

Óxidos Mistos Reciclados de Baterias Automotivas Exauridas de Íons Lítio do Tipo LiFePO_4 e Aplicados como Catalisadores no Processo Foto Fenton

Mixed Oxides Recycled from Spent Automotive Lithium-Ion Batteries of the LiFePO_4 Type and Applied as Catalysts in the Photo-Fenton Process

Ana C. S. Campos,^a Tainara R. Neves,^b Victória P. Polonini,^a Victor L. O. Neves,^a Edson L. D. Coelho,^a Mayra N. Moura,^a Sandra A. D. Ferreira,^a Maria F. F. Lelis,^a Marcos. B. J. G. Freitas^a

^a Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Goiabeiras, Centro de Ciências Exatas, Departamento de Química, CEP 29075-910, Vitória-ES, Brasil

^b Universidade Federal de Minas Gerais, Campus Pampulha, Programa de Pós-Graduação em Química, CEP 31270-030, Belo Horizonte-MG, Brasil

E-mail: mfflelis@yahoo.com.br

Submissão: 5 de Novembro de 2025 – Aceite: 8 de Junho de 2026 – Publicado online: 29 de Junho de 2026

Editor Responsável: Ieda Maria Garcia Santos

Li-ion batteries (LIBs) play an important role in society and in the development of energy sustainability. However, they generate a significant amount of solid waste in the environment after their useful life, which is problematic as they are made up of a large amount of metals. The synthesis of new materials from the recycling of these batteries stands out as an alternative for reducing environmental impacts associated with their high consumption. In this work mixed oxides were synthesized from the recycling of LiFePO_4 -type LIB automotive batteries for use as a photocatalyst in the degradation of methylene blue (AM) dye as an alternative for the treatment of textile effluents. The synthesized mixed oxides (OMC and OMCG) were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy, X-ray diffractometry, scanning electron microscopy with energy dispersion spectroscopy (EDS) and transmission electron microscopy. The catalytic efficiency was tested by means of the heterogeneous photo-Fenton reaction at pH 6.2, obtaining decolorization of 88% (OMC) and 98% (OMCG). The method proved to be efficient in removing the organic dye from aqueous solutions, promoting a circular economy, sustainable development in the battery market and reducing environmental impacts.

Keywords: Batteries; recycling; mixed oxide; methylene blue; heterogeneous photo-Fenton.

1. Introdução

As baterias de íons de lítio (*lithium ion batteries*, LIBs) são sistemas de armazenamento de energia amplamente utilizados em dispositivos eletrônicos portáteis, satélites e veículos elétricos, devido à sua alta densidade energética.^{1,2} Em 2020, aproximadamente 10 bilhões de LIBs foram introduzidas no mercado e segundo a *Benchmark Mineral Intelligence*, a receita gerada da comercialização dessas baterias poderá atingir cerca de US\$ 563,13 bilhões anuais até 2035. De acordo com a Agência Internacional de Energia (*International Energy Agency*, IEA), a demanda por LIBs no setor automotivo cresceu cerca de 65% em 2022, em relação a 2021.³

As LIBs são leves, não sofrem com o efeito de memória e podem suportar muitos ciclos de recarga/descarga.^{2,3} São compostas por ânodo, cátodo, eletrólito, separador e

invólucro.⁴ Durante a descarga, os íons lítio são transferidos do ânodo para o cátodo através do eletrólito. No processo de carga, o movimento dos íons de lítio ocorre na direção oposta. Os materiais catódicos do tipo LiFePO_4 (LFP) têm atraído cada vez mais atenção, devido à sua elevada estabilidade estrutural.^{5,6} A superioridade das baterias de íons lítio do tipo LFP em relação às demais baterias de íons lítio deve-se às suas características, tais como: a alta capacidade de armazenar energia, vida útil prolongada, e possuir elementos de baixo custo, como o ferro (Fe), amplamente disponível na natureza. As baterias LFP, por essas características, têm se consolidado como uma opção preferencial na indústria de veículos elétricos, em bicicletas e patinetes elétricos.^{3,6}

O separador das baterias é formado por um polímero microporoso, utilizado para impedir o contato direto entre os eletrodos e evitar curto-circuito. O eletrólito, consiste em uma solução de sal de lítio (como LiClO_4 , LiPF_6) dissolvido

em um solvente orgânico, sendo o carbonato de etileno e carbonato de dimetila, os mais utilizados.⁷ No ânodo, o lítio encontra-se intercalado na estrutura do grafite, sendo esses materiais de eletrodos, formados por compostos de intercalação, que possuem estrutura aberta, permitindo a intercalação e desintercalação de íons lítio. O grafite é amplamente utilizado devido à sua capacidade de intercalar reversivelmente entre as camadas de carbono, sem que altere significativamente sua estrutura lamelar.⁸

O uso crescente das LIBs tem intensificado a demanda por metais críticos e de alto valor agregado, especialmente o lítio (Li), aumentando a pressão sobre seu fornecimento. A continuidade da expansão da exploração de lítio no Brasil e no mundo pode, no futuro, resultar no esgotamento das reservas disponíveis. Nesse contexto, torna-se urgente reduzir a dependência da mineração e fortalecer estratégias de economia circular, com ênfase na reciclagem de baterias. Embora o lítio seja o principal alvo devido ao seu elevado valor econômico, outros metais presentes nas baterias — como ferro, cobre, cobalto e alumínio — também podem ser recuperados e reinseridos como matéria-prima na produção de novos materiais.^{3,6,9}

Outra preocupação é com relação à destinação dessas baterias após o seu tempo de vida útil. Em se tratando da bateria do tipo LFP, o descarte incorreto de resíduos de polímeros, eletrólitos e produtos químicos orgânicos utilizados em sua composição podem levar a uma contaminação ambiental.⁹ De acordo com a IEA, estima-se que a quantidade de resíduos de LIBs no mundo seja de aproximadamente 8 milhões de toneladas em 2040.¹⁰

Várias vias para reciclagem de LIBs são relatadas na literatura. Os métodos mais utilizados incluem a reciclagem direta, rotas pirometalúrgica e hidrometalúrgica, sendo esta última a mais empregada, por permitir a recuperação de metais valiosos com elevada pureza. A reciclagem direta possibilita a recuperação de materiais eletroativos por meio da regeneração de baterias esgotadas. Suas principais vantagens estão relacionadas com o menor consumo energético em comparação com os outros métodos, além da redução da geração de resíduos secundários, ocasionando menor impacto ambiental. O processo pirometalúrgico utiliza altas temperaturas para fundir e separar os metais de baterias exauridas, ou seja, dispositivos após o fim de vida útil, devido à perda da capacidade de armazenamento ao longo do ciclo de carga e descarga. Embora apresente elevada eficiência na recuperação dos metais e possibilidade de tratar grandes volumes de material, demanda alto consumo energético e gera emissões de gases poluentes.^{2,32,34}

