

Redução de Óxido de Ferro: Uma Transformação Simples para Produzir Ferro Metálico a partir de Resíduo da Mineração de Ferro

Iron Oxide Reduction: A Simplified Process for Metallic Iron Production from Iron Mining Residue

Miguel de Araujo Medeiros^{*a} 

^aUniversidade Federal do Tocantins,
Departamento de Ciências Biológicas,
R. 07, Qd. 15, CEP 77500-000, Porto
Nacional-TO, Brasil

*E-mail: mmedeiros@uft.edu.br

Submissão: 28 de Abril de 2025

Aceite: 26 de Setembro de 2025

Publicado online: 14 de Outubro de 2025

This work presents an experimental sequence, suitable for two undergraduate General Chemistry class periods, to convert iron-mining residue rich in Fe_2O_3 into metallic iron through two complementary steps: acid-base digestion with H_2SO_4 and aqueous electrolysis. Under teaching-lab conditions, the digestion produced $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, confirmed by X-ray diffraction (XRD), and showed that mass-change monitoring can be biased by the hygroscopicity of H_2SO_4 , so a control setup is recommended. In the electrolysis (graphite cathode, magnesium anode), ferromagnetic deposits of Fe^0 were obtained and confirmed by XRD, with average yields of ~25% (1.5 V), 36% (4.5 V), and 60% (6 V) in 120 min. The setup is low-cost (including 1.5 V batteries), safe, and replicable, enabling students to investigate reaction conditions and discuss metal-extraction routes beyond traditional pyrometallurgy.

Keywords: Sustainability; chemistry education; electrolysis; iron mining residue; low-cost laboratory.

1. Introdução

O ferro é utilizado pelo homem há milhares de anos e é um dos metais mais importantes, abundantes e versáteis¹. Inicialmente, o homem moldou o ferro de origem meteórica com ferramentas de pedra, a marteladas². Com o tempo, o ferro, em especial o aço, rígida liga metálica contendo principalmente ferro, moldou civilizações e possibilitou avanços tecnológicos até os dias atuais.

Esse metal está presente não apenas na crosta terrestre, na composição de minerais, ou nos raros meteoritos de ferro, mas também no núcleo do planeta e em seres vivos. Sua versatilidade é notável, em humanos e outros animais, ocorre na hemoglobina³ (proteína responsável pelo transporte de O_2 e CO_2 na respiração), na mioglobina⁴ (proteína responsável por armazenar oxigênio nos músculos e difundir oxigênio entre sangue e fibras musculares), em algumas enzimas⁵ e em compostos armazenados no fígado e na medula óssea⁶. Em bactérias⁷, integra enzimas e proteínas envolvidas na respiração e fixação de nitrogênio. Em plantas, o ferro participa da fotossíntese, na síntese de clorofila⁸, da fixação de nitrogênio e da respiração celular⁹.

Diante dessa abundância e diversidade, surge a questão: como o ferro chega até as nossas mãos, transformando-se em ferramentas, estruturas, veículos e diversas tecnologias? A resposta está na metalurgia, em especial, na siderurgia, que obtém ferro metálico, ou aço, pela redução de óxidos presentes em minérios, na presença de monóxido de carbono em elevadas temperaturas. No entanto, esse processo deixa milhões de toneladas de um resíduo fino, lama, que é armazenado em represas¹⁰ passíveis de rompimento, como a história já mostrou¹¹.

Essa lama é rica em óxidos de ferro, e alternativas para a sua redução podem ser exploradas tanto para fins educacionais, como para o desenvolvimento de processos mais sustentáveis, do ponto de vista ambiental e social. Neste contexto, este trabalho apresenta uma proposta experimental para a conversão de óxido de ferro, especialmente, a lama proveniente da mineração do minério de ferro, a ser realizada em até duas aulas da disciplina experimental de Química Geral. A proposta envolve duas etapas: (i) conversão do óxido de ferro em sal solúvel e (ii) obtenção de ferro metálico por eletrólise do sal em solução aquosa. Essa metodologia permite compreender as transformações químicas envolvidas na extração de metal, a partir de seus óxidos e favorece a discussão de parâmetros eletroquímicos. Além disso, a abordagem pode servir de base, para estudantes e pesquisadores, em investigações e reflexões sobre a viabilidade de métodos eletroquímicos na metalurgia, em busca de processos menos impactantes ao meio ambiente.

2. Parte Experimental

Todo o processo experimental deve ser realizado sob exaustão, pois vapores ácidos e irritantes podem ser liberados. É importante enfatizar que um cuidado especial deve ser tomado no manuseio do ácido sulfúrico concentrado, pois a substância é corrosiva, pode causar sérias queimaduras, podendo facilmente carbonizar matéria orgânica. Deve-se utilizar, durante todo o experimento, jaleco, luvas, óculos de proteção, calça e sapato fechado, para minimizar riscos em caso de acidentes com ácido sulfúrico e soluções quentes.

2.1. Etapa A: Caracterização do Óxido de Ferro

Para realização deste e do próximo procedimento, pode-se utilizar óxido de Ferro P.A. ou óxidos naturais, como o minério de ferro ou a lama seca proveniente do processo de extração do minério de ferro, rico em hematita (Fe_2O_3).

Os estudantes verificarão as características físicas do sólido utilizado, para tal, deverão colocar aproximadamente 2g de material em um béquer, intitulado “béquer 0”. O material contido no béquer 0 deverá ser analisado e testado quanto às suas propriedades magnéticas (é ou não atraído por campo magnético), cor, solubilidade em água e condutividade elétrica em água. Para testar a condutividade em água, pode-se utilizar, por exemplo, um circuito elétrico com uma lâmpada, como o representado na Figura 1. A fonte de energia elétrica pode ser uma tomada ou pilhas de 1,5V (que é mais seguro), dependendo da lâmpada a ser utilizada.

