

# RESSALVA

Atendendo solicitação da autora, o texto completo desta dissertação será disponibilizado somente a partir de 23/06/2023.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA  
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"  
Câmpus de São José do Rio Preto

Giovana Mello Galvani

**Estudo do impacto da temperatura de calcinação nas propriedades  
adsortivas de nanofolhas de óxido de níquel**

São José do Rio Preto  
2021

Giovana Mello Galvani

**Estudo do impacto da temperatura de calcinação nas propriedades  
adsorptivas de nanofolhas de óxido de níquel**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Química, junto ao Programa de Pós-Graduação em Química, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto.

Financiadora: CAPES

Orientador: Prof. Dr. Diogo Paschoalini Volanti

São José do Rio Preto  
2021

G182e

Galvani, Giovana Mello

Estudo do impacto da temperatura de calcinação nas propriedades adsorptivas de nanofolhas de óxido de níquel / Giovana Mello Galvani.

-- São José do Rio Preto, 2021

107 f. : il., tabs.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto

Orientador: Diogo Paschoalini Volanti

1. Química. 2. Adsorção. 3. Corantes. 4. Materiais nanoestruturados. 5. Níquel. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca do Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Giovana Mello Galvani

**Estudo do impacto da temperatura de calcinação nas propriedades  
adsorptivas de nanofolhas de óxido de níquel**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Química, junto ao Programa de Pós-Graduação em Química, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto.

Financiadora: CAPES

Comissão Examinadora

Prof. Dr. Diogo Paschoalini Volanti  
UNESP – Campus de São José do Rio Preto  
Orientador

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Vera Aparecida de Oliveira Tiera  
UNESP – Campus de São José do Rio Preto

Prof. Dr. Fauze Ahmad Aouada  
UNESP – Campus de Ilha Solteira

São José do Rio Preto  
23 de junho 2021

## AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente aos meus pais, Adriana e Ricardo, por todo apoio, zelo, cuidado e confiança desde o início e em todos os momentos. De maneira especial, agradeço ao Renan pelo companheirismo durante todas as etapas desta caminhada, por todo amor, motivação e parceria que tornaram este e tantos outros sonhos, possíveis.

Agradeço ao meu Orientador, Prof. Dr. Diogo Paschoalini Volanti pelos ensinamentos, construção de ideias, oportunidade da realização deste trabalho e por toda confiança e apoio nos meus objetivos.

A todos os colegas de laboratório, especialmente à Taís, os quais me auxiliaram em todas as etapas de pesquisa, e também pelas amizades formadas e as que foram fortalecidas.

Agradeço à Instituição UNESP-IBILCE por toda a estrutura disponibilizada.

Ao Laboratório de Materiais para Sustentabilidade (LabMatSus), DQCA-IBILCE-UNESP.

Ao Laboratório de Biomateriais e Nanotecnologia (LBN) por todos os equipamentos cedidos e toda a disponibilidade de seus membros em ajudar.

Ao Laboratório de Sucroquímica e Química Analítica (LSQA), DQCA-IBILCE-UNESP pelas análises de FTIR e DRX.

À Profa. Dra. Elaine Cristina Paris, ao Dr. João Otávio O. D. Malafatti e à EMBRAPA Instrumentação pelas análises de BET e potencial zeta.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001 à qual agradeço.

## RESUMO

Corantes sintéticos são compostos químicos largamente utilizados nos processos industriais e, devido sua toxicidade, seu correto manejo no tratamento de águas residuais é necessário. A adsorção é uma técnica altamente eficaz para remoção de uma ampla gama de poluentes, porém, sua aplicação é dependente das características dos materiais adsorventes utilizados. Nessa perspectiva, o presente trabalho teve como objetivo a avaliação do efeito de diferentes temperaturas de calcinação nas propriedades adsorptivas de nanofolhas de óxido de níquel (II) (NiO) frente ao azo-corante aniônico Vermelho Congo. As nanofolhas de hidróxido de níquel (II) (Ni(OH)<sub>2</sub>) foram sintetizadas via método solvotérmico assistido por micro-ondas e para obtenção dos óxidos cada amostra foi calcinada por 2 horas na temperatura de 300-600 °C com intervalos de 50 °C. Os materiais foram caracterizados por difratometria de raios X, análise termogravimétrica, microscopia eletrônica de varredura com canhão de emissão de campo, microscopia eletrônica de transmissão, espectroscopia de raios X por dispersão de energia, espectroscopia por refletância total atenuada no infravermelho com transformada de Fourier, análise de área superficial e porosidade e medida de potencial zeta. Os resultados de adsorção foram avaliados por meio de espectrofotometria Ultravioleta-Visível. Os testes de capacidade adsorptiva mostraram que o material NiO300 apresentou maior capacidade de adsorção do corante, que foi atribuída aos seus parâmetros de área e porosidade, e as variáveis de pH, temperatura, tempo de contato, concentração e dessorção foram testadas. Verificou-se que o pH 6 da solução e a temperatura de 35 °C eram mais eficazes para o processo e o teste cinético mostrou que há forte interação entre adsorvente e adsorbato, com o equilíbrio alcançado a partir dos 120 minutos, tal reação foi classificada como de Pseudo-segunda ordem. A isoterma de adsorção apresentou padrão favorável, que foi ajustada pelo modelo de Langmuir e a capacidade de adsorção máxima do NiO300 foi de 259,74 mg.g<sup>-1</sup> com 90% de remoção do corante. Os ensaios de dessorção mostraram que a eficiência do material pode ser recuperada em 50% e o processo adsorptivo foi atribuído a mecanismos físicos de interação predominantes. Dessa maneira, os materiais estudados indicam alto potencial para adsorção da espécie aniônica testada contribuindo para os avanços de remoção de compostos tóxicos nos tratamentos de águas residuais.

Palavras-chave: Adsorção. Óxido de níquel II. Método solvotérmico assistido por micro-ondas. Materiais bidimensionais 2D. Calcinação. Vermelho Congo.

## ABSTRACT

Synthetic dyes are chemical compounds widely used in industrial processes and, due to their toxicity, their correct handling in wastewater treatment is necessary. Adsorption is a highly effective technique for removing a wide range of pollutants. However, its application depends on the characteristics of the adsorbent materials used. In this perspective, this work aimed to evaluate the effect of different calcination temperatures on the adsorptive properties of nickel (II) oxide (NiO) nanosheets against Congo Red anionic azo-dye. Nickel (II) hydroxide (Ni(OH)<sub>2</sub>) nanosheets were synthesized via a microwave-assisted solvothermal method and to obtain the oxides, and each sample was calcined for 2 hours at a temperature of 300-600 °C with intervals of 50 °C. The materials were characterized by X-ray diffraction, thermogravimetry analysis, scanning electron microscopy with field emission gun, transmission electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, surface area and porosity analysis and zeta potential measurement. Adsorption results were evaluated by Visible-Ultraviolet spectrophotometry. The adsorptive capacity tests showed that the NiO300 material had higher dye adsorption capacity, which was attributed to its area and porosity parameters, and the pH, temperature, contact time, concentration and desorption variables were tested. It was found that the pH 6 of the solution and the temperature of 35 °C were more effective for the process and the kinetic test showed that there is a strong interaction between adsorbent and adsorbate, with the equilibrium reached after 120 minutes, this reaction was classified as of Pseudo-second order. The adsorption isotherm showed a favorable pattern, which was adjusted by the Langmuir model and the maximum adsorption capacity of NiO300 was 259.74 mg.g<sup>-1</sup> with 90% dye removal. The desorption tests showed that the material efficiency could be recovered by 50% and the adsorptive process was attributed to predominant physical interaction mechanisms. Thus, the studied materials indicate a high potential for adsorption of the tested anionic species, contributing to advances in removing toxic compounds in wastewater treatments.