O processo hidrometalúrgico envolve a lixiviação ou dissolução dos metais em uma solução ácida ou básica, permitindo altas taxas de recuperação.^{3,6} A extração de metais por meio da lixiviação pode ser realizada com ácidos

inorgânicos, como HCl , H_2SO_4 e HNO_3 que apresentam elevada eficiência, ou com ácidos orgânicos, como ácido cítrico, ácido ascórbico, ácido oxálico, ácido fórmico e ácido acético, os quais possuem menor impacto ambiental. A rota hidrometalúrgica permite a recuperação seletiva de metais de alto valor, além de gerar menor emissão de gases em comparação à pirometalurgia. Contudo, o uso de reagentes químicos agressivos e a geração de efluentes ácidos ainda representam desvantagens nesse método.³

Novos materiais podem ser sintetizados por meio da reciclagem de baterias gastas do tipo LFP, como é o caso de óxidos mistos de metais de transição, do tipo $\text{MFe}_2\text{O}_4/\text{xFe}_2\text{O}_3$, onde M é um metal de transição (Co, Ni, Cu) e x é a quantidade de matéria. Quando x é igual a zero formam-se as ferritas do tipo MFe_2O_4 , que possuem estrutura do tipo espinélio. Devido às suas propriedades estruturais, elétricas e magnéticas, os óxidos mistos apresentam potencialidade para diversas aplicações. Estudos existentes na literatura destacam aplicações como adsorventes na remoção de metais e corantes de efluentes industriais,^{11–13} como catalisadores e fotocatalisadores na remoção de poluentes em águas residuais,^{11,14,15} e também como pseudocapacitores.^{16,17}

Os óxidos mistos são importantes em diversas aplicações, como: sensores e biossensores para biotecnologia e medicina, dispositivos eletrônicos, dispositivos de micro-ondas, proteção contra interferência eletromagnética e armazenamento de dados.^{14,16} Destacam-se como alternativas ambientalmente viáveis, sendo amplamente utilizados, como catalisadores no tratamento de efluentes. A ferrita de cobre (CuFe_2O_4) tem despertado grande interesse científico devido às suas propriedades e aplicações em diferentes áreas, como: catálise heterogênea,^{18–20} suporte magnético para adsorventes,^{21,22} armazenamento de energia,²³ material anódico para baterias²⁴, armazenamento magnético de alta densidade.²⁵ O uso de CuFe_2O_4 como catalisador em reações foto Fenton heterogêneo no tratamento de efluentes têxteis tem sido promissor, possibilitando seu reaproveitamento em vários ciclos catalíticos.^{19,26,27} Os efluentes de indústria têxteis apresentam desafios ambientais significativos, incluindo alta demanda química de oxigênio (DQO), pH alcalino, concentrações elevadas de sólidos em suspensão, alto teor de sal e presença de corantes residuais, os quais podem causar alterações na coloração da água.²⁸

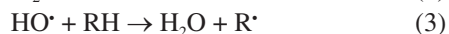
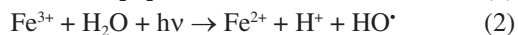
Diversos tipos de tratamento de efluentes têxteis têm sido estudados para minimizar os impactos ambientais e garantir que o efluente final esteja dentro dos padrões previstos pelas legislações ambientais.^{29,30} Dentre esses métodos destacam-se: coagulação e floculação,³¹ filtração por membrana,³² fotodecomposição catalítica,³³ decomposição eletroquímica³⁴ e adsorção em carvão ativado.³⁵ Os processos oxidativos avançados (POA's) têm tido grande importância tecnológica, industriais, ambientais ou biológicas dentre as

técnicas estudadas para os tratamentos de efluentes.

Os POAs foram desenvolvidos como uma resposta à necessidade de tecnologias alternativas que sejam mais eficientes para o tratamento de resíduos líquidos, com custo operacional relativamente baixo. Existem vários tipos de POA's aplicados no tratamento de efluentes, e sua eficácia depende do tipo de água residual e das condições operacionais utilizadas. Entre os métodos mais utilizados, destacam-se o processo Fenton e o foto Fenton. No processo Fenton, um agente oxidante, geralmente H₂O₂, é combinado com íons de Fe²⁺ em um meio ácido (pH = 2,5 - 3,0).^{27,36,37}

No processo foto Fenton, a combinação do H₂O₂, Fe²⁺/Fe³⁺ e da radiação de luz UV ou UV/visível ou luz solar aumenta a taxa de degradação. Em razão da irradiação, há uma maior velocidade de redução de Fe³⁺ presente no sistema, aumentando a geração de radicais hidroxila e, consequentemente, a eficiência da degradação dos poluentes.^{27,36,37}

As reações envolvidas são descritas pelas Equações (1) a (3).



Apesar de o processo foto Fenton homogêneo ser uma efetiva geração de radicais hidroxilas, altamente reativos, apresenta duas desvantagens que limitam sua aplicação industrial, o pH (em torno de 3,0) no qual a reação se processa, resultando em elevada produção de lodo.^{27,36,37} Uma alternativa é a utilização do processo foto Fenton heterogêneo, que utiliza um catalisador sólido a base de ferro. O processo pode operar em pH próximo a neutro e é de grande interesse, pois oferece a vantagem de não gerar lodo e possibilitar a reciclagem do catalisador.

Os óxidos mistos e as ferritas têm sido amplamente utilizados no processo Fenton heterogêneo.^{15,27,38,39} Desempenham um papel fundamental nesse processo, pois aumentam a velocidade de formação de radical hidroxila, e, consequentemente, aumentam a eficiência de degradação dos compostos orgânicos. Esses catalisadores se destacam por suas propriedades ferromagnéticas, permitindo que sejam facilmente separados da solução com o auxílio de um campo magnético externo, evitando, assim, sua liberação no efluente.^{36,38}

O processo de reciclagem de baterias de íon-lítio para produção de óxidos metálicos mistos com funcionalidades eletroquímicas, como sistemas fotocatalíticos, sensores não enzimáticos, pseudocapacitores e regeneração de materiais catódicos para LiBs, tem se mostrado uma opção ambientalmente promissora. Esse processo utiliza materiais que, até então, eram descartados, promovendo

a sustentabilidade e a inovação tecnológica. Portanto, o objetivo deste trabalho é utilizar o material proveniente da reciclagem de baterias automotivas de veículos elétricos (LiFePO₄) como catalisador na degradação de corante orgânico em solução aquosa por meio de reações do tipo foto Fenton heterogêneo. Dessa forma, busca-se a resolução de duas problemáticas ambientais: uma associada ao descarte inadequado de materiais e a outra ao tratamento de efluentes têxteis.

2. Metodologia

2.1. Reciclagem da bateria do tipo LFP

As amostras de baterias do tipo LFP foram coletadas no Laboratório de Eletroquímica e Eletroanalítica situado no Núcleo de Competências em Química do Petróleo (NCQP) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). Foi selecionada uma amostra da bateria YLP14 da marca ALIANT BATTERY® cujas especificações estão descritas na Tabela 1. Após a triagem da bateria, realizou-se a descarga completa das mesmas para eliminação da carga residual. Em seguida, as baterias LFP exauridas foram desmontadas manualmente, com seus componentes sendo separados (o cátodo, ânodo, separador e invólucro).

