VALIM 1998).

**Tabela 3.** Eventos térmicos, temperaturas de pico e perdas de massa.

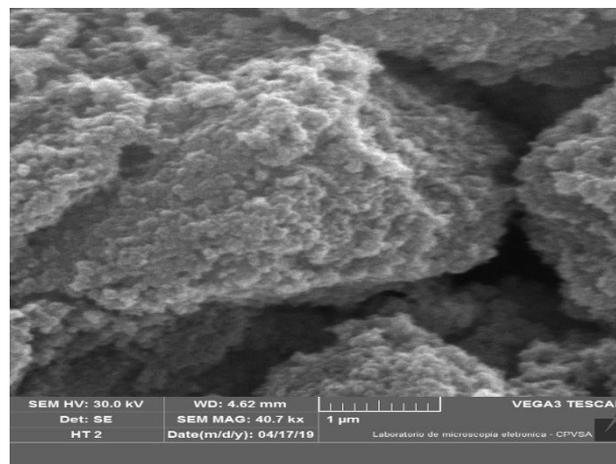
Eventos	Faixa de temperatura (°C)	T.p (°C)	Perda de massa (%)	resíduo	Atribuições
I	30 - 70	48,7	1,3		Água superficial
II	70 - 126	111,0	2,4		Água interlamelar
III	126 - 246	215,6	13,8	57,6	Descarbonatação
IV	246 - 523	388,7	22,5		Desidroxilação
V	523 - 643	568,3	2,4		Óxidos e material amorfos

Fonte: Autoria própria.

### 5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – (MEV)

Por intermédio do resultado da análise de microscopia eletrônica de varredura é possível comentar acerca da morfologia do material e relacionar essas informações com os parâmetros físico-químicos. A Figura 12, corresponde ao material sintetizado e como já era esperado se vê uma morfologia de partículas semelhante a placas ou lâminas sobrepostas, a partir da micrografia, também é possível observar os espaços originados entre as partículas, vale salienta que esse resultado é semelhante ao que foi reportado na literatura (CAVANI, et al., 1991; WANG, et al., 2010; ANUAR, ABDULLAH, 2016).

**Figura 12.** Micrografia de MEV, morfologia típica para HT.



**Fonte:** Autoria própria.

## 5.6 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO SORO DO LEITE

Na Tabela 4 encontram-se os resultados das caracterizações físico-químicas realizadas no soro do leite e os valores permitidos para descarte de efluente de acordo com a resolução CONAMA (Conselho Nacional do Meio Ambiente) n° 357/2005 que classifica os corpos de água e estabelece condições e padrões para o lançamento de efluentes, e resolução CONAMA n° 430/2011, que dispõe sobre condições para descarte de efluentes.

**Tabela 4.** Parâmetros físico-químicos para o soro do leite.

<b>Caraterizações</b>	<b>Unidades</b>	<b>Soro do leite</b>	<b>CONAMA 430/2011</b>	<b>CONAMA 357/2005 Classe - 2</b>
<b>pH</b>	<b>-</b>	<b>6,5</b>	<b>5 ou 9</b>	<b>5 ou 9</b>
<b>TOG</b>	<b>mg/L</b>	<b>457,0</b>	<b>50</b>	<b>ausente</b>
<b>Acidez</b>	<b>mg/L de CaCO<sub>3</sub></b>	<b>126,00</b>	<b>ausente</b>	<b>-</b>
<b>Nitrato</b>	<b>mg/L de NO<sub>3</sub><sup>-</sup></b>	<b>1,3995</b>	<b>-</b>	<b>10,0</b>
<b>Nitrogênio total</b>	<b>mg/L de N</b>	<b>1,3995</b>	<b>20,0</b>	<b>-</b>
<b>Fósforo total</b>	<b>mg/L de P</b>	<b>14,02</b>	<b>-</b>	<b>0,1</b>
<b>TOC</b>	<b>mg/L de C</b>	<b>24,92</b>	<b>-</b>	<b>ausente</b>

**Fonte:** Autoria própria.

Como pode-se ver na tabela 4 os índices ideais de pH estão entre 5,0 e 9,0. O soro do leite apresentou pH igual a 6,5 este valor se enquadra como ácido, mas está dentro da faixa estabelecida pela legislação vigente. O descarte de substancias com teor de óleos graxas mediante a resolução é de 50 mg/L, O valor contido na amostra é de 457 mg/L. Ultrapassando o limite máximo estipulado para seu descarte segundo a norma vigente (SOUSA et, al. 2016,).

A concentração de TOC na amostra é de 24,92 mg de C, este resultado confirma o que é reportado na literatura, que efluentes oriundos dos processos de

produção de laticínios possuem auto teor de matéria orgânica, sendo considerados como a principal fonte poluidora neste setor econômico (ARAÚJO, 2018).

O valor obtido para a concentração nitrato e nitrogênio total foi inferior ao estipulado pela legislação, entretanto, a concentração de fósforo total foi de 14,02 mg/L de P, excedendo o limite máximo determinado pelo CONAMA 357/2005, para rios de classe 2. Nessa concentração este efluente se torna impróprio para o lançamento, caso não haja tratamento.