Keywords: Adsorption. Nickel (II) oxide. Microwave-assisted solvothermal method. Two-dimensional materials 2D. Calcination; Congo Red.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estrutura da Benzidina subproduto do Vermelho Congo. ....	23
Figura 2. Reação de síntese para formação do corante sintético Vermelho Congo. ....	23
Figura 3. Espectro de absorção do corante Vermelho Congo. ....	25
Figura 4. Estruturas do Vermelho Congo em condição básica e ácida .....	25
Figura 5. Fração das diferentes espécies de Vermelho Congo em função do pH. ....	26
Figura 6. Crescimento anual de publicações em adsorção. ....	29
Figura 7. Comparação entre publicações para diferentes métodos de tratamento de água. ....	30
Figura 8. Esquema do processo de adsorção líquido-sólido.....	33
Figura 9. Classificação de isotermas IUPAC. ....	37
Figura 10. Classificação de isotermas segundo Guiles.....	38
Figura 11. Comparação entre a temperatura alcançada nos processos de síntese por método convencional e micro-ondas. ....	47
Figura 12. Comparação estrutural dos cristais polimorfos alfa e beta do hidróxido de níquel.	51
Figura 13. Modelo estrutural cúbico do cristal de NiO. ....	51
Figura 14. Esquema de síntese do método solvotérmico utilizado na fabricação dos nanoadsorventes de Ni(OH) <sub>2</sub> e NiO. ....	56
Figura 15. Esquema utilizado para realização dos testes de adsorção de Vermelho Congo com material adsorvente.....	58
Figura 16. Espectros de absorbância do corante Vermelho Congo nas concentrações de 1-50 mg.L <sup>-1</sup> . ....	59
Figura 17. Curva de calibração do corante Vermelho Congo. ....	60
Figura 18. Difrátogramas de raios X das nanofolhas de $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> .....	62
Figura 19. Difrátograma de raios-X das amostras de NiO calcinados de 300 °C - 600°C com intervalos de.....	63
Figura 20. Curva TG-DTG para a amostra de $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> em atmosfera de ar. ....	65
Figura 21. Imagens de MEV-FEG em duas magnificações das amostras de $\alpha$ - Ni(OH) <sub>2</sub> (a,b) e NiO300 (c,d), NiO400 (e,f), NiO500 (g,h) e NiO600 (i,j). ....	67
Figura 22. Espectroscopia de raios X por dispersão em energia das amostras de $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> e NiO nas diferentes temperaturas de calcinação. ....	68
Figura 23. Imagens de MET da amostra NiO300 (a) e (b) em diferentes magnificações. Imagens de MET-AR (c) e padrão SAED (d). ....	69

Figura 24. Medida de potencial zeta das amostras de $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> e NiO300 em pH de 4-12 e T = 25°C.....	70
Figura 25. Isoterma de adsorção-dessorção de nitrogênio e distribuição de tamanho de poro dos materiais $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> , NiO300, NiO400, NiO500, NiO600.....	73
Figura 26. Capacidade de adsorção de Vermelho Congo para todos os materiais sintetizados nas concentrações de 10-50 mg.L <sup>-1</sup> (T = 25 °C; pH 6).....	74
Figura 27. Capacidade de remoção do corante Vermelho Congo para todos os materiais sintetizados na concentração de 40 mg.L <sup>-1</sup> (T = 25 °C; pH 6).....	75
Figura 28. Efeito da alteração de pH na capacidade adsortiva do NiO300 (T = 25 °C).....	77
Figura 29. Efeito da temperatura no processo na adsorção de Vermelho Congo pelo NiO300 (pH 6).....	78
Figura 30. Gráfico da temperatura (K) <i>versus</i> . Energia livre de Gibbs do processo de adsorção de Vermelho Congo com o material NiO300.....	79
Figura 31. Efeito do tempo de contato na capacidade de adsorção do NiO300 frente ao corante Vermelho Congo (T = 35 °C; pH 6). ....	81
Figura 32. Modelo de equação geral de equilíbrio adsorção-dessorção.....	81
Figura 33. Taxa de remoção do corante Vermelho Congo em diferentes tempos de exposição ao adsorvente NiO300 (T = 35 °C; pH 6).....	82
Figura 34. Ajuste linear cinético nos modelos Pseudo-primeira ordem (a) e Pseudo-segunda ordem (b). ....	83
Figura 35. Capacidade de adsorção do NiO300 <i>versus</i> . concentração inicial do corante Vermelho Congo (T = 35 °C; pH 6). ....	85
Figura 36. Isoterma de equilíbrio da adsorção de Vermelho Congo em NiO300 (T = 35 °C; pH 6).....	86
Figura 37. Ajuste linear pelos modelos de isotermas de Langmuir e Freundlich. ....	87
Figura 38. Capacidade adsortiva do NiO300 e porcentagem de remoção de Vermelho Congo para cada ciclo de dessorção-recuperação (T = 25°C; pH 6).....	89
Figura 39. Espectros ATR-FTIR das amostras de Vermelho Congo, NiO300 puro e NiO300 pós-adsorção. ....	91
Figura 40. Mecanismo de preenchimento dos poros do NiO300 por moléculas de Vermelho Congo .....	93

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Classificação de corantes por grupos cromóforos. ....	19
Tabela 2. Classificação de corantes por natureza química, substrato, método de aplicação e exemplos. ....	20
Tabela 3. Azo-corantes, aplicações e efeitos adversos. ....	22
Tabela 4. Propriedades físico-químicas do corante Vermelho Congo .....	24
Tabela 5. Cronologia experimental da ciência de adsorção a partir de 1900. ....	27
Tabela 6. Classificação de nanoadsorventes. ....	43
Tabela 7. Tamanho de cristalito e grau de cristalinidade das amostras de $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> e NiO calcinado em diferentes temperaturas. ....	64
Tabela 8. Área de superfície e volume de poros dos materiais $\alpha$ -Ni(OH) <sub>2</sub> , NiO300, NiO400, NiO500, NiO600. ....	71
Tabela 9. Dados termodinâmicos obtidos da linearização do gráfico $\Delta G^\circ$ versus. T. ....	80
Tabela 10. Comparação de parâmetros obtidos nos modelos cinéticos teóricos PPO e PSO. .	84
Tabela 11. Tabela de comparação de parâmetros obtidos nas isotermas de Langmuir e Freundlich. ....	87
Tabela 12. Comparação de capacidade máxima de adsorção de Vermelho Congo de materiais à base de níquel com diferentes morfologias. ....	88

## LISTA DE ABREVIATURAS

**FTIR** - Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

**BET** - Análise de área superficial específica pelo método de Brunauer, Emmett e Teller

**DRX** - Difractometria de raios X

**EDS** - Espectroscopia por dispersão de energia

**MEV-FEG** - Microscopia eletrônica de varredura com canhão de emissão de campo

**MET** - Microscopia eletrônica de transmissão

**NiO** - óxido de níquel (II)

**Ni(OH)<sub>2</sub>** - hidróxido de níquel (II)

**PPO**- Pseudo-primeira ordem

**PSO** – Pseudo-segunda ordem

**q<sub>e</sub>** - adsorção máxima no equilíbrio

**R<sup>2</sup>** - Coeficiente de determinação

**SEQ** - Soma dos erros quadrados

**TG** - Análise termogravimétrica

**PZC** - Ponto carga zero

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
2.1 O impacto ambiental dos corantes orgânicos .....	17
2.2 Estrutura e classificação de corantes .....	18
2.2.1 Azo-corantes sintéticos.....	21
2.3 Corante Vermelho Congo.....	23
2.3.1 Métodos de remoção de Vermelho Congo das águas residuais .....	26
2.4 Adsorção.....	27
2.4.1 Contexto histórico de desenvolvimento do método .....	27
2.4.2 Metodologia de adsorção para tratamento de água .....	29
2.4.3 O processo de adsorção .....	31
2.5 Parâmetros que afetam o processo adsorptivo.....	33
2.5.1 Efeito do pH .....	33
2.5.2 Efeito da temperatura .....	34
2.5.3 Efeito da concentração inicial do corante.....	34
2.5.4 Tempo de contato .....	34
2.6 Avaliação dos processos de adsorção.....	34
2.6.1 Capacidade adsorptiva e porcentagem de remoção do contaminante .....	35
2.6.2 Modelos cinéticos de interpretação de dados .....	35
2.6.3 Isotermas de adsorção.....	37
2.6.4 Termodinâmica da adsorção.....	40
2.6.5 Recuperação e reutilização do material adsorvente.....	41
2.7 Materiais adsorventes no tratamento de águas residuais .....	42
2.8 Adsorventes em nanoescala para remoção de corantes.....	43
2.8.1 Óxidos metálicos como nanoadsorventes.....	44