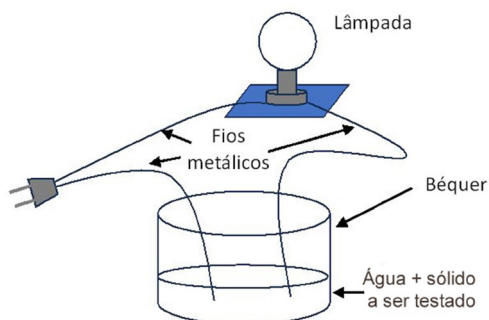


Figura 1. Exemplo de circuito elétrico capaz de comprovar a condutividade elétrica de uma solução líquida

Após observar atentamente o sólido utilizado e fazer os testes indicados, deve-se passar para o próximo procedimento, deixando o sistema “béquer 0” reservado para comparação futura. As observações deverão ser anotadas em uma tabela, intitulada “Tabela 1”.

Após preencher e analisar os dados da Tabela 1, a seguinte questão pode ser apresentada aos estudantes: usando a Tabela 1, aponte duas propriedades que mudaram do óxido para o sal e explique por que elas indicam transformação química.

2.2. Etapa B: Transformação do Óxido de Ferro

Nesta etapa, os estudantes verificarão a transformação do óxido de ferro (0,0883 mol – 14,1 g), a 100°C, preparando reações em duplicatas, em béqueres de 125 mL (deve-se nomear três diferentes béqueres como béquer 1, béquer 2 e béquer 3 e anotar suas respectivas massas), que devem ser conduzidas e observadas paralelamente (béquer 1 e béquer 2), por até 120 minutos. Os estudantes podem ser divididos em dois grandes grupos (Grupo A e Grupo B). Os estudantes do Grupo A irão realizar os procedimentos utilizando uma estufa (ou forno mufla) como fonte de aquecimento e os estudantes do Grupo B irão realizar os procedimentos utilizando uma chapa de aquecimento com banho de óleo, por exemplo. Os estudantes podem se reunir em duplas, para a melhor realização do experimento.

Em dois diferentes béqueres de 125mL (béquer 1 e béquer 2) deve-se adicionar 14,1 g (0,0883 mol) de óxido de ferro (Fe_2O_3), em seguida, adicione 9,43 mL de ácido sulfúrico concentrado (0,1766 mol ou 17,31 g). O volume de H_2SO_4 é calculado a partir da massa de óxido de ferro utilizada, ou melhor, a partir da estequiometria da reação representada pela Equação 1. Tendo a massa de H_2SO_4 , deve-se utilizar a fórmula de densidade para obter o volume exato a ser pipetado e transferido para o béquer contendo o óxido de ferro. Sugere-se medir o volume de ácido sulfúrico, em detrimento da medida de massa, pois o ácido é líquido e bastante perigoso, sendo assim, a medida de seu volume elimina etapas de manuseio.



A discussão mecanística da transformação (neutralização × hidratação) será apresentada na seção de Resultados e Discussão, onde as curvas de massa são confrontadas com as evidências experimentais.

Antes de colocar os béqueres em aquecimento (100°C), deve-se homogeneizar a mistura com um bastão de vidro ou espátula de cerâmica, para que todo o sólido entre em contato com o líquido, favorecendo o melhor andamento da reação. Após a homogeneização das misturas, deve-se medir e anotar a massa do sistema contido no béquer 1, para futuro cálculo de variação de massa ao longo da reação (Etapa C). Durante a reação, não é necessária a agitação da mistura, já que pode interferir na massa do sistema. Já a mistura contida no béquer 2, deve ser periodicamente agitada, com auxílio de um bastão de vidro. Se o produto solidificar, utilize o bastão de vidro para triturar o sólido, mantendo-o mais homogêneo possível.

Ao final dos 120 minutos, deve-se observar o produto da reação contido no béquer 2 e compará-lo ao contido no béquer 1. Além de comparar os produtos obtidos, deve-se comparar o produto contido no béquer 1 e no béquer 2 com o reagente inicial, contido no béquer 0, analisando sua cor e aparência, propriedade magnética, solubilidade em água e condutividade elétrica. As observações deverão ser anotadas na Tabela 1.

2.3. Etapa C: Medida da variação da massa

Inicialmente, deve-se medir 9,43 mL de ácido sulfúrico e adicionar ao béquer 3. Esse béquer deverá ter então, sua massa novamente medida e essa será a massa inicial do sistema contido no béquer 3. Esse será um sistema de controle, para comparar com a variação de massa do sistema contido no béquer 1.

Por meio da variação de massa acompanhada pelos estudantes é possível acompanhar a reação de transformação do óxido de ferro a sal de ferro. Para acompanhar a transformação de uma quantidade de reagentes, contida no béquer 1, em uma quantidade de produto, medidas periódicas de massa deverão ser realizadas, a cada 30 minutos, até o total de 120 minutos, quando o aquecimento será interrompido. Concomitantemente, a massa do béquer 3 também deverá ser medida e registrada (o béquer 3 deverá ser colocado em aquecimento, juntamente com o béquer 1 e béquer 2, tendo sua massa medida a cada 30 minutos).

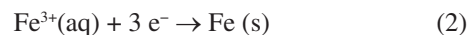
Se o aquecimento estiver sendo realizado em banho térmico de óleo, ou outro líquido, é necessário realizar a limpeza externa do béquer 1 e béquer 3, antes de realizar cada medida de massa, para retirar totalmente o líquido utilizado para aquecer o sistema, evitando erros de medição da massa.

Todos os dados de variação de massa observados e anotados nesta etapa do experimento deverão ser compartilhados com os colegas do outro grupo (estudantes do grupo A deverão compartilhar os dados com colegas do grupo B), a fim de elaborar um gráfico com curvas de todos os grupos (grupo A e grupo B). A partir dos dados de variação de massa, os estudantes poderão criar e analisar gráficos com as curvas de todos os experimentos, verificando as similaridades e diferenças entre resultados e execuções das reações realizadas por todos os grupos.