A poluição causada por compostos de nitrogênio e fósforo é associada ao fenômeno de eutrofização da água, pois estes compostos quando lançados em corpos hídricos passam a ser nutrientes para plantas aquáticas, gerando distúrbio na vegetação aquática, por conta do crescimento excessivo de algas e plantas, a decomposição desta vegetação contribui com o aumento de micro-organismos decompositores que diminuem a quantidade de oxigênio dissolvido da água causando a mortandade das espécies presentes naquele ecossistema (CADONÁ et. al., 2018).

## 5.7 TESTES COM OTIMIZAÇÃO DO TEMPO DE CONTATO

Para os testes de adsorção no soro do leite em 300 mg de HT, com volume da amostra de 300 mL foram estipulados tempos de contato de 3, 4 e 7h, verifica-se na Tabela 5 os resultados obtidos para os parâmetros físico-químicos analisados antes e após cada teste de adsorção e os padrões estabelecidos pelas resoluções CONAMA nº 430/2011.

**Tabela 5.** Parâmetros físico-químicos para os testes de 3, 4 e 7h com 300 mg de HT.

Caraterizações	Soro do leite in natura	Teste de adsorção 3h e 300 mg de HT	Teste de adsorção 4h e 300 mg de HT	Teste de adsorção 7h e 700 mg de HT	CONAMA 357/2005 classe 2 e 430/2011	
					5 ou 9	5 ou 9
pH	6,5	6,3	6,1	5,5	5 ou 9	5 ou 9
TOG (mg/L)	457,0	290,7	149,3	220,7	Ausente	50
Acidez (mg/L CaCO <sub>3</sub> )	126,00	134,00	140,00	172,00	-	Ausente
Nitrato (mg/L de NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	1,3995	1,2803	0,8185	1,0835	10,0	-
Nitrogênio T. (mg/L de N)	1,3995	1,2803	0,8185	1,0835	-	20,0
Fosforo T. (Mg/L de P)	14,02	12,65	6,27	9,02	0,1	-
TOC (Mg/L de C)	24,92	19,82	14,75	18,82	-	-

**Fonte:** Autoria própria.

Com relação a análise físico-químicas, observa-se grande aumento na acidez da solução residual após o teste de adsorção, esse aumento é consecutivo para cada tempo de contato. Este fato pode ser explicado pela propriedade de troca iônica ocorrendo nos sítios ativos da HT, os íons Al<sup>3+</sup> presentes na estrutura do material migraram para a solução aumentando a acidez à medida que o tempo de contato aumenta, por outro lado, observa-se o grande aumento da acidez no teste com tempo de contato de 7h. Possivelmente, pela dessorção destes íons e essa alteração se reflete no aumento da medida. Conseqüentemente, com o aumento da acidez pode-se ver o pH decaindo para cada teste de adsorção, mediante o aumento da concentração de íons alumínio na solução.

Os resultados para a concentração de Nitrato, Nitrogênio e Fósforo total comportando-se em ciclos opostos, com diminuição para as concentrações dos testes com tempo de contato de 3 e 4h e aumento para os parâmetros do teste de 7h como observado na Tabela 5, a concentração de fósforo total para o teste de 4h diminuiu para mais da metade de seu valor em comparação ao resultado do soro do leite puro, e este valor aumenta significativamente em função do tempo de contato, possivelmente, pelo fato do material já ter atingindo a saturação máxima e está ocorrendo o processo de dessorção do fósforo adsorvido fisicamente voltando para seio solução.

O processo de adsorção é evidenciado pela diminuição da concentração de óleos e graxas e de carbono orgânico total, para os testes com tempo de contato de 3 e 4h. observa-se que para o teste de 4h as concentrações para ambos os parâmetros diminuíram consideravelmente e este fato pode ser justificado pela adsorção eficiente da HT que pode estar ocorrendo tanto nos espaços interlamelares como na superfície das lamelas, já com tempo de contato de 7h apresentou aumento para concentração destes parâmetros devido, provavelmente, a dessorção destas substâncias que pois essa seria a única maneira para esta ocorrendo o aumento destes parâmetros.

### 5.7 TESTES COM OTIMIZAÇÃO DA MASSA DE ADSORVENTE

Mediante os resultados obtidos nos testes com otimização do tempo de contato observou-se que o teste de adsorção com tempo de contato de 4h apresentou os melhores resultados para diminuição dos parâmetros físico-químicos analisados, e com base neste tempo a massa de Hidrotalcita foi otimizada e os testes foram realizados com 200 e 400 mg de HT, e volume de amostra de 300 ml, verifica-se na Tabela 6 os resultados obtidos para os parâmetros físico-químicos analisados antes e após cada teste de adsorção e os padrões estabelecidos pelas resoluções CONAMA n° 357/2005 para os rios de classe 2 e 430/2011.