2.8.2 Mecanismos de interação para adsorção de contaminantes em óxidos metálicos....	44
2.8.3 Propriedades de estrutura essenciais de nanoadsorventes .....	45
2.9 Adequação dos processos de síntese para fabricação de nanoadsorventes de óxidos metálicos e parâmetro de estrutura .....	46
2.9.1 Síntese assistida por micro-ondas.....	46
2.9.2 Materiais de morfologia 2D.....	48
2.9.3 Temperatura de calcinação .....	49
2.10 Materiais à base de níquel .....	49
2.10.1 Hidróxido de níquel (II).....	50
2.10.2 Óxido de níquel (II).....	51
2.10.3 Materiais de hidróxido e óxido de níquel para adsorção.....	52
3.OBJETIVOS.....	53
4.METODOLOGIA.....	54
4.1 Reagentes.....	54
4.2 Equipamentos .....	54
4.3 Síntese das nanofolhas de hidróxido de níquel.....	55
4.4 Obtenção do óxido de níquel em diferentes temperaturas de calcinação .....	55
4.5 Caracterização dos materiais .....	56
4.5.1 Difractometria de Raios X (DRX) .....	56
4.5.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)..	56
4.5.3 Análise Termogravimétrica (TG-DTG) .....	56
4.5.4 Microscopia Eletrônica de Varredura com Canhão de Emissão de Campo (MEV-FEG).....	57
4.5.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	57
4.5.6 Análise de área superficial.....	57
4.5.7 Medida de potencial zeta .....	57
4.6 Experimentos de adsorção .....	57
4.6.1 Parâmetros gerais .....	57

4.6.2	Preparo de solução estoque e curva de calibração.....	58
4.6.3	Capacidade máxima de adsorção dos materiais sintetizados e obtidos em diferentes temperaturas de calcinação .....	60
4.6.4	Influência do pH da solução .....	60
4.6.5	Capacidade adsortiva em função da temperatura de análise e estudos termodinâmicos .....	61
4.6.6	Capacidade adsortiva em função do tempo de contato e estudos cinéticos .....	61
4.6.7	Capacidade adsortiva em função da concentração inicial de corante e isoterma de adsorção.....	61
4.6.8	Ensaio de dessorção e recuperação do material .....	61
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	62
5.1	Caracterizações .....	62
5.1.1	Difratometria de raios X (DRX).....	62
5.1.2	Análise termogravimétrica (TG-DTG).....	64
5.1.3	Microscopia Eletrônica de Varredura com canhão de emissão de campo (MEV-FEG).....	66
5.1.4	Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).....	69
5.1.5	Análise de potencial zeta .....	70
5.1.6	Área superficial e porosidade .....	71
5.2	Experimentos de adsorção com os materiais sintetizados frente ao corante Vermelho Congo .....	74
5.2.1	Capacidade máxima de adsorção dos materiais sintetizados e obtidos em diferentes temperaturas de calcinação .....	74
5.2.2	Efeito do pH na adsorção do corante Vermelho Congo .....	76
5.2.3	Efeito da temperatura na capacidade de adsorção .....	78
5.2.4	Efeito do tempo de contato adsorbato-adsorvente e estudos cinéticos.....	80
5.2.5	Efeito da concentração inicial do corante.....	84
5.2.6	Dessorção e recuperação do material adsorvente NiO300 .....	89

5.2.7 Espectro na região do infravermelho do corante Vermelho Congo e do material NiO300 pré e pós adsorção. ....	90
5.2.8 Proposta de mecanismo de interação entre Vermelho Congo e NiO300 .....	92
6.CONCLUSÃO.....	94
REFERÊNCIAS .....	96



## 1. INTRODUÇÃO

A água é um recurso essencial para a manutenção da vida e desenvolvimento humano. As atividades industriais, como a têxtil, impactam diretamente na qualidade desse recurso, como um dos setores que mais consome e polui os corpos hídricos (LELLIS et al., 2019).

Os corantes têxteis largamente utilizados nesse ramo industrial atuam como agentes tóxicos, potencialmente mutagênicos e carcinogênicos quando despejados nos efluentes sem tratamento prévio, persistem como poluentes ambientais e se acumulam nas cadeias alimentares dos seres vivos através da biomagnificação, se tornando uma grande ameaça à saúde e ao equilíbrio do meio ambiente (BAYRAMOGLU; ALTINTAS; ARICA, 2009; VIKRANT et al., 2018; ZHU; CHEN; LOU, 2012).

Dentre os compostos mais prejudiciais, pode-se destacar o Vermelho Congo, um corante di-azo aniônico à base de benzidina que possui alta toxicidade ambiental e potencial de causar efeitos adversos no organismo, como o câncer. Apesar disso, é amplamente utilizado em alguns países até os dias atuais. Devido à complexa estrutura aromática, o composto citado é de difícil biodegradação, possuindo estabilidade físico-química, térmica e óptica (CHATTERJEE et al., 2009).

Portanto, há uma necessidade notável de desenvolvimento de processos e materiais que possam atuar na remoção dessas substâncias nocivas, como o Vermelho Congo, das águas residuais. Dentre as técnicas presentes na literatura, a adsorção é largamente citada, por sua simplicidade, alta eficiência e uma ampla gama de potenciais adsorventes (AFKHAMI; MOOSAVI, 2010). Além disso, em comparação com outras técnicas, a adsorção oferece várias vantagens na facilidade de desempenho e nenhuma geração de subprodutos prejudiciais durante o tratamento, podendo remover quase todos os tipos de poluentes, incluindo metais tóxicos, que não podem ser eliminados por outras técnicas, como a fotocatalise (UPADHYAY; SOIN; ROY, 2014).

Vários materiais foram propostos na literatura no contexto de adsorção de corantes, como carvão ativado (AL-DEGS et al., 2008), zeólitas (KARADAG et al., 2007), cinzas volantes (DOGAR et al., 2020), e polímeros (ZARE; MOTAHARI; SILLANPÄÄ, 2018). No entanto, a maioria dos adsorventes convencionais apresenta algumas desvantagens como: cinética lenta de adsorção, baixa capacidade adsortiva e baixa seletividade. Para esse efeito, materiais porosos como óxidos metálicos têm recebido atenção considerável, devido à possibilidade de modificações estruturais (ZHENG et al., 2017).

Os materiais em escala nanométrica, incluindo os óxidos, além de possuírem propriedades químicas e físicas promissoras para serem utilizados como adsorventes, permitem a modificação de parâmetros como morfologia, área superficial e porosidade, que impactam diretamente no resultado de suas aplicações (DAS et al., 2017; DONG et al., 2014).

Nessa perspectiva, o controle da temperatura de calcinação para formação de óxidos é crucial, uma vez que afeta diretamente parâmetros de cristalinidade, tamanho e composição de superfície, sendo necessária a estreita avaliação desse componente para fabricação de um bom material adsorvente (WANG et al., 2020a, 2020b).