Tabela 1. Especificações da amostra da bateria YLP14

Especificações	YLP14
Tipo de bateria	LiFePO ₄
Potencial (V)	12
Capacidade energética (Ah)	14
Peso (g)	760
Fabricação	Itália

As etapas de pré-tratamento da bateria LFP estão esquematizadas na Figura 1. Após a seleção das baterias (Figura 1a), foi realizada a descarga completa da mesma (Figura 1b) para se evitar riscos de curto circuito. As baterias foram desmanteladas manualmente para a remoção da capa de plástico (Figura 1c e 1d), e uma das células foi selecionada para o trabalho (Figura 1e). Por fim, realizou-se a separação manual dos componentes: invólucro, separador polimérico, cátodo e ânodo (Figura 1f e 1g).

Os materiais catódicos e anódicos da bateria foram submetidos a um processo de secagem em estufa a 120° C por 24 horas, para evaporar o agente aglomerante e os solventes orgânicos presentes no eletrólito. O material anódico foi lavado com água destilada e seco para separação do cobre. O material ativo do cátodo (A-MAC) foi lavado com água destilada a 40 °C para separação do LiFePO₄ do coletor de corrente de alumínio e submetido a um processo de secagem em uma estufa a 100 °C por 48 horas.

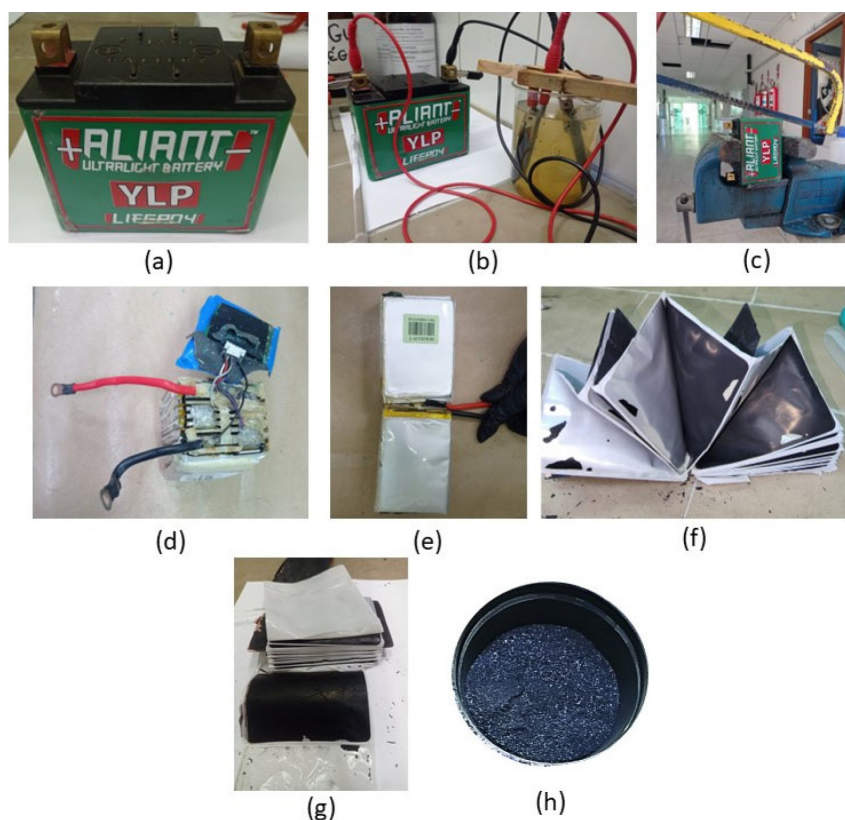


Figura 1. Esquema do processo de pré-tratamento da bateria LFP: (a) bateria; (b) processo de descarga; (c) abertura manual da bateria; (d) bateria sem a capa de plástico; (e) separação da célula; (f) e (g) separação física dos componentes (invólucro, separador polimérico, cátodo e ânodo)

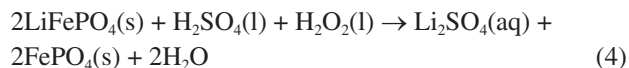
Após secagem, o material ativo do cátodo foi macerado e peneirado para redução do tamanho das partículas e posteriormente armazenado.

2.2. Recuperação dos metais do cátodo e do ânodo das baterias do tipo LFP

O procedimento foi realizado em um béquer de 200 mL, provido de agitação magnética. A razão massa do material A-MAC/ volume de solução de ácido sulfúrico foi de 0,3482 g mL⁻¹.

Dissolveu-se 10,4460 g do componente eletroativo (A-MAC) em 30,0 mL de ácido sulfúrico 0,5 mol L⁻¹. A mistura lixiviada foi filtrada para separação do grafite (GMAC) presente no material, que foi seco a 80 °C por 48 h. Em seguida, foram adicionados 50,0 mL de H₂O₂ 6,0 mol L⁻¹ lentamente à solução filtrada, mantendo-a em agitação e aquecimento de 90 °C. Adicionou-se NaOH 0,1 mol L⁻¹ gota a gota para ajustar o pH para 10 e obter a precipitação de FePO₄. Após a formação do precipitado, o material sólido obtido foi seco em estufa a 80 °C por 48 horas, sendo denominado FePO₄.

A reação química de H₂SO₄ e H₂O₂ com um cátodo composto de LiFePO₄ é mostrada na equação 4.⁶ O Li₂SO₄ foi armazenado para posterior recuperação de Li.



As folhas de Cu contendo grafite, do ânodo da bateria LiFePO₄, foram imersas em uma solução de HNO₃ (1:1). O cobre oxidou-se para Cu²⁺ e o grafite, separado por filtração, foi lavado e seco na estufa a 110 °C. A solução do filtrado, contendo o cobre, foi armazenada e posteriormente utilizada na preparação do óxido misto.

2.3. Obtenção do óxido misto de cobre (OMC)

A obtenção do óxido misto foi realizada em um béquer de 600 mL, com agitação magnética. A dissolução do material de FePO₄ foi realizada em 15,0 mL de ácido clorídrico 1:1 v/v para 4,8022 g de FePO₄ com aquecimento até secagem. Adicionaram-se aproximadamente 400 mL de água destilada e 25,0 mL da solução contendo Cu²⁺ proveniente do material anódico da bateria LFP. O sistema foi mantido em agitação constante a 80 °C, até redução do volume. Em seguida, adicionou-se lentamente 50,0 mL de solução de NH₄OH 28% (v/v), por gotejamento, sob agitação e aquecimento. O material resultante foi seco em estufa a 80 °C, por 48 horas, e dividido em duas partes iguais.

Em uma parte do material obtido, foi adicionado o grafite do material catódico da bateria, previamente separado. Ambas as partes, com e sem a adição de grafite, foram levadas a um aquecimento ao ar em forno mufla, para calcinação a $700\text{ }^\circ\text{C}$ por 4 horas. Após a calcinação, obteve-se dois óxidos mistos: OMC (sem adição de grafite) e OMCG (com adição de grafite).

A figura 2 mostra o fluxograma do procedimento adotado para a recuperação dos materiais e obtenção dos óxidos mistos OMC e OMCG.