**Tabela 6.** Parâmetros físico-químicos para os testes com 200, 300 e 400 mg de HT e tempo de contato de 4h

<b>Caraterizações</b>	<b>Soro do leite in natura</b>	<b>Teste de adsorção 200 mg de HT e 4h</b>	<b>Teste de adsorção 300 mg de HT e 4h</b>	<b>Teste de adsorção 400 mg de HT e 4h</b>	<b>CONAMA 357/2005 Classe 2 e 430/2011</b>	
<b>pH</b>	6,5	6,4	6,1	5,8	5 ou 9	5 ou 9
<b>TOG (mg/L)</b>	457,0	220,0	149,3	127,0	Ausente	50
<b>Acidez (mg/L CaCO<sub>3</sub>)</b>	126,00	128,00	140,00	153,00	-	Ausente
<b>Nitrato (mg/L de NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)</b>	1,3995	1,0035	0,8185	0,9468	10,0	-
<b>Nitrogênio T. (mg/L de N)</b>	1,3995	1,0035	0,8185	0,9468	-	20,0
<b>Fosforo T. (Mg/L de P)</b>	14,02	14,49	6,27	7,33	0,1	-
<b>TOC (Mg/L de C)</b>	24,92	23,12	14,75	17,24	-	-

**Fonte:** Autoria própria.

Com relação a análise físico-químicas, observa-se aumento na acidez da solução residual após o teste de adsorção, pode-se ver que o teste com menor massa de adsorvente apresentou um pequeno aumento para este parâmetro, já o teste com maior massa de adsorvente resultou em um aumento significativo da acidez e tendo em vista o mesmo tempo de contato, este fato pode ser explicado pela permuta dos íons  $Al^{3+}$  para a solução. Pelo processo de troca iônica, e como é observado uma maior massa resulta no aumento da concentração de íons alumínio na solução. Visto que o pH continua decaindo para cada teste.

Os resultados para a concentração de nitrato, nitrogênio e fósforo total comportando-se em ciclos opostos, com diminuição para as concentrações do teste com massa de 300 e 400 mg, percebe-se a diminuição da medida de nitrato e nitrogênio total para o teste com 200 mg de HT, entretanto, pode-se ver a concentração de fósforo total aumentando após o teste de adsorção e observa-se que o valor obtido é maior que o resultado da caracterização da amostra, com isso duas hipóteses foram levantadas para este resultado, provavelmente, a contaminação da amostra durante os procedimentos analíticos ou neste tempo está ocorrendo o processo de dessorção destes íons já que estas são as únicas formas pra o aumento do parâmetro.

O processo de adsorção é evidenciado pela diminuição significativa da concentração de óleos e graxas e de carbono orgânico total para os testes, os resultados obtidos, para a parâmetro de óleos e graxas dão indícios que com uma maior quantidade de adsorvente maior foi a diminuição para este parâmetro, fazendo um comparativo dos resultados com o mesmo tempo de contato para os mesmo é possível observar a diminuição a medida que a massa de adsorvente aumenta, este fato não é evidenciado para a concentração de carbono orgânico total, mas é possível perceber a diminuição do parâmetro após os testes evidenciado a adsorção eficiente da HT.

## 5.8 ANALISE DE RESULTADOS

Analisando os resultados obtidos é possível observar que houve aumento e diminuição para os parâmetros físico-químicos analisados nos testes realizados, a

condição de otimização de 300mg de massa de adsorvente para um tempo de contato de 4h apresentou melhores resultados na diminuição da concentração de poluentes após os testes de adsorção, além da questão custo benéfico (menor massa para um menor tempo) pensando neste processo em escala industrial.

Observa-se que mesmo após o tratamento o efluente ainda apresentou alguns índices que não estão em conformidade com as resoluções CONAMA, entretanto, observa-se que a HT foi eficiente na diminuição da concentração de óleo e graxas, carbono orgânico total, nitrato, nitrogênio e fósforo total e este resultado é excelente pois estes parâmetros são frequentemente associados a poluição causada pelas indústrias de laticínios.