Em termos de morfologia, destacam-se os nanomateriais bidimensionais, que estão sendo amplamente estudados para aplicações relacionadas à remoção de substâncias nocivas, como resultado da fabricação de estruturas ultrafinas que conferem uma superfície de adsorção altamente acessível (MA; SASAKI, 2010; ZHAO et al., 2019a). Uma alternativa ambientalmente amigável para a síntese de óxidos e outros nanomateriais de morfologia controlada é a utilização de métodos assistidos por micro-ondas, que podem produzir estruturas altamente porosas, possibilitando uma maior captação de componentes tóxicos (CHEN et al., 2011; HU et al., 2016; MAHDIZADEH; FARHADI; ZABARDASTI, 2017; YAN et al., 2019b).

Muitos óxidos de metal, como ZnO (ZAFAR et al., 2019),  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (SATHEESH et al., 2016), NiO (ABUKHADRA et al., 2019), CuO (DARWISH; RASHAD; AL-AOH, 2019) e SnO<sub>2</sub> (ABDELKADER; NADJIA; ROSE-NOËLLE, 2016), foram reportados no contexto de adsorção de corantes, dentre eles, o NiO recebe grande atenção devido à sua relativa facilidade de preparação, alta estabilidade química, baixo custo e baixa toxicidade ambiental (PHASUK et al., 2018; YAO et al., 2015). Além da atuação na remoção de corantes, o NiO exhibe excelente desempenho em vários campos como: sensor de gás (ZITO et al., 2018), eletrodos químicos de supercapacitores (XIAO et al., 2016) e fotocatalisadores (HAIDER et al., 2019).

Destacam-se também, os resultados de remoção de corantes obtidos de nanofolhas ultrafinas de óxido de níquel (II) (NiO) e seu precursor hidróxido de níquel (II) (Ni(OH)<sub>2</sub>), estrutura favorável, essencialmente para espécies aniônicas, devido às cargas superficiais positivas em solução (CHENG et al., 2011; DONG et al., 2014; HU et al., 2016; SABOURI et al., 2020; YAN et al., 2019b; ZHENG et al., 2021).

Dessa maneira, considerando toda a problemática ambiental dos corantes orgânicos e a possibilidade da obtenção de nanoadsorventes funcionais utilizando compostos níquel como uma alternativa alta performance, a proposta deste trabalho resume-se na síntese de

nanofolhas de  $\text{Ni(OH)}_2$  via método solvotérmico assistido por micro-ondas, obtenção NiO por meio da calcinação em diferentes temperaturas, caracterização das estruturas e avaliação do desempenho frente à remoção de Vermelho Congo de soluções aquosas pelo método de adsorção.

## 6. CONCLUSÃO

A metodologia de síntese solvotérmica assistida por micro-ondas foi efetiva na produção de nanofolhas de  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> e o método de calcinação em mufla foi eficaz na produção de nanoadsorventes de NiO com características de tamanho, grau de cristalinidade, porosidade e área superficial distintos, comprovados por meio dos dados de DRX, e análise adsorção-dessorção de nitrogênio. A confirmação de fase do  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> e NiO foi realizada por meio da técnica de DRX e a partir da análise térmica TG verificou-se o perfil de estabilidade térmica do  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> e conversão em NiO nas temperaturas propostas. A morfologia dos materiais foi analisada por meio das técnicas de MEV e MET que indicaram a morfologia de nanofolhas ultrafinas para as amostras de  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> e NiO300 bem como a alteração das estruturas ocorridas com a modificação da temperatura de calcinação, apresentando um engrossamento das folhas e alargamento de poros.

Os resultados iniciais dos testes de adsorção indicaram que a amostra NiO300 apresentou maior capacidade de adsorção e remoção de Vermelho Congo. Posteriormente, os testes de pH e temperatura com o material escolhido (NiO300), mostraram que o pH 6 e temperatura em 35 °C eram mais favoráveis ao processo adsorptivo e as condições foram aplicadas nos testes posteriores. A análise termodinâmica dos dados mostrou que a interação entre NiO300 e o corante Vermelho Congo era favorável e com predominância de fisissorção. A análise da cinética de adsorção mostrou uma alta afinidade entre as espécies e alta taxa de remoção com cerca de 80% do corante removido nos primeiros 30 minutos de contato e 120 minutos para alcance do equilíbrio. Os dados melhor se ajustaram ao modelo cinético de Pseudo-segunda ordem.

A isoterma de adsorção do NiO300 foi classificada como isoterma do tipo V e os dados se ajustaram melhor ao modelo matemático de Langmuir, indicando um processo em monocamadas de adsorção, com capacidade adsorptiva máxima de 259,74 mg.g<sup>-1</sup>. Além disso, a porcentagem máxima de remoção do corante foi de 90% para concentrações de 40 mg.L<sup>-1</sup>. Os testes de recuperação do material adsorvente indicaram uma dessorção parcial do corante.

Por fim, foi proposto que alguns mecanismos de adsorção podem ocorrer simultaneamente na interação entre as nanofolhas de NiO300 e o Vermelho Congo e que a interação física de preenchimento de poros ocorreu em maior proporção, uma vez que a área superficial e porosidade foram determinantes para os resultados de capacidade adsorptiva.

Conclui-se que a temperatura de calcinação impactou fortemente nos resultados de adsorção e que seu controle e adequação são de suma importância para um processo de síntese eficaz. A alta capacidade de adsorção para Vermelho Congo mostrou que o material

sintetizado NiO300 é um potencial adsorvente para a espécie aniônica testada, contribuindo para os estudos de novos adsorventes para remoção de contaminantes ambientais e colaborando com os avanços de tecnologias sustentáveis e de proteção dos recursos hídricos.

## REFERÊNCIAS

- ABDELKADER, E.; NADJIA, L.; ROSE-NOËLLE, V. Adsorption of Congo red azo dye on nanosized SnO<sub>2</sub> derived from sol-gel method. **International Journal of Industrial Chemistry**, v. 7, n. 1, p. 53–70, 2016.
- ABUKHADRA, M. R. et al. Surface decoration of diatomite by Ni/NiO nanoparticles as hybrid composite of enhanced adsorption properties for malachite green dye and hexavalent chromium. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 577, p. 583–593, 2019.
- AFKHAMI, A.; MOOSAVI, R. Adsorptive removal of Congo red, a carcinogenic textile dye, from aqueous solutions by maghemite nanoparticles. **Journal of Hazardous Materials**, v. 174, n. 1, p. 398–403, 2010.
- AI, L.; ZENG, Y. Hierarchical porous NiO architectures as highly recyclable adsorbents for effective removal of organic dye from aqueous solution. **Chemical Engineering Journal**, v. 215–216, p. 269–278, 2013.
- AL-GHOUTI, M. A.; DA'ANA, D. A. Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models: A review. **Journal of Hazardous Materials**, v. 393, p. 122383, 2020.
- AL-THABAITI, S. A. et al. Aggregation of Congo red with surfactants and Ag-nanoparticles in an aqueous solution. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 156, p. 28–35, 2016.
- ALI, H. Biodegradation of Synthetic Dyes—A Review. **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 213, n. 1, p. 251–273, 2010.
- ANANDHA BABU, G. et al. An investigation of flower shaped NiO nanostructures by microwave and hydrothermal route. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 25, n. 12, p. 5231–5240, 2014.
- ANBIA, M.; SALEHI, S. Removal of acid dyes from aqueous media by adsorption onto amino-functionalized nanoporous silica SBA-3. **Dyes and Pigments**, v. 94, n. 1, p. 1–9, 2012.
- APARECIDA, A.; CUSTODIO, C. Universidade Estadual Paulista “ Júlio de Mesquita Filho ” Faculdade de Ciências Farmacêuticas Universidade Estadual Paulista “ Júlio de Mesquita Filho ”. 2014.
- BABEL, S.; KURNIAWAN, T. A. Low-cost adsorbents for heavy metals uptake from contaminated water: a review. **Journal of Hazardous Materials**, v. 97, n. 1, p. 219–243, 2003.
- BAO, Y. et al. Facile fabrication of porous NiCo<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanosheets with high adsorption performance toward Congo red. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 124, p. 289–295, 2019.