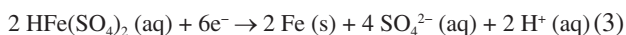
Ao observar os dados da reação (0-120min), deve-se observar curvas ascendentes ou descendentes (a depender da condição de reação), sugerindo que a reação ocorre com o ganho ou perda de massa, respectivamente. A partir dessa observação, pode-se propor as seguintes questões aos estudantes: A partir das observações notadas, no decorrer da reação, proponha uma equação química balanceada que melhor descreva a reação química. A reação realizada pelo seu grupo ocorre com ganho ou perda de massa? Como você explica o resultado observado? Esse resultado era o esperado? Se sua reação ocorreu com perda de massa, a massa que diminuiu no sistema é referente a perda de qual(is) composto(s)? Esse(s) composto(s) se forma(m) como, na reação? Se sua reação ocorreu com ganho de massa, a massa que aumentou no sistema é referente a inserção de qual(is) composto(s)? Esse(s) composto(s) participa(m) da reação? Qual é a importância de também medir a massa do ácido sulfúrico no decorrer do tempo? O resultado observado no béquer 3 era esperado? Como você explica o fato observado?

2.4. Etapa D: Transformação de sal a ferro metálico

Nesta etapa, os estudantes irão obter ferro metálico, a partir da reação de eletrólise do $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2$, em fase aquosa, conforme representado pela semirreação de redução (Equação 2).



Além da semirreação catódica de redução do ferro (Equação 2), a equação catódica ajustada aos íons do sal, em solução aquosa pode ser representada pela Equação 3, que equilibra os íons envolvidos no processo:



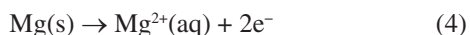
Esta equação demonstra a conversão do ferro(III) presente no sal em ferro metálico, com a liberação dos íons sulfato e prótons na solução eletrolítica.

A eletrólise deverá ser conduzida em duplicata, por até 120 minutos, pelas duplas de estudantes, utilizando 1g do sal produzido no béquer 1 e 20 mL de água destilada, em béqueres de 100mL (nomeados como célula eletrolítica 1 – CE1 e célula eletrolítica 2 – CE2). Na CE2 deverá ser adicionado 5 mL de vinagre (ou 0,2mL de ácido acético glacial). Em ambas as células eletrolíticas, deve-se misturar o sistema, utilizando um bastão de vidro, até a total dissolução do sal (ou até que a maior parte dissolva na solução), que tomará a coloração amarela, característica de íon $\text{Fe}(\text{III})$ dissolvido em solução ácida aquosa.

Em algumas repetições, a solução aquosa de $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ com vinagre apresentou coloração avermelhada. Esse comportamento foi atribuído à formação de complexos de $\text{Fe}(\text{III})$ com acetato e/ou à hidrólise parcial de Fe^{3+} (gerando espécies oxi-hidróxidas avermelhadas). Em ambos os casos, a acidificação com H_2SO_4 restabeleceu a coloração amarela típica do $\text{Fe}(\text{III})$ aquo-sulfato, e o uso de vinagre de álcool incolor evitou o efeito associado a corantes de vinagre de vinho.

Para fornecer eletricidade para a eletrólise, pode-se utilizar fontes de tensão contínua reguláveis, com tensão ajustada em 1,5V, ou alternativamente, 1 pilha AA, de 1,5V, conectada com fios finos de cobre a um eletrodo de grafite (pode-se utilizar minas de grafite 2.0mm, conhecidas também como grafites para lapiseiras, ou eletrodos de grafite de pilhas alcalinas, ou ainda, eletrodos de carvão/grafite para solda elétrica, nesse caso, pode-se remover a camada de cobre do eletrodo, utilizando imersão em solução ácida – ao utilizar qualquer eletrodo de grafite, deve-se lixar suavemente a superfície para melhorar a adesão dos depósitos de ferro), que será o eletrodo negativo e a um eletrodo de magnésio (pode-se utilizar 2 pedaços de fita de magnésio, com pelo menos 5cm de comprimento), que será o eletrodo positivo. O eletrodo de grafite deverá ter sua massa medida e anotada (lembre-se que na eletrólise, o eletrodo positivo é o anodo e o eletrodo negativo é o catodo). No

eletrodo positivo (anodo), ocorre a oxidação do magnésio metálico, conforme mostrado na Equação 4.



Combinando as semirreações do cátodo (Equação 2) e do anodo de Mg (Equação 4) e eliminando os elétrons, obtém-se a reação global, Equação 5.



Ao ligar a fonte de tensão, ou conectar à pilha, tenha certeza que os eletrodos não estejam encostados e suas pontas já estejam mergulhadas na solução. Caso a fonte de tensão (ou a pilha) já esteja ligada e os eletrodos se encostem, fora da solução aquosa, há a possibilidade de gerar uma faísca.

Estando os eletrodos mergulhados na solução e iniciado o fornecimento de corrente elétrica, imediatamente inicia-se a reação de eletrólise, que deverá ser acompanhada por até 120 minutos, tanto na CE1, como na CE2, conforme Figura 2. Ao final dos 120 minutos, deve-se interromper a corrente elétrica e imediatamente lavar os eletrodos com água destilada. De maneira cuidadosa, utilizando papel toalha, deve-se secar cada eletrodo, medir e anotar a sua massa. Deve-se então acondicionar os eletrodos em frascos com tampa, para minimizar o contato com ar atmosférico.



Figura 2. Célula eletrolítica com anodo de magnésio e catodo de grafite, conectados a pilha de 1,5V

Após a realização do procedimento, pode-se realizar algumas perguntas aos estudantes, para avaliar as suas observações: A partir de suas observações, durante a eletrólise, proponha uma ou mais semiequações que representem a transformação observada. Qual foi o produto principal da reação de eletrólise? Houve alteração de massa em algum eletrodo? Como você explica essa variação de massa? Você é capaz de indicar se houve ou não diferença entre as reações na presença e na ausência de ácido acético? Se houve diferença, indique quais foram e qual é o provável motivo. Como caracterizar o produto da reação de eletrólise? Qual é a melhor condição de reação para a produção do produto? Qual foi a massa de produto

obtido? Há formação de produtos secundários? Proponha semiequações que represente essas transformações. Ao final da reação de eletrólise, deve-se retirar o eletrodo de grafite, catodo (-) da solução e lavá-lo imediatamente com água destilada, por que?