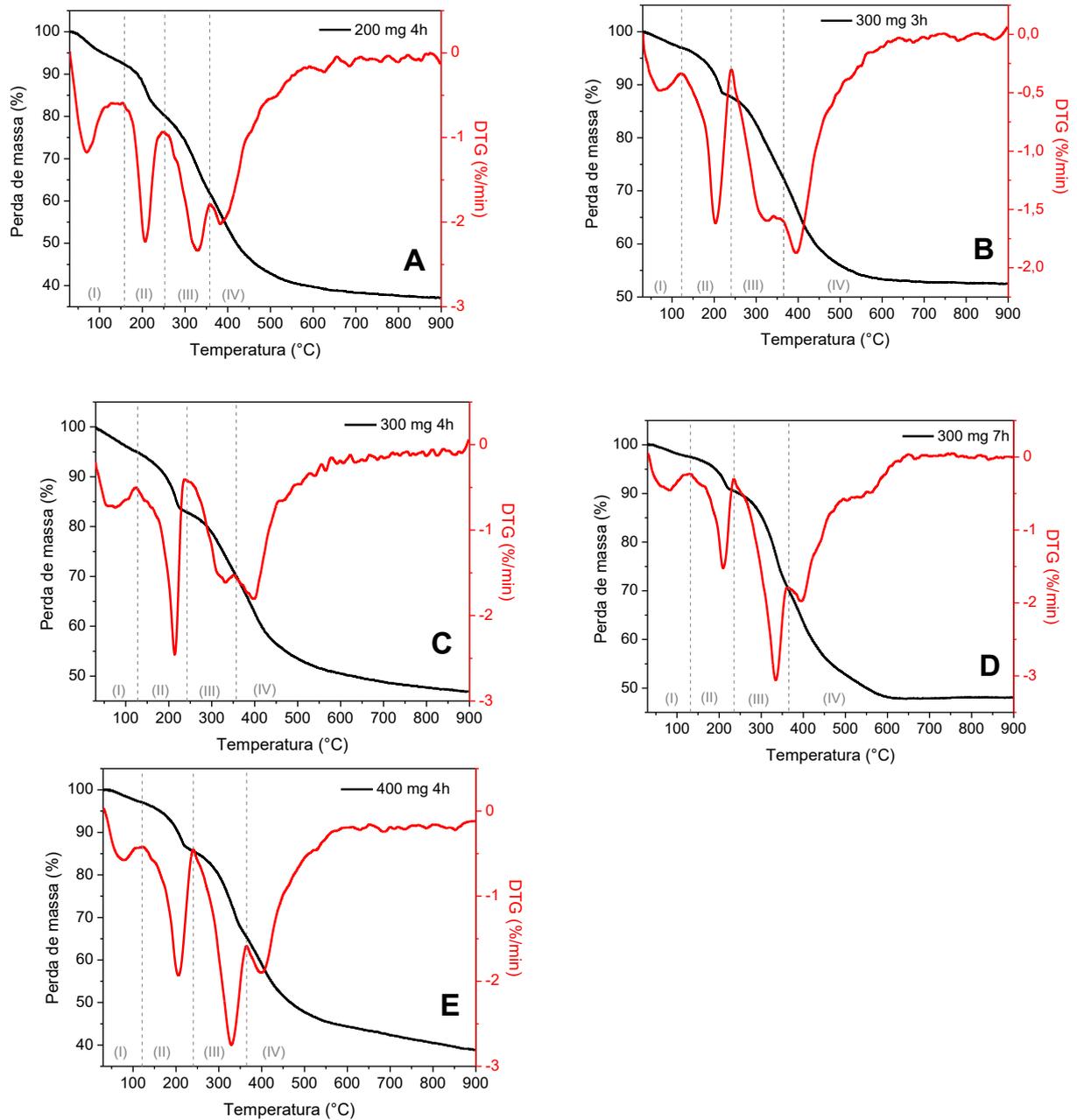
As curvas de TG/DTG obtidas para cada teste de adsorção podem ser visualizadas na Figura13. Pode-se observar que perfil de perda de massa da amostra de HT após os testes de adsorção permanece mesmo de antes de sua recuperação, este perfil é observado para todas as amostras, atestando que o material não foi destruído permanecendo o mesmo. De acordo com a tabela 7, observa-se que houve um aumento significativo na segunda perda de massa para todos os compostos recuperados para uma faixa de temperatura em torno de (126°C) para o material de partida essa perda de massa foi de 2,4% já para o material recuperado essa perda de massa foi de 12% essa diferença do aumento de perda de massa é referente ao material, e provavelmente, equivale ao material adsorvido podendo ser proteínas e ou lipídios cabe ressaltar que todos esses resultados são semelhantes a aos encontrados na literatura (HENRIQUES, 2018).

**Tabela 7.** Segundo evento térmico, e perdas de massa da HT pura e amostras recuperadas.

<b>Amostras</b>	<b>pm (%)</b>	<b>T(C°)</b>
HT PURA	2,4	70 - 126
200 mg 4h	12	159-251
300 mg 3h	10	123-241
300 mg 4h	12	128-243
300 mg 7h	7	133-236
400 mg 4h	12	121-241

**Fonte:** Autoria própria.

**Figura 13.** Curvas de (TG/DTG) para as amostras dos testes de adsorção. A) 200 mg 4h. B) 300 mg 3h C) 300 mg 4h D) 300 mg 7h E) 400 mg 4h.



Fonte: Autoria própria.

## 6. CONCLUSÃO

Por meio dos resultados obtidos através das técnicas de caracterização da argila, tal como, os parâmetros avaliados no soro do leite, e as condições de otimização dos testes de adsorção pode-se concluir que:

- A hidrotalcita sintetizada pelo método de co-precipitação a pH variável apresenta-se como um material puramente monofásico, os resultados do DRX mostram um composto cristalino com picos bem definidos e valor considerável para os parâmetros de célula unitária similares aos encontrados na literatura.
- A composição química do composto obtida por FRX mostra um valor discrepante em relação a razão teórica proposta para Hidrotalcita frente a ao valor da razão real obtida na síntese. No entanto, nenhum outro átomo diferente foi constatado atestando a qualidade dos percussores utilizados.
- As análises termogravimétricas mostram que o material apresenta uma boa estabilidade térmica, típica para esse tipo de material. As curvas de TG/DTA indicam perdas de massa características, o primeiro e segundo evento é atribuído a perda de água superficial e interlamelar, o terceiro e quarto evento estão relacionados a decomposição dos grupos Hidroxilas presentes na lamela e do carbonato na região interlamelar o quinto e último evento é atribuído a formação de óxidos de magnésio e/ou alumínio.
- A espectroscopia no infravermelho mostrou a presença dos grupos funcionais na estrutura do material, a análise mostrou bandas vibracionais referentes ao grupo  $\text{OH}^-$ , a moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$ , ao grupo  $\text{CO}_3^{2-}$  e as ligações  $\text{M-O}$  e  $\text{O-M-O}$ .
- A análise de MEV apresentam agregado de partículas com diferentes tamanhos, morfologia e superfície irregular.