BARCARO, G.; FORTUNELLI, A. 2D oxides on metal materials: concepts, status, and perspectives. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 21, n. 22, p. 11510–11536, 2019.

BAYRAMOGLU, G.; ALTINTAS, B.; ARICA, M. Y. Adsorption kinetics and thermodynamic parameters of cationic dyes from aqueous solutions by using a new strong cation-exchange resin. **Chemical Engineering Journal**, v. 152, n. 2, p. 339–346, 2009.

BULUT, Y.; AYDIN, H. A kinetics and thermodynamics study of methylene blue adsorption on wheat shells. **Desalination**, v. 194, n. 1, p. 259–267, 2006.

CAI, X. et al. Photocatalytic degradation properties of Ni(OH)<sub>2</sub> nanosheets/ZnO nanorods composites for azo dyes under visible-light irradiation. **Ceramics International**, v. 40, n. 1, Part A, p. 57–65, 2014.

CARVALHO, T. E. M. DE. Adsorção de corantes aniônicos de solução aquosa em cinza leve de carvão e zeólita de cinza leve de carvão. p. 107, 2010.

CHANNEGOWDA, M. Recent advances in environmentally benign hierarchical inorganic nano-adsorbents for the removal of poisonous metal ions in water: a review with mechanistic insight into toxicity and adsorption. **Nanoscale Advances**, 2020.

CHAPPUIS, P. Ueber die Wärmeerzeugung bei der Absorption der Gase durch feste Körper und Flüssigkeiten. **Annalen der Physik**, v. 255, n. 5, p. 21–38, 1883.

CHATTERJEE, S. et al. Enhanced adsorption of congo red from aqueous solutions by chitosan hydrogel beads impregnated with cetyl trimethyl ammonium bromide. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 11, p. 2803–2809, 2009.

CHEN, H. et al. Chestnut husk-like nickel cobaltite hollow microspheres for the adsorption of Congo red. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 735, p. 1041–1051, 2018.

CHEN, I.; LIN, S. Y.; SHIUE, D. W. Calcination of nickel/alumina catalysts. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 27, n. 6, p. 926–929, 1 jun. 1988.

CHEN, M. et al. Porous ZnO Polygonal Nanoflakes: Synthesis, Use in High-Sensitivity NO<sub>2</sub> Gas Sensor, and Proposed Mechanism of Gas Sensing. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 115, n. 26, p. 12763–12773, 7 jul. 2011.

CHEN, R.; YU, J.; XIAO, W. Hierarchically porous MnO<sub>2</sub> microspheres with enhanced adsorption performance. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 1, n. 38, p. 11682–11690, 2013.

CHENAB, K. K. et al. Water treatment: functional nanomaterials and applications from adsorption to photodegradation. **Materials Today Chemistry**, v. 16, p. 100262, 2020.

CHENG, B. et al. Synthesis of hierarchical Ni(OH)<sub>2</sub> and NiO nanosheets and their adsorption kinetics and isotherms to Congo red in water. **Journal of Hazardous Materials**, v. 185, n. 2, p. 889–897, 2011.

- CHOWDHURY, A. et al. Superadsorbent Ni–Co–S/SDS Nanocomposites for Ultrahigh Removal of Cationic, Anionic Organic Dyes and Toxic Metal Ions: Kinetics, Isotherm and Adsorption Mechanism. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 7, n. 4, p. 4165–4176, 18 fev. 2019.
- CRINI, G.; BADOT, P.-M. Application of chitosan, a natural aminopolysaccharide, for dye removal from aqueous solutions by adsorption processes using batch studies: A review of recent literature. **Progress in Polymer Science**, v. 33, n. 4, p. 399–447, 2008.
- DĄBROWSKI, A. DĄBROWSKI, A. Adsorption — from theory to practice. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 93, n. 1, p. 135–224, 2001. orption — from theory to practice. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 93, n. 1, p. 135–224, 2001.
- DARWISH, A. A. A.; RASHAD, M.; AL-AOH, H. A. Methyl orange adsorption comparison on nanoparticles: Isotherm, kinetics, and thermodynamic studies. **Dyes and Pigments**, v. 160, p. 563–571, 2019.
- DAS, R. et al. Recent advances in nanomaterials for water protection and monitoring. **Chemical Society Reviews**, v. 46, n. 22, p. 6946–7020, 2017.
- DECELLES, C. The story of dyes and dyeing. **Journal of Chemical Education**, v. 26, n. 11, p. 583, 1 nov. 1949.
- DERVIN, S.; DIONYSIOU, D. D.; PILLAI, S. C. 2D nanostructures for water purification: graphene and beyond. **Nanoscale**, v. 8, n. 33, p. 15115–15131, 2016.
- DI, J. et al. Ultrathin 2D Photocatalysts: Electronic-Structure Tailoring, Hybridization, and Applications. **Advanced Materials**, v. 30, n. 1, p. 1704548, 1 jan. 2018.
- DIAO, C. C. et al. Morphological, optical, and electrical properties of p-type nickel oxide thin films by nonvacuum deposition. **Nanomaterials**, v. 10, n. 4, p. 15, 2020.
- DONG, B. et al. A general strategy for facile synthesis of ultrathin transition metal hydroxide nanosheets. **Nanoscale**, v. 11, n. 12, p. 5141–5144, 2019.
- DONG, Q. et al. Single-crystalline porous NiO nanosheets prepared from  $\beta$ -Ni(OH)<sub>2</sub> nanosheets: Magnetic property and photocatalytic activity. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 147, p. 741–747, 2014.
- DONOHUE, M. D.; ARANOVICH, G. L. Classification of Gibbs adsorption isotherms. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 76–77, p. 137–152, 1998.
- E, S. P. et al. Electrodeposition of Nickel Hydroxide Nanoparticles on Carbon Nanotube Electrodes: Correlation of Particle Crystallography with Electrocatalytic Properties. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 120, n. 29, p. 16059–16068, 28 jul. 2016.
- EL-KEMARY, M.; NAGY, N.; EL-MEHASSEB, I. Nickel oxide nanoparticles: Synthesis and spectral studies of interactions with glucose. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 16, n. 6, p. 1747–1752, 2013.



EL-SAYED, M. E. A. Nanoadsorbents for water and wastewater remediation. **Science of The Total Environment**, v. 739, p. 139903, 2020.

ENENEBAKU, C. et al. Adsorption of Methylene Blue Dye onto Bush Cane Bark Powder. **International Letters of Chemistry, Physics and Astronomy**, v. 76, p. 12–26, 1 out. 2017.

FAKHRI, A. Adsorption characteristics of graphene oxide as a solid adsorbent for aniline removal from aqueous solutions: Kinetics, thermodynamics and mechanism studies. **Journal of Saudi Chemical Society**, v. 21, p. S52–S57, 2017.

FOO, K. Y.; HAMEED, B. H. Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. **Chemical Engineering Journal**, v. 156, n. 1, p. 2–10, 2010.

FORGACS, E.; CSERHÁTI, T.; OROS, G. Removal of synthetic dyes from wastewaters: a review. **Environment International**, v. 30, n. 7, p. 953–971, 2004.

GATOO, M. A. et al. Physicochemical Properties of Nanomaterials: Implication in Associated Toxic Manifestations. **BioMed Research International**, v. 2014, p. 498420, 2014.