2.4. Caracterização dos materiais

A caracterização do material catódico foi realizada por difratometria de raios-X (DRX) para identificação das fases cristalinas. A caracterização dos óxidos mistos foi realizada por análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de fourier (FTIR), difratometria de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET). A caracterização da superfície do óxido misto foi realizada por espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS).

As análises de DRX foram feitas usando um difratômetro D8 Discover (Bruker, EUA), com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406\text{ \AA}$), com taxa de varredura de $1,0^\circ\text{ min}^{-1}$, com ângulo 2θ no intervalo de 10° e 90° . A análise de FTIR foi realizada através de um espectrômetro FT-IR/FT-NIR Spectrum 400 (PerkinElmer). As análises de MEV foram obtidas em um equipamento Superscan SSX-500 (Shimadzu, Japão) operando a 20 kV na ampliação de 2500x. As análises de EDS foram realizadas utilizando um detector de energia XFlash® Detector 6110 (Bruker

Nano GmbH, Alemanha) acoplado ao MEV. As análises de MET foram obtidas em um equipamento JEOL/JEM-1400 (JEOL, Japão) operando a 120 kV nas escalas de 2 μm , 100 μm , 200 μm e 500 μm .

2.5. Aplicação do material como fotocatalisador

A descoloração da solução do corante azul metileno (AM) na concentração de $25,0\text{ mg L}^{-1}$, utilizando os materiais sintetizados (OMC e OMCG) como fotocatalisadores foi avaliada em $\text{pH} = 6,2$. Cada experimento foi realizado em um béquer de 100 mL, nas seguintes condições: (1) Sistema I: Apenas 25,0 mL de solução de AM; (2) Sistema II: 25,0 mL de solução de AM + 1,0 mL de H_2O_2 $0,03\text{ mol L}^{-1}$; (3) Sistema III: 25,0 mL de solução de AM + 10 mg de OMC e (4) Sistema IV: 25,0 mL de solução de AM + 1,0 mL de H_2O_2 $0,03\text{ mol L}^{-1}$ + 10 mg de OMC; Sistema V: 25,0 mL de solução de AM + 10 mg de OMCG; Sistema VI: 25,0 mL de solução de AM + 1,0 mL de H_2O_2 $0,03\text{ mol L}^{-1}$ + 10 mg de OMCG. Foi realizada uma etapa prévia de adsorção em todos os sistemas por 60 minutos no escuro e depois com a presença de luz UV com o processo foto Fenton que iniciou com a adição de peróxido de hidrogênio por 90 minutos de ensaio, e avaliando o período de adsorção. A eficiência do processo de descoloração foi avaliada utilizando um espectrofotômetro UV/Visível modelo DR 5000 após os tempos predeterminados (15, 30, 45, 60 e 90 minutos) para os sistemas I, II, III, IV, V e VI sob radiação UV utilizando uma cabine de luz da T&M INSTRUMENTS® CL6I-45S, com fonte de luz ultravioleta (comprimento de onda igual a 253,7 nm, potência de 18 W e intensidade de radiação de $282\text{--}294\text{ W m}^{-2}$).

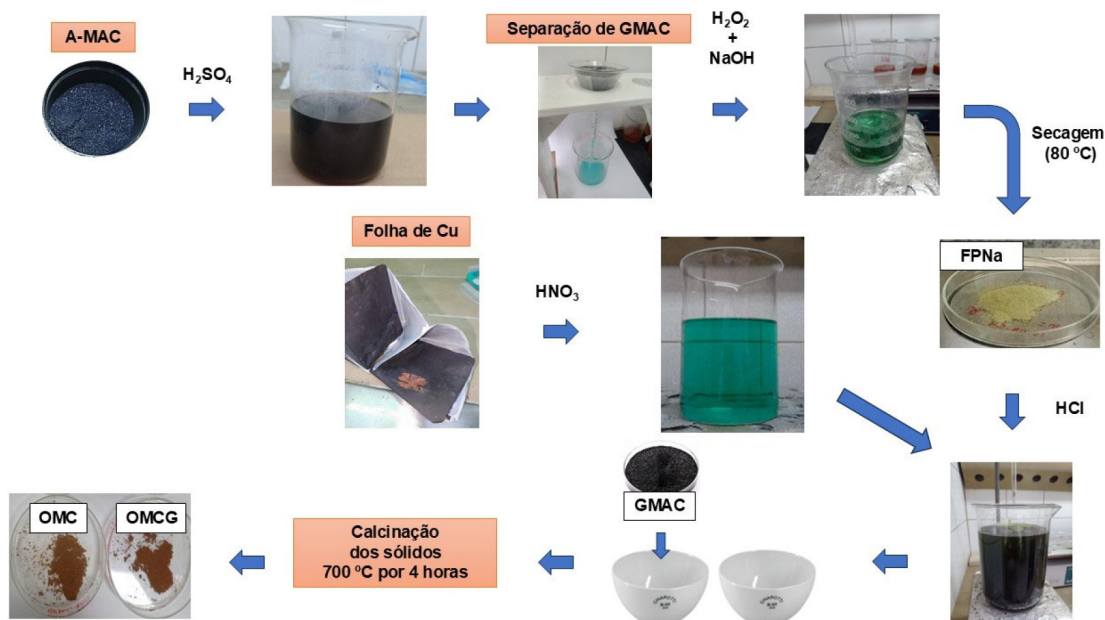


Figura 2. Fluxograma do procedimento para recuperação dos materiais da bateria e obtenção dos óxidos mistos

As eficiências de adsorção e de descoloração (E_{desc}) foram calculadas conforme a Equação 5

$$E_{\text{desc}} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad (5)$$

onde C_0 (mg L⁻¹) é a concentração inicial e C_t (mg L⁻¹) a concentração no tempo t da solução de AM.

3. Resultados e Discussões

3.1. Caracterização do material do cátodo da bateria LFP exaurida por MEV e DRX

Foi realizada uma análise de DRX do material do cátodo da bateria do tipo LFP exaurida, como mostrado na Figura 3. O difratograma apresenta picos característicos e bem definidos de LiFePO₄ e de FePO₄, conforme ICDD 00-019-0721 e ICDD 96-152-5577, respectivamente, representando uma composição típica de A-MAC.^{5,6} O material também apresenta grafite em sua composição, conforme ICDD 00-008-0415 (Figura 4).