- Os parâmetros físico-químicos do soro do leite puro foram ótimos com êxito por intermédio das análises realizadas, verifica-se o auto teor de material orgânica no efluente como descrito na literatura.
- Com relação a aplicação do material na adsorção dos poluentes presentes no efluente é possível inferir que a argila utilizada se mostrou eficiente no que diz respeito a imunização de contaminantes presentes no soro do leite, pois apresentou uma diminuição significativa dos parâmetros físico-químicos analisados.
- Todos os testes apresentaram diminuição índices avaliados, mas cabe ressaltar que a condição de otimização de 300 mg de material adsorvente para um tempo de contato de 4h se mostrou mais eficiente com decaimento da concentração para a maioria dos parâmetros avaliados, exceto a acidez e dureza, esta condição também se mostrou satisfatória na questão custo benefício apresentando-se como uma rota mais econômica de aplicação.
- O sólido (adsorvente/adsorvato) foi recuperado para os testes de adsorção e as técnicas de TG/DTG indicam, provavelmente, que houve recuperação de material adsorvido, mediante o aumento significativo na segunda perda de massa para todos os compostos recuperados. no entanto, se faz necessário outros estudos para atestar se este material adsorvido corresponde a proteínas e ou lipídeos presentes no efluente.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, V. V.; CANESIN, E. A.; SUZUKI, R. M.; PALIOTO, G. F. Análise qualitativa de proteínas em alimentos por meio de reação de complexação do íon cúprico. **Revista Química Nova na Escola**, v. 35, n.1, p. 34-40, 2013.

ANTUNES, A. J. **Funcionalidade de proteínas do soro de leite bovino**. São Paulo: Ed; Manole, 2003.

ANUAR, M. R., ABDULLAH, A. Z. Ultrasound-assisted biodiesel production from waste cooking oil using hydrotalcite prepared by combustion method as catalyst. **Applied Catalysis A: General**, v. 514, p.214–223, 2016.

ARAÚJO, T. B. D. **Reaproveitamento do permeado do soro do leite**. 41p. monografia (Bacharelado em engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2018.

BACCAN, N.; ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J.S. **Química analítica quantitativa elementar**. 3ª Edição, Editora Edgard Blucher, 2001.

BENÍCIO, L. P. F. **Hidróxidos duplos lamelares como matrizes hospediras de fosfato e como fonte de fósforo para plantas**. 132f. Tese (Doutorado em solos e nutrição de plantas). Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2016.

BERTELLA, Francine. **Síntese e caracterização de argilas pilarizadas com pilares mistos Al/Co**. 2014. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

BEZERRA, Breno Gustavo Porfirio. **Material compósito a base de HDL e zeolita a para remoção simultânea de ânions e cátions em efluentes da indústria de petróleo**. 2019. 133p. Tese (Doutorado em Química) – Programa de pós-graduação em Química (PPGQ), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.

BEZERRA, Eriklys Darlan Gomes. **Síntese e caracterização de hidróxidos duplos lamelares do sistema Mg-Al-NO<sup>3</sup>**. 2018. 25f. Monografia (Licenciatura em Química) – Universidade de Campina Grande, Cajazeiras, 2018.

BIEGER, A.; RINALDI, R. N. Reflexos do reaproveitamento de soro de leite na cadeia produtiva de leite do oeste do Paraná. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMINISTRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL, 47, 2009, Porto Alegre. **Anais do Congresso da Sociedade Brasileira de Economia, Administração e Sociologia Rural**. Florianópolis, 2009.

BRASIL, **Resolução CONAMA- Conselho Nacional do Meio Ambiente nº 430**. Dispõe sobre classificação de corpos d'água e estabelece as condições e padrões para lançamento de efluentes, e dá outras providências. 2011.

BRASIL, **Resolução CONAMA- Conselho Nacional do Meio Ambiente nº 430**. Dispõe sobre classificação de corpos d'água e estabelece as condições e padrões para lançamento de efluentes, e dá outras providências. 2011.

CARDI, L. Intumescimento filamentoso no processo de lodos ativados aplicados ao tratamento de soro de queijo: caracterização e uso de flocculantes para melhorar a sedimentabilidade. **Engenharia Ambiental**, v.4, n.2, p.26-37, 2007.

CARDOSO, Lucelena Patricio. **Estudo de remoção de compostos orgânicos derivados da produção de poliéster presente em efluentes industriais, por meio de sorção em hidróxidos duplos lamelares do Sistema Mg-Al-CO<sub>3</sub>**. 2002. 89 p. Dissertação (Mestrado em química) - Faculdade de filosofia, Ciências e letras de ribeirão preto, Ribeirão preto, 2002.

CARDOSO, P. L.; VALIM, J. B. Estudo da remoção de ácidos por Mg-Al-CO<sub>3</sub>-LDH calcinado. **Journal of physics and chemistry of solid**, v. 67, p. 987-993, 2006.

CARLINO, S. Education in Chemistry, n. 34, v.5, pág. 135, 1997.

CARVALHO, Kaline A.; TEXEIRA, J.D.S.; GUEDES, J. M.; SANTOS, A. P.B.D.; SANTOS, A.G.D.; CALDEIRA, V.P.D.S.; SOUZA, L.D. Aplicação de hidrotalcita (MgAl-CO<sub>3</sub>) in: **XII ENCAT**, Belém do Pará, 2018.