GHAFARIAN-ZAHMATKESH, H.; JAVANBAKHT, M.; GHAEMI, M. Ethylene glycol-assisted hydrothermal synthesis and characterization of bow-tie-like lithium iron phosphate nanocrystals for lithium-ion batteries. **Journal of Power Sources**, v. 284, p. 339–348, 2015.

GILES, C. H.; SMITH, D.; HUITSON, A. A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm. I. Theoretical. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 47, n. 3, p. 755–765, 1974.

GUPTA, V. K.; SUHAS. Application of low-cost adsorbents for dye removal – A review. **Journal of Environmental Management**, v. 90, n. 8, p. 2313–2342, 2009.

HAIDER, A. J. et al. Photocatalytic Activity of Nickel Oxide. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 3, p. 2802–2808, 2019.

HALL, D. S. et al. Nickel hydroxides and related materials: A review of their structures, synthesis and properties. **Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 471, n. 2174, 2015a.

HALL, D. S. et al. Nickel hydroxides and related materials: a review of their structures, synthesis and properties. **Proceedings. Mathematical, physical, and engineering sciences**, v. 471, n. 2174, p. 20140792, 8 fev. 2015b.

HAO, J. et al. Rapid, efficient and economic removal of organic dyes and heavy metals from wastewater by zinc-induced in-situ reduction and precipitation of graphene oxide. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 88, p. 137–145, 2018.

HASSAN, M. M.; CARR, C. M. A critical review on recent advancements of the removal of reactive dyes from dyehouse effluent by ion-exchange adsorbents. **Chemosphere**, v. 209, p. 201–219, 2018.

HINZ, C. Description of sorption data with isotherm equations. **Geoderma**, v. 99, n. 3, p. 225–243, 2001.

HOLKAR, C. R. et al. A critical review on textile wastewater treatments: Possible approaches. **Journal of Environmental Management**, v. 182, p. 351–366, 2016.

HU, H. et al. Green microwave-assisted synthesis of hierarchical NiO architectures displaying a fast and high adsorption behavior for Congo red. **Materials Letters**, v. 170, p. 139–141, 2016.

HUANG, Y.-H.; SHIH, Y.-J.; CHANG, C.-C. Adsorption of fluoride by waste iron oxide: The effects of solution pH, major coexisting anions, and adsorbent calcination temperature. **Journal of Hazardous Materials**, v. 186, n. 2, p. 1355–1359, 2011.

HYNES, N. R. J. et al. Modern enabling techniques and adsorbents based dye removal with sustainability concerns in textile industrial sector -A comprehensive review. **Journal of Cleaner Production**, v. 272, p. 122636, 2020.

INGLEZAKIS, V. J.; POULOPOULOS, S. G.; KAZEMIAN, H. Insights into the S-shaped sorption isotherms and their dimensionless forms. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 272, p. 166–176, 2018.

JEEVANANDAM, P.; KOLTYPIN, Y.; GEDANKEN, A. Synthesis of Nanosized  $\alpha$ -Nickel Hydroxide by a Sonochemical Method. **Nano Letters**, v. 1, n. 5, p. 263–266, 1 maio 2001.

JIA, X.-J. et al. Bouquet-like calcium sulfate dihydrate: a highly efficient adsorbent for Congo red dye. **RSC Advances**, v. 5, n. 88, p. 72321–72330, 2015.

JIANG, F. et al. Effect of calcination temperature on the adsorption and photocatalytic activity of hydrothermally synthesized TiO<sub>2</sub> nanotubes. **Applied Surface Science**, v. 258, n. 18, p. 7188–7194, 2012.

JIANG, T. et al. Activated carbon/NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetic composite: A magnetic adsorbent for the adsorption of methyl orange. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 3, n. 3, p. 1740–1751, 2015.

KHALEED, A. A. et al. Solvothermal synthesis of surfactant free spherical nickel hydroxide/graphene oxide composite for supercapacitor application. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 721, p. 80–91, 2017.

KOUMANOVA, B.; ALLEN, S. J. Decolourisation of Water / Wastewater Using Adsorption ( Review ). **Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy**, v. 40, n. 3, p. 175–192, 2005.

KUMAR, K. V.; PORKODI, K.; ROCHA, F. Isotherms and thermodynamics by linear and non-linear regression analysis for the sorption of methylene blue onto activated carbon: Comparison of various error functions. **Journal of Hazardous Materials**, v. 151, n. 2, p. 794–804, 2008.

KUMAR, K. Y. et al. Low-cost synthesis of metal oxide nanoparticles and their application in adsorption of commercial dye and heavy metal ion in aqueous solution. **Powder Technology**, v. 246, p. 125–136, 2013.

LANG, W. et al. Characterization of a new oxygen-insensitive azoreductase from *Brevibacillus laterosporus* TISTR1911: Toward dye decolorization using a packed-bed metal affinity reactor. **Bioresource Technology**, v. 150, p. 298–306, 2013.

LEE, J.-W. et al. Evaluation of the performance of adsorption and coagulation processes for the maximum removal of reactive dyes. **Dyes and Pigments**, v. 69, n. 3, p. 196–203, 2006.

LEI, C. et al. Hierarchically porous NiO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite with enhanced Congo red adsorption in water. **RSC Advances**, v. 6, n. 13, p. 10272–10279, 2016a.

LEI, C. et al. Hierarchical NiO–SiO<sub>2</sub> composite hollow microspheres with enhanced adsorption affinity towards Congo red in water. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 466, p. 238–246, 2016b.

LEI, C. et al. Synthesis of hierarchical porous zinc oxide (ZnO) microspheres with highly efficient adsorption of Congo red. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 490, p. 242–251, 2017.

LELLIS, B. et al. Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms. **Biotechnology Research and Innovation**, v. 3, n. 2, p. 275–290, 2019.

LI, Y. et al. Synthesis of  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> with hydrocalcite-like structure: Precursor for the formation of NiO and Ni nanomaterials with fibrous shapes. **Chemical Engineering Journal**, v. 136, n. 2, p. 398–408, 2008.

LIMA, E. C. et al. A critical review of the estimation of the thermodynamic parameters on adsorption equilibria. Wrong use of equilibrium constant in the Van't Hoof equation for calculation of thermodynamic parameters of adsorption. **Journal of Molecular Liquids**, v. 273, p. 425–434, 2019.

LIU, S. Cooperative adsorption on solid surfaces. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 450, p. 224–238, 2015.

LIU, Y.; WANG, R.; YAN, X. Synergistic Effect between Ultra-Small Nickel Hydroxide Nanoparticles and Reduced Graphene Oxide sheets for the Application in High-Performance Asymmetric Supercapacitor. **Scientific Reports**, v. 5, n. 1, p. 11095, 2015.

LOGANATHAN, P. et al. Removal and Recovery of Phosphate From Water Using Sorption. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 44, n. 8, p. 847–907, 18 abr. 2014.

LUO, T. et al. The influence of manganese ions doping on nanosheet assembly NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> for the removal of Congo red. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 763, p. 771–780, 2018.

MA, R.; SASAKI, T. Nanosheets of Oxides and Hydroxides: Ultimate 2D Charge-Bearing Functional Crystallites. **Advanced Materials**, v. 22, n. 45, p. 5082–5104, 1 dez. 2010.

MAHDIZADEH, A.; FARHADI, S.; ZABARDASTI, A. Microwave-assisted rapid synthesis of graphene-analogue hexagonal boron nitride (h-BN) nanosheets and their application for the ultrafast and selective adsorption of cationic dyes from aqueous solutions. **RSC Advances**, v. 7, n. 85, p. 53984–53995, 2017.

MAHMOOD, T. et al. Comparison of Different Methods for the Point of Zero Charge Determination of NiO. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 50, n. 17, p. 10017–10023, 7 set. 2011.

MAHMOUD, K. A. et al. Functional graphene nanosheets: The next generation membranes for water desalination. **Desalination**, v. 356, p. 208–225, 2015.