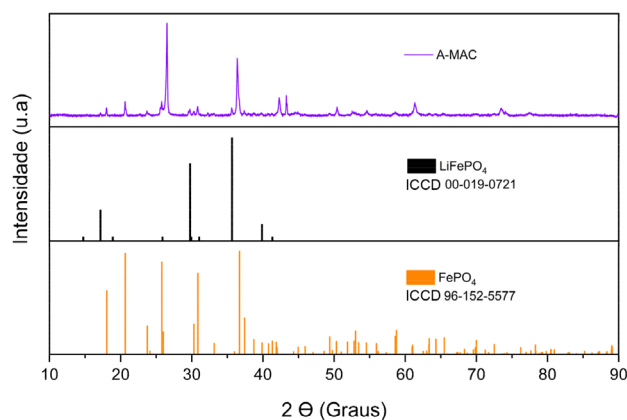


Figura 3. DRX do A-MAC da bateria do tipo LFP

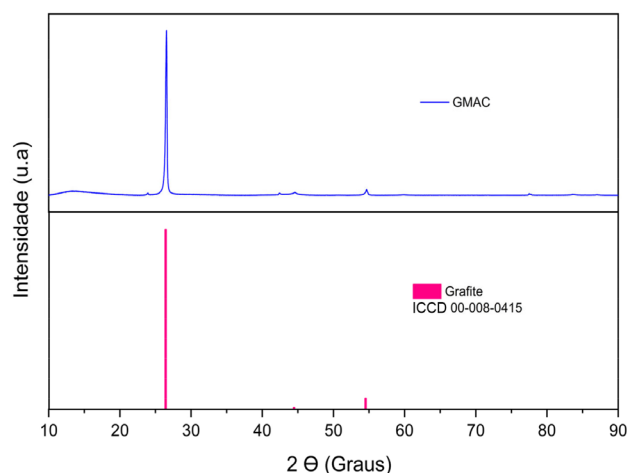


Figura 4. Difratograma do resíduo obtido no processo de digestão de A-MAC da bateria do tipo LFP

A Figura 4 apresenta o DRX do resíduo sólido obtido após o processo de lixiviação. O padrão observado é caracterizado predominantemente por picos associados a carbono grafite (ICDD 00-008-0415), indicando que o material residual corresponde majoritariamente ao carbono condutor presente na composição do cátodo. A ausência de picos cristalinos atribuídos ao LiFePO₄ está associada à eficiência de lixiviação.

A imagem do resíduo é mostrada na Figura 5. Observa-se pontos escuros relativos ao carbono do cátodo e pontos brilhantes relativos a Cu proveniente do ânodo.

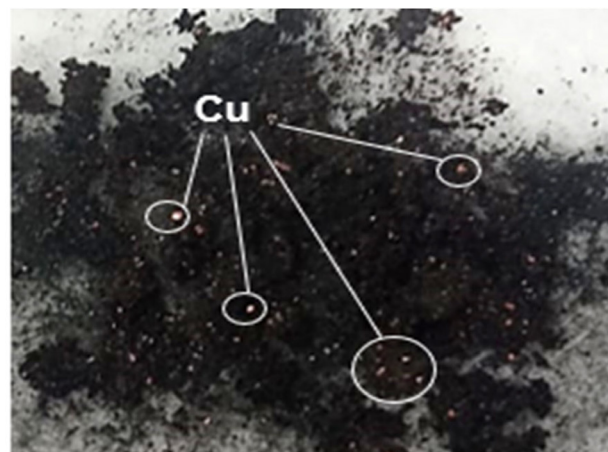


Figura 5. Traços de Cu no resíduo GMAC

3.2. Caracterização dos óxidos mistos por DRX, FTIR, MEV e MET

Na figura 6 estão representados os difratogramas dos óxidos mistos. Observa-se picos característicos aos planos cristalinos do espinélio CuFe₂O₄ (ICDD 01-077-0010). Além disso, o difratograma apresenta fase de Fe₂O₃ (ICDD 01-076-9680) e fases não indexadas possivelmente devido à presença de fosfato residual da etapa de separação.

Os espectros de FTIR dos materiais sintetizados OMC e OMCg são observados na Figura 7. Ambos espectros apresentam perfis semelhantes, e indica a formação de

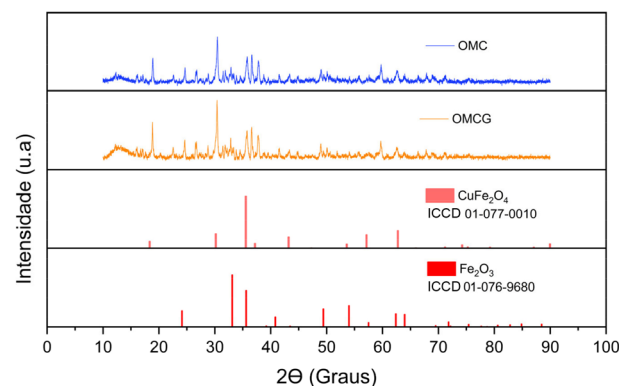


Figura 6. Difratogramas de raios-X para as amostras OMC e OMCg

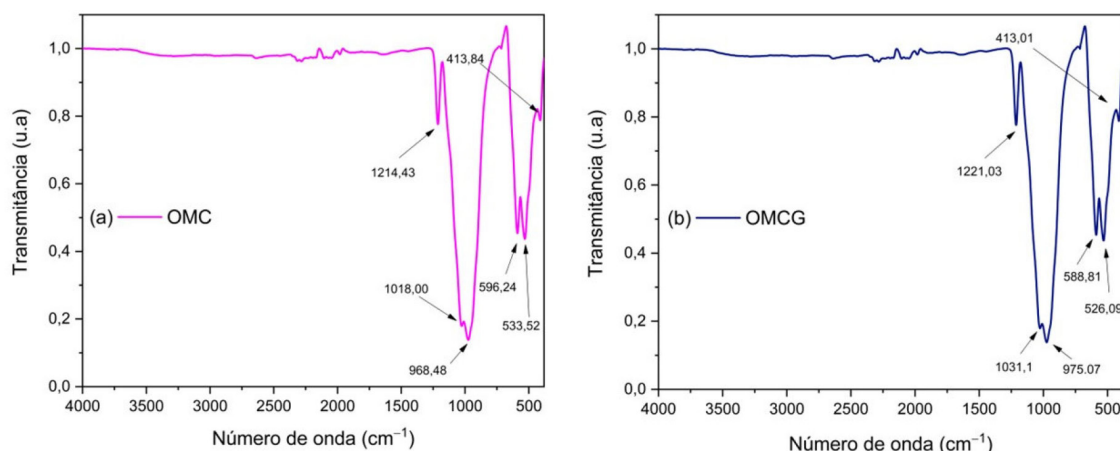


Figura 7. Espectro de FTIR para os materiais sintetizados (a) OMC e (b) OMCG

um óxido misto. As bandas entre $600\text{--}413\text{ cm}^{-1}$ podem ser atribuídas à interação do átomo oxigênio com os metais (O-Cu e O-Fe) das ferritas de cobre.^{40,41} O espectro apresenta ainda, as bandas presentes na faixa de $1200\text{--}970\text{ cm}^{-1}$ características de grupos fosfato (PO_4^{3-}).⁴² Ambos materiais apresentam bandas na região de 1200 cm^{-1} características de vibrações de estiramento das ligações P=O .⁴³ As bandas observadas em 1018 cm^{-1} (OMC) e 1031 cm^{-1} (OMCG) estão relacionadas ao estiramento assimétrico das ligações P-O do grupo fosfato, enquanto as bandas em 968 cm^{-1} (OMC) e 975 cm^{-1} (OMCG) estão associadas a estiramento simétrico das ligações P-O.⁴⁴ Além disso, observa-se uma banda em 413 cm^{-1} em ambos os materiais, e as bandas próximas a 596 (OMC) e 588 (OMCG) cm^{-1} , e 533 (OMC) e 526 (OMCG) cm^{-1} são associadas ao modo de flexão do grupo fosfato.⁴⁵ As bandas de flexão do grupo fosfato podem apresentar sobreposição com as vibrações metal-oxigênio características da ferrita de cobre na região de $400\text{--}600\text{ cm}^{-1}$.