CARVALHO, Kaline Amorim. **Síntese, caracterização e aplicação do híbrido hidrotalcita/hidroxiapatita na adsorção de metais**. 2019. 145p. Dissertação (mestrado em tecnologia ambiental) - Programa de Pós-Graduação em Ciências Naturais (PPGCN), Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, Mossoró, 2019.

CAVANI, F.; TRIFIRÒ, F.; VACCARI, A. Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications. **Catalysis Today**, [s.l.], v. 11, n. 2, p.173-301, dez. 1991.

CHAGAS, L. H.; FARIAS, S. B. P. de; LEITÃO, A. A.; DINIZ, R.; CHIARO, S. S. X.; SPEZIALI, N.L.; ABREU, H.A. DE; MUSSEL, W.N. Comparação estrutural entre amostras de materiais tipo hidrotalcita obtidas a partir de diferentes rotas de síntese. **Química Nova**. v. 35, n. 6, p. 1112-1117. 2012.

CHAVES, K. F.; CALLEGARO, E. D.; SILVA, V. R. O. Utilização do soro de leite nas indústrias de laticínios da região de Rio Pomba-MG. In: CONGRESSO NACIONAL DE LATICÍNIOS, 27, 2010, Juiz de Fora. **Anais do Congresso Nacional de Laticínios**. Juiz de Fora: EPAMIG/ ILCT, 2010.

CIPOLLI, Flávia de Almeida. **Preparação e caracterização de catalisadores baseados em hidrotalcitas oligovanadatos pilarizadas**. 2012. 131 p. Dissertação (Pós-graduação em engenharia Química) - Universidade de São Paulo, Loreana, 2012.

CONCEIÇÃO, L. e PERGUER, S.B.C. compósitos magnéticos baseados em hidrotalcitas para a remoção de contaminantes aniônicos em água. **Quim. Nova**, Vol. 30, No. 5, 1077-1081, 2007.

CREPALDI, E., VALIM, J., Hidróxidos duplos lamelares: síntese, estrutura, propriedades e aplicações. **Química Nova**, v. 21, n.3, p. 300-311, 1998.

CREPALDI, E.; PAVAN, P.C.; VALIM, J. **Journal of materials chemistry**, 10, 1337-1343, 2000.

CUNHA, V.R.R.; FERREIRA, A.M.C.; CONSTANTINO, V.R.L.; TRONTO, J.; VALIM, J.B. Hidróxidos duplos lamelares: nanopartículas inorgânicas para armazenamento e liberação de espécies de interesse biológico e terapêutico. **Química Nova**, v. 33, n. 1, p. 159- 171, 2010.

DANTAS, Taisa Cristine de Moura. **Hidróxidos duplo lamelares de magnésio e alumínio modificados com carbonato P123 para adsorção de dióxido de carbono** 106f. Dissertação (Mestrado em Química) – Programa de Pós-graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.

DAVILA, V.; LIMA, E.; BULBULIAN, S.; BOSCH, P. Mixed Mg (Al) O oxides synthesized by combustion meyhod and their recrystallization hydrotalcites. **Microporous and Mesoporous materiales**, v. 107, n. 3, p 240-246, 2008.

EFFTING, Luciane. **Síntese, caraterização e avaliação do adsorvente HDL-Mg/Al Magnético na remoção de arsênio (V) de água**. 2017. 59 p. Monografia (Licenciatura em Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, 2017.

FARIAS, Stephane Bandeira Pedro de. **Sintese, caraterização e avaliação do grau de cristalinidade de compost do tipo Hidrotalcita**. 2011. 160p Dissertação (mestrado em Química) – Programa de pos graduação em Química, Universidade federal de juiz de fora, Juiz de Fora, 2011.

FOEGEDING, E. A. et al. Advances in modifying and understanding whey protein functionality. **Trends in Food Science and Technology**, v. 13, p. 151-159. 2002.

GEORGETTI, Fernando. **Síntese de composto tipo Hidrotalcita Ni/Mg/Al e Co/Mg/Al como percusores na formação de óxidos e mistos e suas aplicações na reforma a vapor do acetol**. 2018. 69 p. Dissertação (Mestrado em química) – Pós-graduação em físico-química Universidade de São Paulo, São Carlos, 2018.

GIRALDO-ZUÑIGA, A. D. Tecnologias aplicadas ao processamento do soro de queijo. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 59, n. 340, p. 53-66, 2004.

GUIMARÃES, P. M. R., TEIXEIRA, J. A.; DOMINGUES, L. Fermentation of lactose to bio-ethanol by yeasts as part of integrated solutions for the v alorisation of cheese whey. **Biotechnology Advances**, v. 28, n. 3, p. 375- 384, 2010.

HARAGUCHI, F. K.; ABREU, W. C.; PAULA, H. De. Proteínas do soro do leite: composição, propriedades nutricionais, aplicações no esporte e benefícios para a saúde humana. **Revista de Nutrição**, v.19, n.4, p.44-51, 2006.

HARRIS, D. C. **Análise química quantitativa**. 8ª Edição. Rio de janeiro: LTC, 2012.