MEHTA, D.; MAZUMDAR, S.; SINGH, S. K. Magnetic adsorbents for the treatment of water/wastewater—A review. **Journal of Water Process Engineering**, v. 7, p. 244–265, 2015.

MIANDAD, R. et al. Untapped conversion of plastic waste char into carbon-metal LDOs for the adsorption of Congo red. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 511, p. 402–410, 2018.

MIRZAEI, A.; NERI, G. Microwave-assisted synthesis of metal oxide nanostructures for gas sensing application: A review. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 237, p. 749–775, 2016.

MOTAHARI, F. et al. NiO nanostructures: synthesis, characterization and photocatalyst application in dye wastewater treatment. **RSC Advances**, v. 4, n. 53, p. 27654–27660, 2014.

MUTTAKIN, M. et al. Theoretical framework to evaluate minimum desorption temperature for IUPAC classified adsorption isotherms. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 122, p. 795–805, 2018.

NANDI, B. K.; GOSWAMI, A.; PURKAIT, M. K. Removal of cationic dyes from aqueous solutions by kaolin: Kinetic and equilibrium studies. **Applied Clay Science**, v. 42, n. 3, p. 583–590, 2009.

OGHBAEI, M.; MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 494, n. 1, p. 175–189, 2010.

OH, S. W. et al. Effect of calcination temperature on morphology, crystallinity and electrochemical properties of nano-crystalline metal oxides (Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, CuO, and NiO) prepared via ultrasonic spray pyrolysis. **Journal of Power Sources**, v. 173, n. 1, p. 502–509, 2007.

OMIDI, S.; KAKANEJADIFARD, A. Eco-friendly synthesis of graphene–chitosan composite hydrogel as efficient adsorbent for Congo red. **RSC Advances**, v. 8, n. 22, p. 12179–12189, 2018.

ORTS, F. et al. Electrochemical treatment of real textile wastewater: Trichromy Procion HEXL®. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 808, p. 387–394, 2018.

ÖZACAR, M.; ŞENGİL, İ. A. Adsorption of reactive dyes on calcined alunite from aqueous solutions. **Journal of Hazardous Materials**, v. 98, n. 1, p. 211–224, 2003.

PHAM, T. D. et al. Adsorption characteristics of anionic surfactant onto laterite soil with differently charged surfaces and application for cationic dye removal. **Journal of Molecular Liquids**, v. 301, p. 112456, 2020.

PHASUK, A. et al. Facile synthesis of magnetic hydroxyapatite-supported nickel oxide nanocomposite and its dye adsorption characteristics. **Adsorption**, v. 24, n. 2, p. 157–167, 2018.

POLSHETTIWAR, V.; BARUWATI, B.; VARMA, R. S. Self-Assembly of Metal Oxides into Three-Dimensional Nanostructures: Synthesis and Application in Catalysis. **ACS Nano**, v. 3, n. 3, p. 728–736, 24 mar. 2009.

RAGHAV, S.; KUMAR, D. Adsorption Equilibrium, Kinetics, and Thermodynamic Studies of Fluoride Adsorbed by Tetrametallic Oxide Adsorbent. **Journal of Chemical & Engineering Data**, v. 63, n. 5, p. 1682–1697, 10 maio 2018.

RAMESH, M. et al. Adsorption and photocatalytic properties of NiO nanoparticles synthesized via a thermal decomposition process. **Journal of Materials Research**, v. 33, n. 5, p. 601–610, 2018.

RAUF, M. A.; MEETANI, M. A.; HISAINDEE, S. An overview on the photocatalytic degradation of azo dyes in the presence of TiO<sub>2</sub> doped with selective transition metals. **Desalination**, v. 276, n. 1, p. 13–27, 2011.

RAVAL, N. P.; SHAH, P. U.; SHAH, N. K. Adsorptive amputation of hazardous azo dye Congo red from wastewater: a critical review. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 23, n. 15, p. 14810–14853, 2016.

RAY, P. Z.; SHIPLEY, H. J. Inorganic nano-adsorbents for the removal of heavy metals and arsenic: a review. **RSC Advances**, v. 5, n. 38, p. 29885–29907, 2015.

REHMAN, K. et al. Effect of Reactive Black 5 azo dye on soil processes related to C and N cycling. **PeerJ**, v. 6, p. e4802, 2018.

ROBENS, E. Some intriguing items in the history of adsorption. In: ROUQUEROL, J. et al. (Eds.). . **Characterization of Porous Solids III**. [s.l.] Elsevier, 1994. v. 87p. 109–118.

RONG, X. et al. Adsorption–photodegradation synergetic removal of methylene blue from aqueous solution by NiO/graphene oxide nanocomposite. **Powder Technology**, v. 275, p. 322–328, 2015.

SABOURI, Z. et al. Tragacanth-mediate synthesis of NiO nanosheets for cytotoxicity and photocatalytic degradation of organic dyes. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 43, n. 7, p. 1209–1218, 2020.

SALLEH, M. A. M. et al. Cationic and anionic dye adsorption by agricultural solid wastes: A comprehensive review. **Desalination**, v. 280, n. 1, p. 1–13, 2011.

SARATALE, R. G. et al. Bacterial decolorization and degradation of azo dyes: A review. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 42, n. 1, p. 138–157, 2011.

SATHEESH, R. et al. Removal of congo red from water using quercetin modified  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles as effective nanoadsorbent. **Materials Chemistry and Physics**, v. 180, p. 53–65, 2016.

SELVARAJ, V. et al. An over review on recently developed techniques, mechanisms and intermediate involved in the advanced azo dye degradation for industrial applications. **Journal of Molecular Structure**, v. 1224, p. 129195, 2021.

SEN, S. K. et al. Fungal decolouration and degradation of azo dyes: A review. **Fungal Biology Reviews**, v. 30, n. 3, p. 112–133, 2016.

SIMONIN, J.-P. On the comparison of pseudo-first order and pseudo-second order rate laws in the modeling of adsorption kinetics. **Chemical Engineering Journal**, v. 300, p. 254–263, 2016.

SOLÍS, M. et al. Microbial decolouration of azo dyes: A review. **Process Biochemistry**, v. 47, n. 12, p. 1723–1748, 2012.

SPÓLNIK, P. et al. Research Article: The Use of Rigid, Fibrillar Congo Red Nanostructures for Scaffolding Protein Assemblies and Inducing the Formation of Amyloid-like Arrangement of Molecules. **Chemical Biology & Drug Design**, v. 70, n. 6, p. 491–501, 1 dez. 2007.

SUN, M.-H. et al. Applications of hierarchically structured porous materials from energy storage and conversion, catalysis, photocatalysis, adsorption, separation, and sensing to biomedicine. **Chemical Society Reviews**, v. 45, n. 12, p. 3479–3563, 2016.

SUN, Q. et al. Influence of calcination temperature on the structural, adsorption and photocatalytic properties of TiO<sub>2</sub> nanoparticles supported on natural zeolite. **Powder Technology**, v. 274, p. 88–97, 2015.

SURESH KUMAR, P. et al. Effect of pore size distribution and particle size of porous metal oxides on phosphate adsorption capacity and kinetics. **Chemical Engineering Journal**, v. 358, p. 160–169, 2019.

TANHAEI, B. et al. Preparation and characterization of a novel chitosan/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/magnetite nanoparticles composite adsorbent for kinetic, thermodynamic and isotherm studies of Methyl Orange adsorption. **Chemical Engineering Journal**, v. 259, p. 1–10, 2015.

TAUFIK, A. et al. 1T/2H-MoS<sub>2</sub> engineered by in-situ ethylene glycol intercalation for improved toluene sensing response at room temperature. **Advanced Powder Technology**, v. 31, n. 5, p. 1868–1878, 2020.

TRAN, H. N. et al. Mistakes and inconsistencies regarding adsorption of contaminants from aqueous solutions: A critical review. **Water Research**, v. 120, p. 88–116, 2017.