Os materiais sintetizados foram caracterizados por MEV com o objetivo de se obter informações sobre a morfologia das amostras OMC e OMCG (Figura 8).

As imagens de MEV das amostras OMC e OMCG revelam uma morfologia de partículas aglomeradas, típica de óxidos em escala nanométrica.²¹ Observa-se que o catalisador suportado em grafite apresenta partículas menores e mais bem definidas em comparação com o OMC, o que é favorável para aplicações catalíticas, uma vez que partículas menores, em geral, apresentam maior número de sítios ativos para adsorção, etapa inicial do processo de catálise heterogênea.⁴⁶ Esse comportamento pode ser atribuído à estrutura porosa do carbono, que, devido à sua elevada área de superfície, provavelmente inibe a aglomeração das partículas durante o aquecimento.⁴⁷

A Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) foi realizada para as amostras OMC e OMCG, e os resultados estão apresentados nas Figuras 9 e 10. Por meio

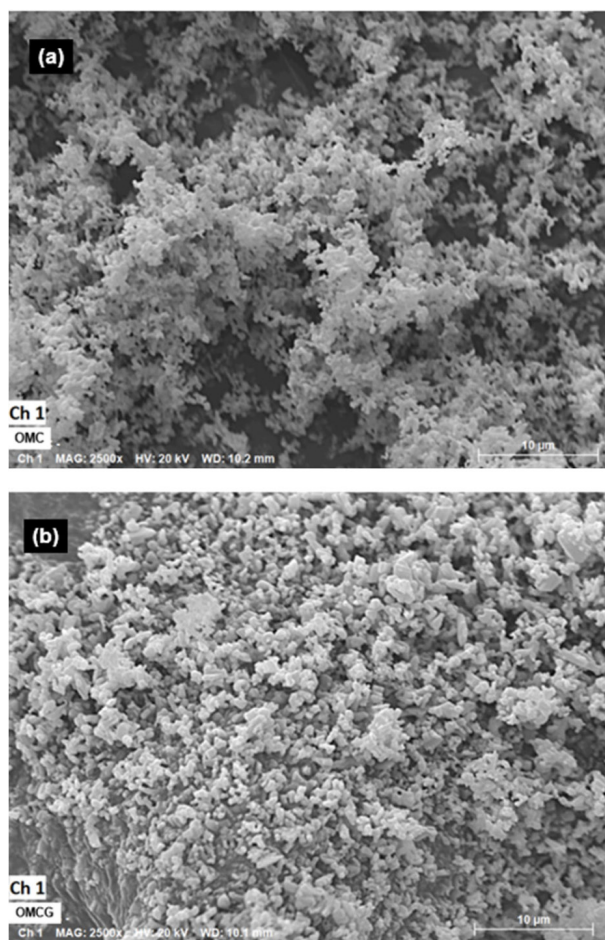


Figura 8. Imagens de MEV para as amostras OMC (a) e OMCG (b)

do mapeamento por EDS, foi possível obter informações sobre a composição dos materiais, constatando que ambos são constituídos de Al, Cu, Fe, O, P, C e Si. A presença de Au nos materiais é atribuída ao uso deste elemento como material condutor na análise de EDS.

As Figuras 11 e 12 apresentam imagens de MET das amostras estudadas em diferentes resoluções. O catalisador OMC apresentou partículas com tamanhos entre 150 e 215

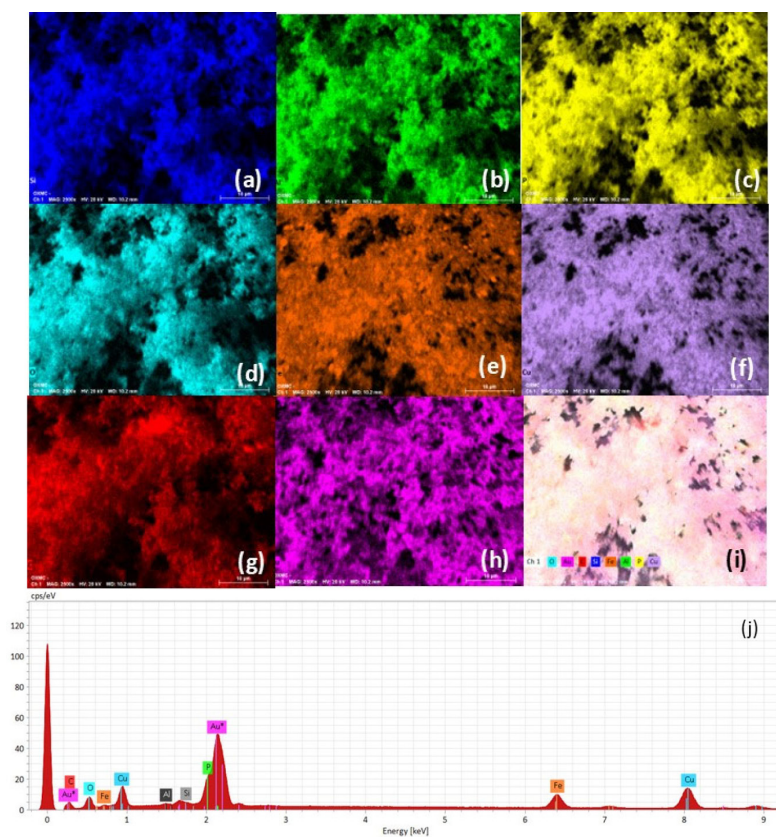


Figura 9. Análise de EDS para o OMC: (a) mapeamento do Si; (b) Al; (c) P; (d) O; (e) Fe; (f) Cu; (g) C; (h) Au; (i) espectro de mapeamento e (j) gráfico do espectro de EDX

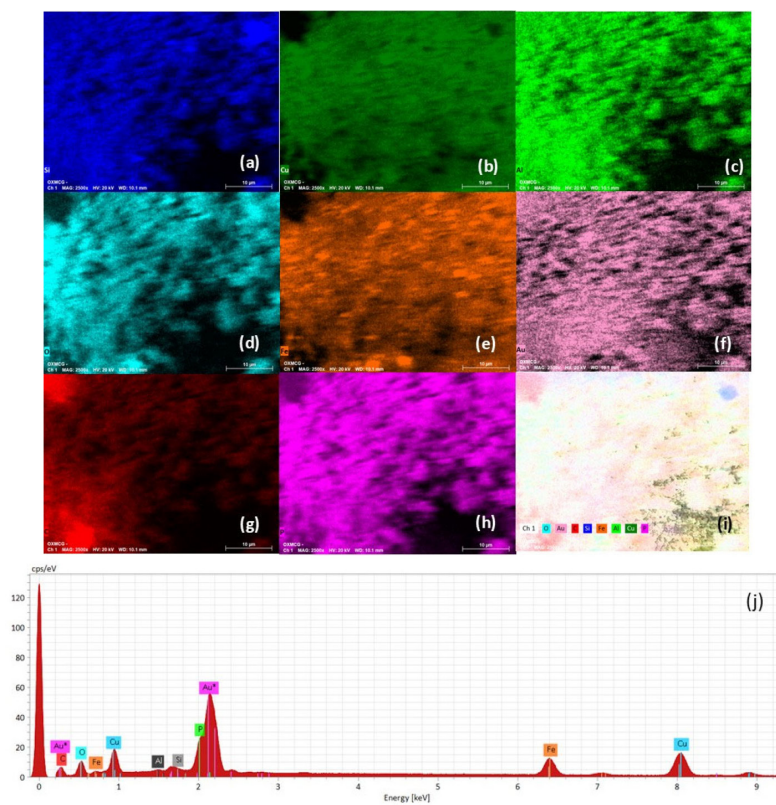


Figura 10. Análise de EDS para o OMCG: (a) mapeamento do Si; (b) Cu; (c) Al; (d) O; (e) Fe; (f) Au; (g) C; (h) P; (i) espectro de mapeamento e (j) gráfico do espectro de EDX