HENRIQUES, Isabelly Paula de Sousa Azevedo. **Caracterização térmica de soro de leite caprino e bovino através de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e análises termogravimétricas (TGA)**. 2018. 108p Dissertação (Mestrado em engenharia Química) - Programa de pós-graduação em engenharia Química (PPGEQ), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2018.

HERNÁNDEZ, L.B.; RECIO, I.; AMIGO, L.  $\beta$ -lactoglobulin as Source of Bioactive Peptides. **Journal Amino Acids**, v. 35, n. 2, p. 257-265, 2008.

HORA, Paulo Henrique Almeida da. **Síntese, caraterização, propriedades e aplicação dos sistemas Mg-Al, Zn-Al e Mg-Fe**. 2014. 138 p. Dissertação (Mestrado em química) pós-graduação em Química - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

- HUFFMAN, L.M. Processing whey protein for use as a food ingredient. *Food Technology Journal*, Feb, 1996.
- LEITE, M.T.; BARROZO, M.A.D.S.; RIBEIRO, E.J. (2012) Canonical analysis technique as an approach to determine optimal conditions for lactic acid production by *Lactobacillus helveticus* ATCC 15009. *International Journal of Chemical Engineering*, v. 2012, p. 1-9.
- MIOTTO, Naiara. **Hidrotalcita hidrofóbica e magnética aplicada no tratamento de efluentes oleosos**. 86f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Curso Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.
- MIZUBUTI, I. Y. Soro de Leite: Composição, processamento e utilização na alimentação. **Semina Ciências Agrárias**, v.15, n.1, p.80- 94, 1994.
- MOREIRA, A.; SILVA, A.; ANTUNES, M. Soro de leite: de resíduo a alimento. **Alimentos e Nutrição**, v. 4, p. 32-35, 2000.
- MOREIRA, Mayla Cristina Silva Costa. **Utilização do soro de leite com amêndoa baru, análise sensorial e físico-química**. 2018. 33f. Monografia (bacharelado em ciências e tecnologia de alimentos) – instituto federal de educação, ciências e tecnologia de Goiás, inhumas, 2018.
- MOSQUIM, M. C. A. C.; FURTADO, M. M.; MONTEIRO, R. R.; MAGALHÃES, G.; Development of soft drinks, **Revista do Instituto de Laticínio “Candido Tostes”**, v. 54, p. 164-175, 1999.
- NASCIMENTO, R.F. et al. **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais**. Fortaleza: imprensa universitária, 2014.
- NEWMAN, S. P., JONES, W. Synthesis, characterization and applications of layered double hydroxides containing organic guests. **New J. Chem.**, v. 22, n. 2, p. 105-115, 1998.
- OLIVEIRA, Débora F. De; BRAVO, Claudia E. C; TONIAL, Ivane B. SORO DE LEITE:UM SOBPRODUTO VALIOSO. **Rev. Inst. Latic. “Candido tostes”**, v 67, n. 385, p. 64 – 71, Mar/Abr. 2012.
- PARK, S., KWON, D., KANG, J. Y., & JUNG, J. C. Influence of the preparation method on the catalytic activity of Mg–Al hydrotalcites as solid base catalysts. **Green Energy & Environment**. 2018.
- PEDROTTI, W. **Hidrotalcitas de Ni-Mg-Al como precursores de catalisadores para produção de gás de síntese a partir do biogás**. 125f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.
- PERGHER, S. B. C.; DETONI, C.; MIGNONI, M. L. **Materiais Laminares Pilarizados preparação, caracterização, propriedades e aplicações**. Edifapes, 2005.
- PRAZERES, A. R.; CARVALHO, F; RIVAS, J. Cheese whey management: A review. **Journal of Environmental Management**, v. 110, p. 48-68, 15 nov. 2012
- REICHLE, W. T. Catalytic reactions by thermally activated, synthetic, anionic clay minerals. **Journal of catalysis**, v. 94, ed. 2, p. 547-557. 1985.

REIS, M. J. **Síntese e caracterização de hidróxidos duplos lamelares preparados na presença de polímeros orgânicos ou com macromoléculas intercaladas**. 111f. Tese (Doutorado em Química), Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2009.

REIS, MÁRCIO. J. **Estudo da adsorção de tensoativos aniônicos sulfonados em hidróxidos duplos lamelares**. 101f. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto. 2004.

RIVERA, J. A.; FETTER, G.; BANOS, L.; GUZMAN, J.; BOSCH, P. New hydroxyapatite–hydroxalcite composites I. synthesis. **J Porous Mater**, v. 16, p. 401-408, 2009.

RODRIGUES, J. C. **Síntese, caracterização e aplicação de argilas aniônicas do tipo hidrotalcita**. 112f. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

ROHLFES, A.L.B. et al. Indústrias lácteas: alternativas de aproveitamento do soro de leite como forma de gestão ambiental. **TECNO-LÓGICA**, v.15, n.2, p.79- 83, 2011.

ROSA, Luíza Osorio Lopes da. **Obtenção de peptídeos bioativos a partir de proteínas de soro de leite**. 2015. 125p Dissertação (mestrado em ciência dos alimentos) – Programa de pós-graduação em ciência dos alimentos (IQ/UFRJ), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

ROSSI, Thiago Marconcini. **Captura de CO<sub>2</sub> utilizando Hidrotalcitas como adsorventes**. 2015. 144 p. Dissertação (Mestrado em química) – Pós-graduação em tecnologia de processos químicos e bioquímicos, Universidade federal do Rio de Janeiro, Rio Janeiro, 2015.