As análises de DRX em pó foram realizadas em difratômetro Rigaku D/MAX-Ultima Plus, utilizando radiação Cu K α ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$) filtrada por Ni, a 40 kV e 30 mA. Os dados foram coletados no intervalo 5–70° (2 θ), passo 0,02° e tempo de contagem 1 s por passo. A identificação de fases cristalinas foi executada no JADE 9 (Materials Data) contra o banco ICDD–PDF; quando indicado, os parâmetros de rede foram estimados/refinados pelo método de Rietveld.

3. Resultados e Discussão

Nesta seção, apresenta-se uma discussão geral sobre a transformação de óxido de ferro a ferro metálico e um material de apoio, para uso exclusivo do professor, que facilitará a abordagem dos fenômenos envolvidos nas reações.

A transformação do óxido de ferro é baseada em duas importantes etapas, a digestão ácida do óxido, seguida pela redução eletrolítica do sal, obtendo ferro metálico. A primeira etapa do processo pode ser acompanhada pela mudança de cor da mistura reacional e sua solubilidade em água, passando de um sólido marrom de baixíssima solubilidade para um sólido cinza claro solúvel em água. A segunda etapa pode ser acompanhada pela formação de ferro metálico depositado no eletrodo negativo do sistema eletrolítico. O ferro metálico, por sua vez, pode ser caracterizado pela atração magnética.

Essas mudanças estão diretamente associadas à reação ácido-base detalhada na Equação 1, que explica as modificações observadas nas propriedades físicas e químicas.

3.1. Material destinado ao aluno

3.1.1. Etapa A: Caracterização do Óxido de Ferro

Os óxidos de ferro apresentam características próprias, que possibilitam a sua diferenciação, quando comparados a outros compostos de ferro. De maneira geral, pode-se afirmar que é característico dos óxidos de ferro, a insolubilidade em água¹², assim como propriedades magnéticas (é atraído por campo magnético). Essas características são facilmente comprovadas em laboratório.

Em transformações químicas que envolvem óxidos de ferro, pode-se anotar e comparar com os produtos obtidos, a coloração, o caráter magnético, a solubilidade e também a condutividade elétrica em água. Os óxidos de ferro, sejam na forma pura ou na forma de minerais, podem ser encontrados nas tonalidades vermelho, marrom, cinza e preto. Já os produtos de transformações químicas, podem

apresentar tonalidades distintas, como será observado ao longo deste experimento.

A solubilidade de compostos inorgânicos confere a solução aquosa a capacidade de conduzir eletricidade, que pode ser comprovada a partir do acendimento de uma lâmpada, ligada a um circuito elétrico. Os íons, quando dissolvidos, são os responsáveis pela condução da corrente elétrica.

3.1.2. Etapa B: Transformação do Óxido de Ferro

A transformação do óxido de ferro fundamenta-se em uma permuta com o outro reagente da reação, ácido sulfúrico, sendo um exemplo de reação de neutralização. Nessa transformação, o óxido de ferro, que é uma substância anfótera (pode agir como ácido ou base em uma reação), aqui exemplificado como Fe_2O_3 (atuando como base), reage com o H_2SO_4 (um ácido forte), e os compostos trocam íons, resultando na formação de um sal ($\text{HFe}(\text{SO}_4)_2$) e água. Essa é uma reação química que necessita de calor para ocorrer, necessitando de temperaturas superiores a 100°C e é bastante favorecida pela remoção de água de neutralização (efeito da temperatura), embora o sólido final se hidrate ao contato com a umidade do ar.

3.1.3. Etapa C: Medida da variação da massa

As reações ácido-base típicas geram água como produto de neutralização e sais que permanecem em solução aquosa, como íons solvatados. Como a reação ácido-base ocorre a elevada temperatura, a água formada é liberada para a atmosfera e a massa do sistema diminui, sendo assim possível acompanhar a transformação, caso a massa seja periodicamente medida¹³. Para essa reação específica, a variação de massa pode acontecer de maneira não esperada. Você saberia indicar o que pode interferir na variação de massa, por perda de moléculas de água?

3.1.4. Etapa D: Transformação de sal a ferro metálico

A eletrólise é um processo químico no qual uma corrente elétrica é usada para promover uma reação química, que não ocorreria em condições normais, ou seja, de forma espontânea. A reação de redução de sal de ferro (III) a ferro metálico é um processo no qual o íon $\text{Fe}(\text{III})$ recebe três elétrons e se torna Fe^0 , como na semiequação de redução: $\text{Fe}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^0$ $E = -0,037\text{V}$ (Equação 2). Isso significa que o íon Fe^{3+} requer um potencial de redução de $-0,037\text{V}$, em condições padrão, para reduzir a Fe^0 . A redução de $\text{Fe}(\text{III})$ a Fe^0 ocorrerá mais efetivamente, caso haja alta concentração

de íons ferro em solução. Além disso, é importante ter uma solução com boa condutividade e para isso, a adição de ácidos fracos pode ajudar, fornecendo íons H^+ , além disso, as substâncias ácidas podem ajudar a evitar a formação de hidróxidos insolúveis (ou de baixíssima solubilidade), o que dificultaria, ainda mais, o processo de eletrólise do sal de $\text{Fe}(\text{III})$.

3.2. Material destinado ao professor

3.2.1. Etapa A: Caracterização do Óxido de Ferro

Os procedimentos descritos neste trabalho foram realizados com óxidos provenientes de resíduos de mineração de ferro, do Estado de Minas Gerais, rico em hematita (Fe_2O_3). Recomenda-se o uso desse ou de quaisquer outros resíduos da mineração ou indústria siderúrgica, desde que sua composição principal seja um óxido de ferro. Independente de qual óxido de ferro for utilizado, o resultado será similar.

A caracterização do óxido de ferro utilizado é importante, pois visualmente haverá mudanças significativas. O óxido de ferro, seja ele preto, cinza, vermelho irá se transformar em um sal cinza, que não apresentará comportamento magnético, como os óxidos, mas será solúvel em água, o que não ocorre com os óxidos de ferro. O ferro metálico, obtido no final do experimento, apresentará caráter magnético acentuado e também não será solúvel em água. Todas as características do óxido e sal de ferro são apresentadas na Tabela 1.