nm, enquanto o OMCG exibiu diâmetros menores, na faixa de 150 a 180 nm. Ambas as amostras estão dentro da escala nanométrica e apresentam morfologia predominantemente arredondada, conforme evidenciado nas micrografias. A formação de estruturas nessa escala é vantajosa, pois favorece o aumento da área de superfície, aspecto relevante para aplicações catalíticas dos materiais sintetizados. Esses resultados estão em concordância com as observações discutidas na análise de MEV. Resultados semelhantes foram reportados por Moura *et al.* (2025),⁴⁸ que sintetizaram um óxido misto $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3@\text{SiO}_2/\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ para aplicação como catalisador na degradação de azul de metileno e em sistemas eletroquímicos, observando partículas com tamanhos inferiores a 200 nm e eficiência de degradação do corante de 100% após 50 minutos de reação.

3.3. Aplicação dos óxidos mistos reciclados como catalisadores na descoloração do corante Azul de Metileno (AM)

A Figura 13 apresenta o monitoramento espectroscópico da descoloração do corante AM utilizando OMC e OMCG como catalisadores. Inicialmente as soluções de AM foram deixadas em contato com o catalisador por 60 minutos no escuro para se avaliar o processo de adsorção (Figura 13a). Após este período, o peróxido de hidrogênio foi adicionado

para iniciar a reação foto Fenton heterogênea. As soluções continham i) somente o corante AM, ii) o corante AM e H_2O_2 , para verificar a influência do H_2O_2 na descoloração, iii) o corante AM e o catalisador, para verificar se o catalisador adsorve o corante, iv) o corante AM, H_2O_2 e catalisador para verificar a eficiência da reação foto Fenton heterogênea. A eficiência de descoloração da solução de AM utilizando os catalisadores OMC e OMCG foi monitorada nos tempos de 15, 30, 45, 60 e 90 minutos.

No estudo de adsorção (Figura 13a) uma redução no pico correspondente ao comprimento de onda de 665 nm indica uma pequena remoção do corante. Os materiais OMC e OMCG como adsorventes na solução do corante AM em pH natural não apresentaram eficiência significativa no tempo estudado, com eficiência de 5,7% (OMC) e 17,9% (OMCG) no tempo de 60 minutos. A capacidade de adsorção de um material pode ser aumentada com variações do pH, modificações da superfície do adsorvente e tempo de contato.^{17,27}

Na sequência de espectros da Figura 13, observa-se a degradação do grupo cromóforo da molécula do corante pela diminuição do pico característico no comprimento de onda de 665 nm. A descoloração praticamente completa ocorre quando foram utilizados os óxidos mistos reciclados em 90 minutos. A redução dos picos no comprimento de onda entre 280 e 350 nm são atribuídos aos anéis benzênicos