- UPADHYAY, R. K.; SOIN, N.; ROY, S. S. Role of graphene/metal oxide composites as photocatalysts, adsorbents and disinfectants in water treatment: a review. **RSC Advances**, v. 4, n. 8, p. 3823–3851, 2014.
- VAKILI, M. et al. Application of chitosan and its derivatives as adsorbents for dye removal from water and wastewater: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 113, p. 115–130, 2014.
- VANDEVIVERE, P. C.; BIANCHI, R.; VERSTRAETE, W. Review: Treatment and reuse of wastewater from the textile wet-processing industry: Review of emerging technologies. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 72, n. 4, p. 289–302, 1 ago. 1998.
- VARJANI, S. et al. Microbial degradation of dyes: An overview. **Bioresource Technology**, v. 314, p. 123728, 2020.
- VIKRANT, K. et al. Recent advancements in bioremediation of dye: Current status and challenges. **Bioresource Technology**, v. 253, p. 355–367, 2018.
- VOLESKY, B. Biosorption and me. **Water Research**, v. 41, n. 18, p. 4017–4029, 2007.
- WANG, J.; GUO, X. Adsorption kinetic models: Physical meanings, applications, and solving methods. **Journal of Hazardous Materials**, v. 390, p. 122156, 2020.
- WANG, L. et al. Rational design, synthesis, adsorption principles and applications of metal oxide adsorbents: a review. **Nanoscale**, v. 12, n. 8, p. 4790–4815, 2020a.
- WANG, S. et al. Removal of dyes from aqueous solution using fly ash and red mud. **Water Research**, v. 39, n. 1, p. 129–138, 2005.
- WANG, Z. et al. Annealing temperature effect on 3D hierarchically porous NiO/Ni for removal of trace hexavalent chromium. **Materials Chemistry and Physics**, v. 240, p. 122140, 2020b.
- WU, Z.; ZHAO, D. Ordered mesoporous materials as adsorbents. **Chemical Communications**, v. 47, n. 12, p. 3332–3338, 2011.
- XIAO, H. et al. NiO nanosheet assembles for supercapacitor electrode materials. **Progress in Natural Science: Materials International**, v. 26, n. 3, p. 271–275, 2016.
- XU, H. et al. Highly Efficient Adsorption of Phenylethanoid Glycosides on Mesoporous Carbon. **Frontiers in Chemistry**, v. 7, n. November, p. 1–11, 2019.
- YAGUB, M. T. et al. Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 209, p. 172–184, 2014.
- YAKUPOVA, E. I. et al. Congo Red and amyloids: history and relationship. **Bioscience reports**, v. 39, n. 1, p. BSR20181415, 15 jan. 2019.
- YAN, B. et al. Hexagonal Ni(OH)<sub>2</sub> nanosheets for stabilizing Pickering emulsion and Congo red adsorption. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 598, p. 124828, 2020.

YAN, J. et al. Single atom tungsten doped ultrathin  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> for enhanced electrocatalytic water oxidation. **Nature communications**, v. 10, n. 1, p. 2149, 14 maio 2019a.

YAN, K. et al. Microwave Synthesis of Ultrathin Nickel Hydroxide Nanosheets with Iron Incorporation for Electrocatalytic Water Oxidation. **ACS Applied Energy Materials**, v. 2, n. 3, p. 1961–1968, 25 mar. 2019b.

YANG, M. et al. Methanol promoted synthesis of porous hierarchical  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> for the removal of Congo red. **Powder Technology**, v. 320, p. 377–385, 2017.

YAO, J. et al. Lithium storage performance of  $\alpha$ -Ni(OH)<sub>2</sub> regulated by partial interlayer anion exchange. **Ionics**, v. 27, n. 3, p. 1125–1135, 2021.

YAO, M. et al. Template synthesis and characterization of nanostructured hierarchical mesoporous ribbon-like NiO as high performance electrode material for supercapacitor. **Electrochimica Acta**, v. 158, p. 96–104, 2015.

YI, T. F. et al. Approaching High-Performance Supercapacitors via Enhancing Pseudocapacitive Nickel Oxide-Based Materials. **Advanced Sustainable Systems**, v. 4, n. 3, p. 1900137, 1 mar. 2020.

ZAFAR, M. N. et al. Effective adsorptive removal of azo dyes over spherical ZnO nanoparticles. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 1, p. 713–725, 2019.

ZARE, K. et al. Enhanced removal of toxic Congo red dye using multi walled carbon nanotubes: Kinetic, equilibrium studies and its comparison with other adsorbents. **Journal of Molecular Liquids**, v. 212, p. 266–271, 2015.

ZHANG, G.; ZHAO, L. Synthesis of nickel hierarchical structures and evaluation on their magnetic properties and Congo red removal ability. **Dalton Transactions**, v. 42, n. 10, p. 3660–3666, 2013.

ZHANG, L. et al. Nickel-based materials for supercapacitors. **Materials Today**, v. 25, p. 35–65, 2019.

ZHANG, Y. et al. Malic acid-enhanced chitosan hydrogel beads (mCHBs) for the removal of Cr(VI) and Cu(II) from aqueous solution. **Chemical Engineering Journal**, v. 353, p. 225–236, 2018.

ZHAO, J. et al. A facile homogeneous precipitation synthesis of NiO nanosheets and their applications in water treatment. **Applied Surface Science**, v. 337, p. 111–117, 2015.

ZHAO, P. et al. A new paradigm of ultrathin 2D nanomaterial adsorbents in aqueous media: graphene and GO, MoS<sub>2</sub>, MXenes, and 2D MOFs. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 7, n. 28, p. 16598–16621, 2019a.

ZHAO, S. et al. Facile synthesis of iron-based oxide from natural ilmenite with morphology controlled adsorption performance for Congo red. **Applied Surface Science**, v. 488, p. 522–530, 2019b.



ZHAO, Y. et al. Synergistic oxidation - filtration process analysis of catalytic  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  - Tailored ceramic membrane filtration via peroxymonosulfate activation for humic acid treatment. **Water Research**, v. 171, p. 115387, 2020.

ZHENG, Y. et al. Hierarchical flower-like nickel(II) oxide microspheres with high adsorption capacity of Congo red in water. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 504, p. 688–696, 2017.

ZHENG, Y. et al. Review on nickel-based adsorption materials for Congo red. **Journal of Hazardous Materials**, v. 403, p. 123559, 2021.

ZHOU, Y. et al. Recent advances for dyes removal using novel adsorbents: A review. **Environmental Pollution**, v. 252, p. 352–365, 2019.

ZHU, J. et al. Fluoride removal from aqueous solution by Al(III)–Zr(IV) binary oxide adsorbent. **Applied Surface Science**, v. 357, p. 91–100, 2015.

ZHU, Q.; TAO, F.; PAN, Q. Fast and Selective Removal of Oils from Water Surface via Highly Hydrophobic Core–Shell  $\text{Fe}_2\text{O}_3@C$  Nanoparticles under Magnetic Field. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 2, n. 11, p. 3141–3146, 24 nov. 2010.

ZHU, T.; CHEN, J. S.; LOU, X. W. (DAVID). Highly Efficient Removal of Organic Dyes from Waste Water Using Hierarchical NiO Spheres with High Surface Area. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 116, n. 12, p. 6873–6878, 29 mar. 2012.

ZHU, Y. et al. Ultrathin nickel hydroxide and oxide nanosheets: synthesis, characterizations and excellent supercapacitor performances. **Scientific reports**, v. 4, p. 5787, 29 ago. 2014.

ZITO, C. A. et al. Effective reduced graphene oxide sheets/hierarchical flower-like NiO composites for methanol sensing under high humidity. **New Journal of Chemistry**, v. 42, n. 11, p. 8638–8645, 2018.