As propriedades do material de partida e dos produtos obtidos, béquer 1 e béquer 2 devem ser adicionados na Tabela 1, para efeito comparativo.

3.2.2. Etapa B: Transformação do Óxido de Ferro

Nesta etapa, as condições de reações são controladas para observar a evolução da transformação do óxido de ferro (Fe_2O_3) em sal de ferro. Os estudantes devem se dividir em dois grandes grupos, que utilizarão fontes de calor distintas. O Grupo A deverá utilizar uma estufa e o Grupo B deverá utilizar uma chapa de aquecimento com banho de óleo. O objetivo dessa divisão é evidenciar a variação de massa que ocorre durante a transformação, uma vez que a atmosfera no interior da estufa tende a ser mais seca do que a atmosfera próxima ao béquer em aquecimento no banho de óleo.

Dependendo do número de estudantes na turma, os estudantes do Grupo A e do Grupo B podem ser divididos em duplas ou trio, para a melhor dinâmica do laboratório e execução dos procedimentos.

Tabela 1. Propriedades observadas do óxido de ferro e sal de $\text{Fe}(\text{III})$ sintetizado

Propriedades	Béquer 0	Béquer 1	Béquer 2
Cor	Terra vermelha (vermelho ocre)	Cinza com partes avermelhadas	Cinza
Aparência	Sólido em pó	Sólido único	Sólido em pó
Propriedade Magnética	Atraído por campo magnético	Não sofre interferência	Não sofre interferência
Solubilidade em Água	Baixíssima solubilidade	Solúvel	Solúvel
Condutividade Elétrica (em água)	Não conduz	Conduz	Conduz

Ao adicionar o volume de ácido sulfúrico na massa de óxido de ferro, é importante haver a homogeneização da mistura, para que todo o óxido fique envolvido com o ácido. Isso é importante, pois não há como promover a agitação da mistura de forma magnética, ao longo do procedimento. Caso a agitação seja mecânica, será possível até certo ponto, uma vez que em poucos minutos a mistura pastosa se tornará algo sólido e único no fundo do béquer. É claro que o sólido pode ser quebrado e macerado com um bastão de vidro, mas essa ação não é determinante para o andamento da reação, que será evidenciada pela transformação de uma pasta avermelhada, caso seja utilizada hematita (Fe_2O_3) a um sólido acinzentado (o sal de ferro (III)). Quanto maior o tempo em que a mistura fica em aquecimento, maior será a transformação do óxido em sal de ferro. Após 120 minutos, a mistura já deverá ter se transformado totalmente (ou em grande maioria) em sal, mas se ainda assim, houver um aspecto de cinza avermelhado, não se preocupe, os estudantes podem retirar do aquecimento, fazer as medições de massa, anotar as características visuais e magnéticas e armazenar os produtos em frascos com tampa, ou em dessecadores. Caso a etapa da eletrólise não seja realizada no mesmo dia, será perceptível a continuidade da reação, ainda que sem aquecimento, pois um aspecto cinza mais evidente tomará a aparência do produto que foi caracterizado por difração de raios X como $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, conforme Figura 3.

O composto foi identificado, de acordo com o banco de dados do software de análise, que indicou a exclusividade do composto $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ na amostra analisada (considerando as fases cristalinas, que a técnica consegue identificar), o que concorda com a Equação 1. É provável que o composto, desde sua síntese até a análise, tenha se hidratado com moléculas de água da atmosfera, uma vez que o composto sempre foi manuseado em ar atmosférico.

3.2.3. Etapa C: Medida variação da massa

A medida da variação de massa é importante para evidenciar a evolução de uma transformação química, como é o caso de uma reação ácido-base, que ocorre a 100°C , temperatura na qual a água passa do estado líquido para o vapor. No entanto, algumas circunstâncias podem interferir nessa liberação de água para a atmosfera. Nessa transformação de óxido a sal de ferro, a tendência é verificar perda de massa do sistema, pela formação e liberação de água, durante a reação, como verificado na Figura 4, para as diferentes fontes de aquecimento.

Para interpretar a tendência descendente das curvas de variação de massa na Figura 4, a transformação global (Equação 1) foi decomposta em duas subetapas: (1a) neutralização (geração/evaporação de água) e (1b) hidratação (captação de água pelo sal).



A perda de massa verificada no gráfico da Figura 4, no entanto, não pode ser considerada a variação de massa devido à liberação de moléculas de água formadas em reação (Eq. 1a), pois essa transformação apresentada neste trabalho pode ocorrer acompanhada por ganho de massa. Esse ganho de massa não é atribuído a reação química específica, de transformação do óxido de ferro (Fe_2O_3) em sal, de acordo com a equação: $\text{Fe}_2\text{O}_3(\text{s}) + 4\text{H}_2\text{SO}_4(\text{aq}) \rightarrow 2\text{HFe}(\text{SO}_4)_2(\text{aq}) + 3\text{H}_2\text{O}(\text{l})$.

O ganho de massa pode ser atribuído à propriedade higroscópica do ácido sulfúrico concentrado, em atmosfera rica em umidade, como pode ocorrer no sistema aquecido por banho de óleo, como fica evidente no gráfico da Figura 5, mantendo ou atraindo moléculas de água para o meio reacional, favorecendo a reação representadas pela Equação 1b.