SANFILIPPO, D.; Catalysis: Through cultural synergism to the target. **Catalysis Today**, v. 34, p. 261-267, 1997.

SANTANA, R.S., COSTA, S.A., ABREU, C.A.M., ALBUQUERQUE, S.S.M.C. Separação das proteínas do soro de queijo por adsorção utilizando hidroxiapatita e carvão ativado como adsorventes. **Revista de Laticínios “Cândido Tostes”**. v.60, n.345, p. 239 - 242, 2005.

SANTOS, Francisco Furtado dos. **Determinação de fosforo por espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado em matrizes contendo metais alcalinos e alcalinos terrosos**. 2008. 80f. Dissertação (Mestrado em química inorgânica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2008.

SANTOS, S. S., CORRÊA, J. A. M. Synthesis of layered double hydroxides of the Cu, Zn, Al-CO<sub>3</sub> system: morphological and structural properties and thermal behavior). **Cerâmica**, v. 57, p. 274-280, 2011.

SERPA, L. **Concentração de proteínas de soro de queijo por evaporação a vácuo e ultrafiltração**. 79 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2005.

SGARBIERI, V.C., Revisão: Propriedades estruturais e físico-químicas das proteínas do leite. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.8, n.1, p. 43-56, jan./mar., 2005.

SGARBIERI, V.C.; PACHECO, M.T.B., Revisão: Alimentos funcionais fisiológicos. **Brazilian Journal of Food Technology**, 2 (12), p. 7-19, Campinas, São Paulo, 1999.

SILVA, Arthur César Mendes da. **Avaliação de técnicas na determinação de contaminantes orgânicos em cascalho de perfuração**. 2018. 67f. Monografia (bacharelado em engenharia Química) – Universidade federal do Rio grande do Norte, Natal, 2018.

SILVA, M. E. C.; PACHECO, M. T. B.; ANTUNES, A. E. C. Estudo da viabilidade tecnológica da aplicação de coacervado de soro de leite com carboximetil celulose em iogurte probiótico. **Brazilian Journal Food Technology**, v.13, n.1, p.30-37, 2010.

SILVA, S.S. **Análise dos processos de flotação e oxidação avançada para o tratamento de efluente modelo da indústria do petróleo**. 100f. Dissertação (Mestrado em engenharia química) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

SILVAIRA, P.R.; ABREU, L.R. Rendimento e composição físico-química do queijo prato elaborado com leite pasteurizado pelo sistema HTST e injeção direta de vapor. **Ciências agrotécnicas**, v.27, n.6, p.1340-1347, 2003.

SINHA, R.; RADHA, C.; PRAKASH, J.; KAUL, P. Whey protein hydrolysate: Functional properties, nutritional quality and utilization in beverage formulation. **Food Chem.**, v. 101, p. 1501-1508, 2007.

SISO, M. I. G. The biotechnological utilization of cheese whey: a review. **Bioresource Technology**, v. 57, p. 1-11, 1996.

SKOOG, D. A; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de química analítica**. 8ª Edição, Editora Thomson, 2006.

SOUZA, R. L.; BRAGA, R. D. A.; LUCENA, D. V. D.; GADELHA, A. J. F. ROCHA, C.O.D. **Estudos da água produzida através dos parâmetros TOG, Condutividade, pH, Turbidez e salinidade**. Anais I CONAPESC, Campina grande: realize editora, 2016.

TEIXEIRA, T. P. F. **Avaliação da eficiência do uso de hidrotalcitas calcinadas na remoção de azo corantes aniônicos presentes em efluentes de indústria têxtil**. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental), Programa de Pós-graduação em Engenharia Ambiental, Universidade Federal

TOLEDO, T. V. **Remoção de Cr (IV) de soluções aquosas por adsorção em hidróxidos duplos lamelares e em quitosana quimicamente modificada e sua aplicação no tratamento de efluente de galvanoplastia**. 183f. Tese (Doctor Scientiae) – Pós-Graduação em Agroquímica, Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais, 2014.

TRONTO, Jairo. **Síntese, caracterização e estudo das propriedades de hidroxidos duplos lamelares intercalados com polímeros condutores**. 242 p. Tese (Doutorado em Química) - Faculdade de filosofia, Ciências e letras de ribeirão preto, Ribeirão preto, 2006.

VACCARI, A. Preparation and catalytic propeties of cationic and anionic clays. **Catalysis today**, v.41, n.1-3, p.53-7, 1998.

WANG, J.; ZHOU, J.; LI, Z.; LIU, Q.; YANG, P.; JING, X.; ZHANG, M. Design of magnetic and fluorescent Mg–Al layered double hydroxides by introducing Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

nanoparticles and  $\text{Eu}^{3+}$  ions for intercalation of glycine. **Materials Research Bulletin**, v. 45, p. 640– 645, 2010.

YOSHIDA, C.M.P.; ANTUNES, A. J. Aplicação de filmes à base de soro de leite. **Ciência e tecnologia de alimentos**, v.29, n.2, p.420-430, 2009.