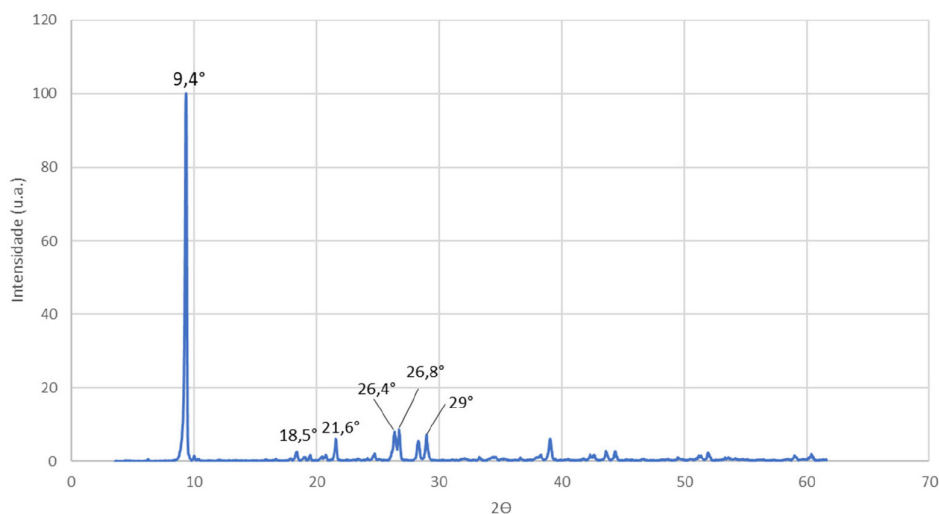


Figura 3. Difratograma de pó do sólido obtido após a digestão do Fe_2O_3 em H_2SO_4 (Etapa B). Os picos experimentais em $2\theta \approx 9,4^\circ$, $18,5^\circ$, $21,6^\circ$, $23,3^\circ$, $26,4^\circ$, $26,8^\circ$ e 29° coincidem com o padrão, confirmando a formação do sal rhomboclase (ver Equação 1). Não se observam picos característicos de hematita ($24,2^\circ$, $33,1^\circ$, $35,6^\circ$), sugerindo conversão substancial do Fe_2O_3 .

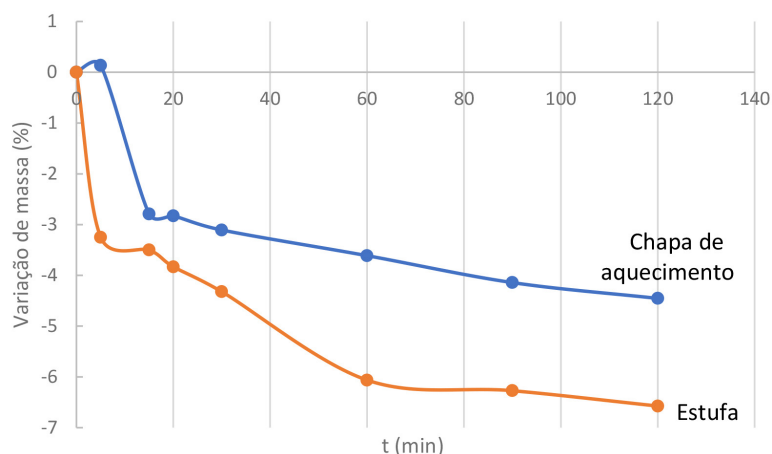


Figura 4. Variação da massa dos produtos, atribuída a perda parcial de água

Diante dessa possibilidade, torna-se necessário o procedimento de aquecer e medir a massa do sistema contendo apenas ácido sulfúrico concentrado, nas mesmas condições da reação (controle). Se a atmosfera do laboratório estiver úmida, devido ao grande número de pessoas, condições climáticas, ou ausência de ar condicionado, há a possibilidade da massa do sistema contido no béquer 1 e béquer 2, do grupo B (aquecimento realizado em banho de óleo) varie positivamente, evidenciando ganho de massa, em aparente contradição à perda de massa esperada para a transformação.

O gráfico apresentado na Figura 5 mostra que há absorção de água, pelo ácido sulfúrico concentrado, tanto no aquecimento em chapa de aquecimento, quanto no aquecimento em estufa, mostrando que a perda de massa pode não ser a melhor maneira de acompanhar essa reação ácido base. Mesmo em sistemas em que sejam verificadas perdas de massa, como os exibidos na Figura 4, o resultado não será confiável, já que um dos compostos presentes no meio pode estar promovendo a retenção de moléculas que deveriam ser liberadas e atração de outras.

Caso o professor avalie que o risco de estudantes aquecerem ácido sulfúrico concentrado, é bastante elevado (o que realmente é), evite a execução desse procedimento,

excluindo o béquer 3 dos procedimentos dos estudantes. Como sugestão, o professor pode ser o responsável por executar os procedimentos do sistema com o béquer 3, que servirá de controle para um possível ganho de massa ou simplesmente, explicar que um possível ganho de massa pode ser atribuído à absorção de água pelo ácido sulfúrico concentrado, nas condições de reação.

3.2.4. Etapa D: Transformação de sal a ferro metálico

A transformação de Fe^{3+} a Fe^0 é um processo espontâneo apenas em condições de eletrólise, quando há o fornecimento do potencial elétrico necessário para a redução dos íons Fe^{3+} a ferro metálico. Essa redução pode ser representada pela semiequação: $\text{Fe}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^0$ $E = -0,037\text{V}$ (Equação 2). Embora o potencial de redução seja baixo, será necessário empregar uma tensão maior para promover a reação, já que as condições de reação não serão as ideais, como temperatura, composição e seção transversal do eletrodo e fios condutores, além da resistência da solução, pH e presença de outros íons. Todas essas condições podem causar a queda da tensão fornecida, sendo recomendado então, a utilização de tensão igual ou superior a 1,5V, tensão das pilhas comuns e alcalinas, facilmente encontradas no comércio.

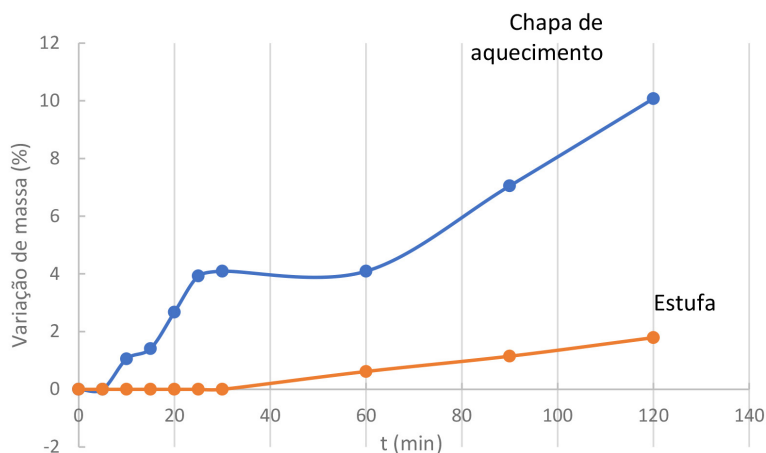


Figura 5. Absorção de água por H_2SO_4 a 100°C

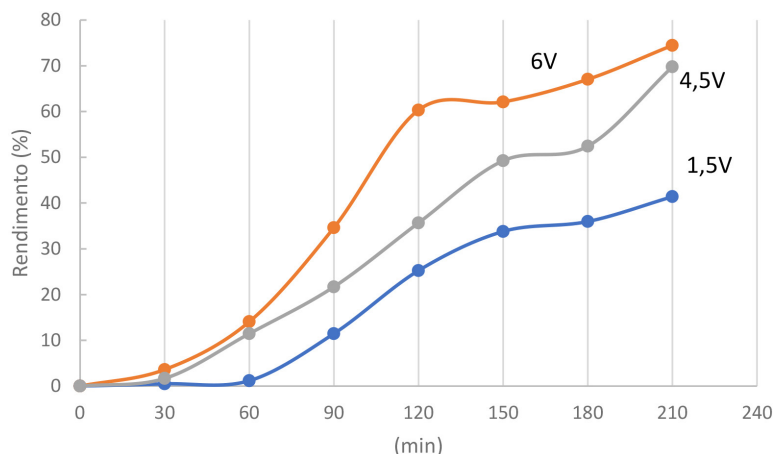


Figura 6. Rendimento da eletrólise para diferentes tensões elétricas, em função do tempo

Tensão muito elevada, acima de 6V pode causar reações indesejadas e efeitos colaterais no sistema, tais como: (i) eletrólise da água; (ii) oxidação excessiva dos eletrodos; (iii) degradação dos eletrodos; (iv) formação de subprodutos e até (v) aquecimento da solução.

Em condições ideais, a eletrólise poderia ocorrer com dois eletrodos de grafite, mas nas condições reacionais propostas, a eletrólise não ocorre de maneira satisfatória, ao utilizar dois eletrodos de grafite. Para que a reação ocorra de maneira a ser possível identificar a formação e até caracterizar o produto (ferro metálico) é necessário utilizar um anodo de magnésio, pois o metal é bastante reativo e fornecerá elétrons para ajudar a promover a redução do íon Fe(III) no catodo, mantendo um fluxo de corrente elétrica no sistema, acelerando assim a reação. Como sugestão para comparação e discussão dos resultados, pode-se separar alguns estudantes para realizar os procedimentos de eletrólise utilizando dois eletrodos de grafite, substituindo o eletrodo de magnésio.

Dependendo da concentração de íons Fe(III) , voltagem e corrente elétrica aplicada, pode haver formação de depósitos magnéticos também no eletrodo de magnésio, que seria inesperado para condições ideais de reação. Caso ocorra formação de depósitos magnéticos no eletrodo de magnésio, pode ser devido a condições experimentais específicas, já que o magnésio é bastante reativo e com a grande tensão elétrica, pode-se criar um ambiente favorável para a redução do ferro, próximo ao eletrodo de magnésio (anodo (+)). Caso não haja fita de magnésio disponível, pode-se utilizar, como alternativa, lacre de latas de alumínio (cerveja ou refrigerante), pois são constituídos por uma liga de alumínio/magnésio, em composição diferente (maior teor de magnésio) da liga metálica que compõe o corpo da lata¹⁴, que não serve como eletrodo nas condições de eletrólise descritas neste trabalho. A superfície do lacre deverá ser lixada, para remover possível verniz ou camada de óxido superficial.

A eletrólise é uma transformação química que depende da concentração do íon de interesse, do potencial elétrico empregado, dos eletrodos utilizados, da condutividade da

solução, entre outros diversos fatores que podem influenciar no rendimento da reação, mas o tempo de reação é algo que merece destaque. É proposto que a eletrólise seja realizada por até 120 minutos, tempo suficiente para produzir quantidade expressiva de ferro metálico no eletrodo de grafite, catodo (-), mas esse tempo não é suficiente para consumir totalmente os íons ferro presentes na solução. A Figura 6 apresenta a evolução do rendimento no decorrer da reação, para três diferentes tensões elétricas (1,5, 4,5 e 6V), mostrando que a transformação pode ser acompanhada até a total conversão em ferro metálico, que pode ultrapassar 210 minutos, ou pode ser interrompida de acordo com o rendimento desejado.

Como pode ser visto no gráfico presente na Figura 6, a eletrólise pode ser acompanhada até o rendimento desejado, mas em 120 minutos, já é possível verificar a efetividade da transformação, 60% de rendimento em tensão de 6V, 36% em tensão de 4,5V ou 25% de conversão em ferro metálico (Figura 7), quando se utiliza tensão de 1,5V, de corrente contínua.



Figura 7. Eletrodo de grafite com depósito de ferro metálico (parcialmente oxidado), após 120 minutos, em tensão de 1,5V

Como sugestão, o procedimento de eletrólise pode ser ampliado para abranger as voltagens 4,5V e 6V, além de 1,5V, dividindo os grupos de estudantes. Dessa maneira, os estudantes podem compartilhar os dados com seus colegas e entender que a variação de voltagem também pode influenciar no rendimento de uma transformação por eletrólise.

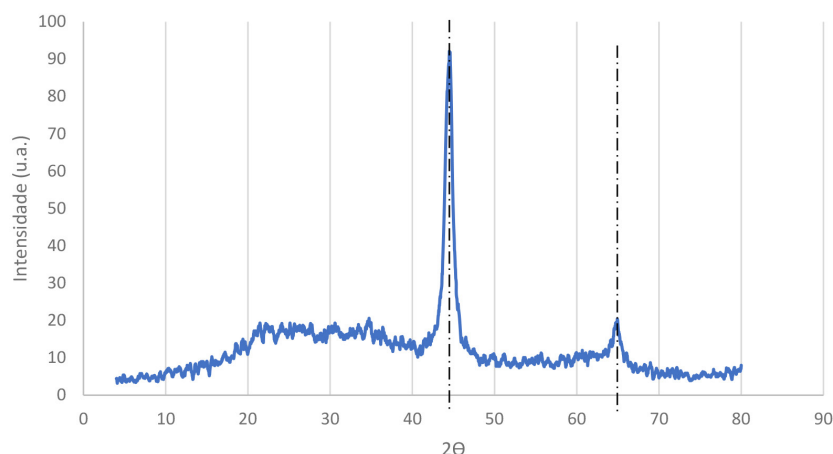


Figura 8. Difratoograma de raios X do material depositado no eletrodo de grafite, ferro metálico

Para caracterizar o material que se depositou no eletrodo de grafite (-), foi realizado análise por difração de raios X, observando que de fato é ferro metálico puro (Figura 8).

A análise do difratograma apresentado na Figura 8 indica que o material é realmente ferro metálico, já que há apenas dois picos característicos de ferro metálico¹⁵, em deslocamento 2θ de $44,8^\circ$ e $64,7^\circ$, considerando que a análise foi realizada em deslocamento de até 80 graus.

4. Conclusão

A transformação do óxido de ferro em ferro metálico, é um experimento que permite investigar uma reação ácido-base, não típica, e também uma reação de eletrólise. Essa combinação de reações, ácido-base e eletrólise possibilita a ampliação do entendimento de que um óxido metálico proveniente de um minério, pode se transformar em metal a partir de processos de execução simples, em laboratórios da maioria das universidades brasileiras.

A execução do experimento possibilita visualizar que a liberação de água, consequentemente, variação de massa do sistema pode ser utilizada como indicativo de progresso de reação, mas dependendo das condições reacionais, tal índice pode ser negativamente perturbado, mesmo quando a reação ocorre de maneira satisfatória.

A eletrólise aquosa é um método eficiente para transformação de íons metálicos em metal reduzido, mas alguns fatores podem interferir de maneira significativamente negativa. O potencial elétrico baixo pode não ser favorável a reação, já o potencial elétrico excessivamente elevado, pode provocar degradação de eletrodos e favorecimento de reações paralelas, dessa forma, voltagens entre 1,5 a 6V são suficientes para promover a eletrólise com bons rendimentos.

Referências Bibliográficas

1. Medeiros, M.A.; Ferro. *Química Nova na Escola* **2010**, 32, 208. [\[Link\]](#)
2. RICKARD, T.A.; *Man and metals*, v. I. Arno Press: New York, 1974.
3. Cançado, R.D.; Chiatton, C.S.; Anemia ferropênica no adulto: causas, diagnóstico e tratamento. *Revista Brasileira de Hematologia e hemoterapia* **2010**, 32, 240. [\[Crossref\]](#)
4. Bortolini, G.A.; Fisberg, M.; Orientação nutricional do paciente com deficiência de ferro. *Revista Brasileira de Hematologia e hemoterapia* **2010**, 32, 105. [\[Crossref\]](#)
5. Palma, J.M.; Mateos, R.M.; Jaramillo, J.L.; Rodríguez-Ruiz, M.; González-Gordo, S.; Luchuga-Sancho, A.M.; Corpas, F.J.; Plant catalases as NO and H₂S targets. *Redox Biology* **2020**, 34, 101525. [\[Crossref\]](#)
6. Andrews N. N.; Disorders of iron metabolism. *New England Journal of Medicine* **1999**, 23, 1986. [\[Crossref\]](#)
7. Zhang, L.; Wenxuan, L.; Li, J.; Wang, Y.; Xie, H.; Zhao, W.; A novel iron-mediated nitrogen removal technology of ammonium oxidation coupled to nitrate/nitrite reduction: Recent advances. *Journal of Environmental Management* **2022**, 319, 115779. [\[Crossref\]](#)
8. Therby-Vale, R.; Lacombe, B.; Rhee, S.Y.; Nussaume, L.; Rouached, H.; Mineral nutrient signaling controls photosynthesis: focus on iron deficiency-induced chlorosis. *Trends in Plant Science* **2022**, 27, 502. [\[Crossref\]](#)
9. Kobayashi, T.; Nozoye, T.; Nishizawa, N.K.; Iron transport and its regulation in plants. *Free Radical Biology and Medicine* **2019**, 133, 11. [\[Crossref\]](#)
10. Martini, R.J.; Caetano, T.R.; Santos, H.A.; Aranha, P.R.A.; Deposição de rejeitos de minério de ferro em reservatórios: Uma aplicação do método GPR. *Revista Ambiente & Água*. **2016**, 11, 878. [\[Crossref\]](#)
11. Lacaz, F.A.C.; Porto, M.F.S.; Pinheiro, T.M.M.; Tragédias brasileiras contemporâneas: o caso do rompimento da barragem de rejeitos de Fundão/Samarco. *Revista Brasileira de Saúde Ocupacional* **2017**, 42, 1. [\[Crossref\]](#)
12. Duarte, H.A.; Ferro - Um elemento químico estratégico que permeia história, economia e sociedade. *Química Nova* **2019**, 42, 1146. [\[Crossref\]](#)
13. Medeiros, M.A.; Lago, R.M.; Polimerização do glicerol: uma reação simples e versátil para produzir diferentes materiais a partir do coproduto do biodiesel. *Química Nova* **2011**, 34, 1079. [\[Crossref\]](#)

14. Verran, G.O.; Kurzawa, U.; Pescador, W.A.; Reciclagem de Latas de Alumínio Visando Melhor Rendimento e Qualidade Metalúrgica no Alumínio Obtido. *Revista Matéria* **2005**, 10, 72. [[Link](#)]
15. Vieira, D.A.; Santos, M.P.; Lima, D.S.G.; Rodriguez, Y.P.M.; Souza, C.P.; Moraes Jr.; T.O.; Processamento e caracterização de núcleos de ferro puro obtido por metalurgia do pó para captador em energy harversting. *Holos* **2015**, 3, 74. [[Crossref](#)]