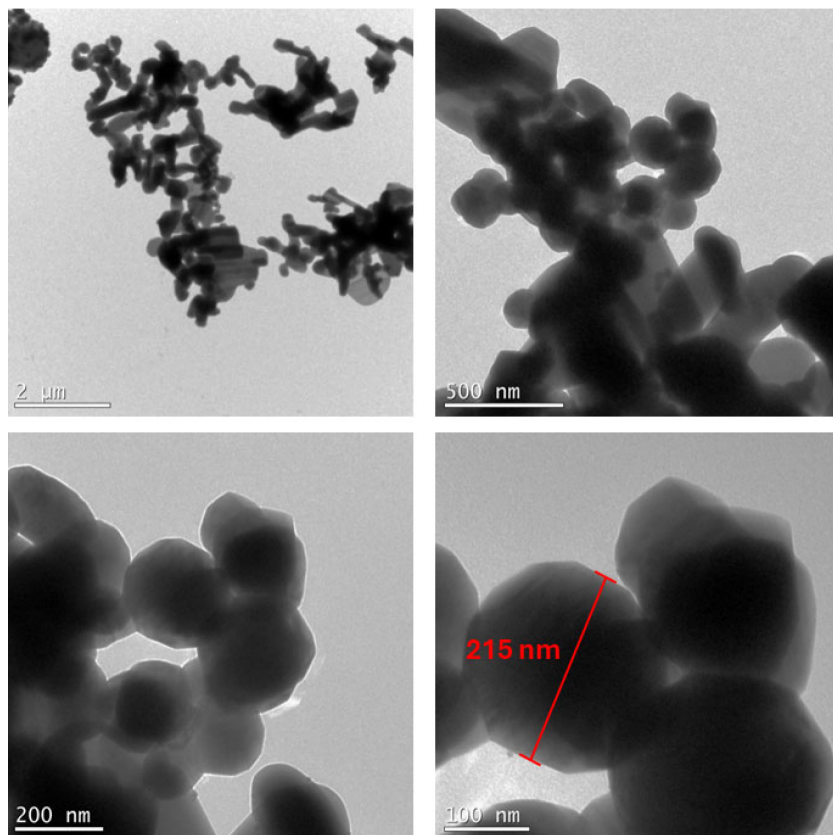


Figura 11. Imagem de MET para o fotocatalisador OMC

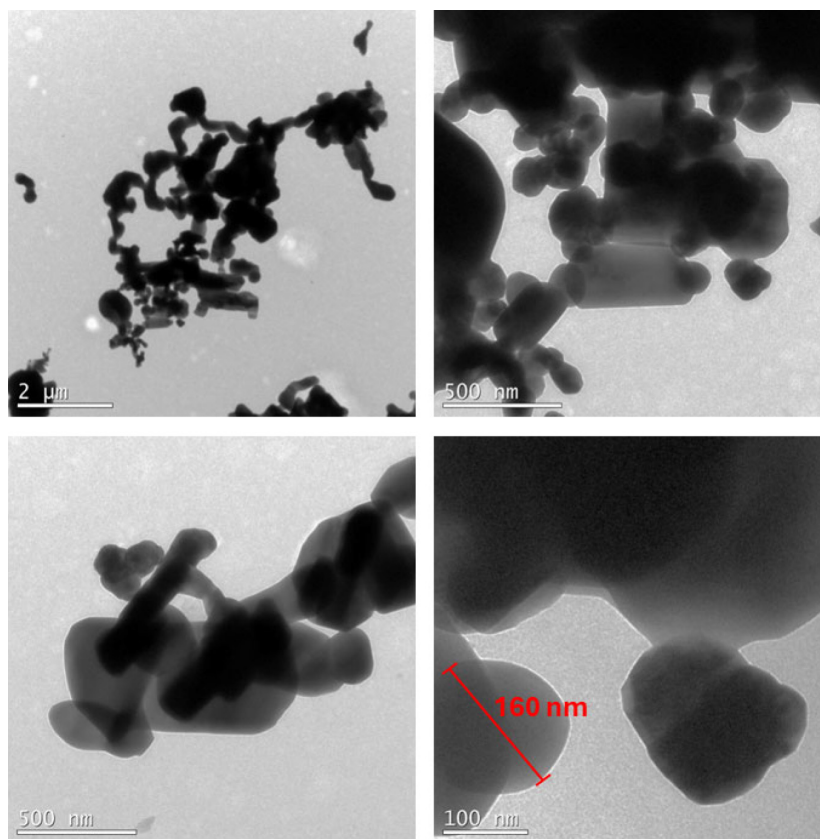


Figura 12. Imagem de MET para o fotocatalisador OMCG

da estrutura do corante e também indica a degradação do corante AM. Na figura 13b verifica-se que o OMCG se destaca em relação ao OMC, de acordo com o pico em 665 nm, demonstrando que o suporte com grafite aumenta a superfície ativa e a reatividade do material.⁴⁹⁻⁵¹ Comparando os óxidos mistos, no processo foto Fenton heterogêneo, observa-se que OMCG apresentou uma eficiência de descoloração de 82% após 30 minutos de reação (Figura 14), enquanto o OMC apresentou o mesmo nível de eficiência em 60 minutos de reação. Após 90 minutos de reação, os catalisadores apresentaram 88,1% (OMC) e 98,3% (OMCG) de eficiência para a degradação do corante AM.

A oxidação de compostos orgânicos em meio aquoso por meio de reações foto Fenton heterogêneo utilizando os catalisadores demonstra ser uma metodologia eficiente. Na presença de Fe(II) na superfície do material, o H_2O_2 pode sequestrar elétrons produzindo radicais hidroxila ($\text{HO}\cdot$), oxidando os poluentes orgânicos, dando início a reações Fenton. Quando há uma irradiação de luz ultravioleta (processo foto Fenton), observa-se um efeito principalmente na cinética do processo, devido a um efeito sinérgico da luz UV e Fe(II) sobre a decomposição do H_2O_2 , gerando mais radicais hidroxila e ocasionando uma aceleração na taxa de regeneração de Fe(II) e promovendo a degradação de compostos orgânicos.^{27,29,38}

A reutilização de catalisadores é outra característica

essencial. Após observar que o material OMCG foi o que respondeu melhor, com uma maior eficiência de degradação do corante AM, este foi selecionado para realizar os testes catalíticos visando o seu reuso, sob as mesmas condições da degradação anteriormente. Foram realizados cinco ciclos utilizando o mesmo material. A Figura 15 apresenta eficiência de degradação obtida para cada ciclo. O desempenho do catalisador OMCG após os cinco ciclos permaneceu significativo, com uma eficiência de $(97,94 \pm 1,96)\%$, demonstrando que o catalisador é reutilizável.

Para o estudo da cinética de reação da descoloração do azul de metileno, o modelo que apresentou um melhor fator de correlação (R^2) foi o de segunda ordem, representado pela equação (6):

$$\frac{1}{C} - \frac{1}{C_0} = kt \quad (6)$$

onde C_0 é a concentração inicial do azul de metileno (AM), C é a concentração de AM no tempo t e k é a constante de velocidade da reação de segunda ordem. Na figura 16 está representado o gráfico da cinética de acordo com o tempo de irradiação (min).

Os valores encontrados para as constantes de segunda ordem e os coeficientes de correlação para os sistemas utilizando OMC e OMCG, nas reações do tipo foto Fenton,

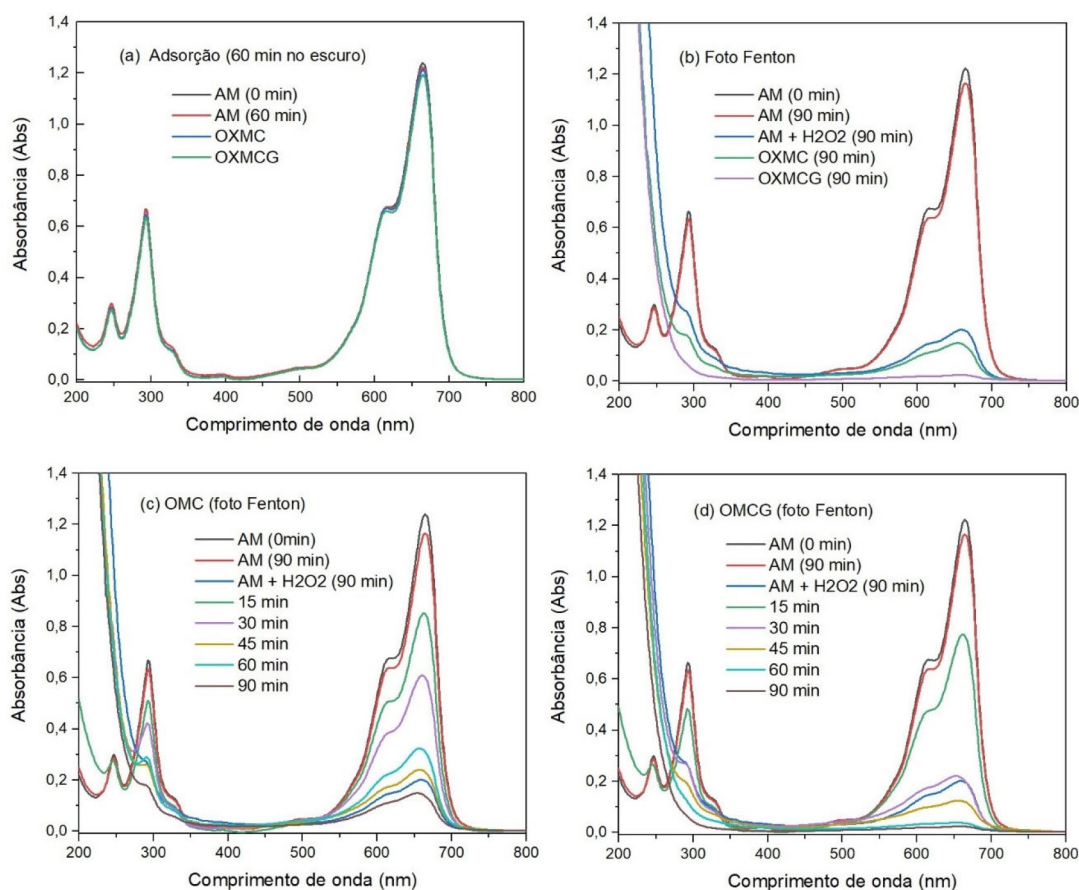


Figura 13. (a) Adsorção; (b) eficiência de descoloração do corante azul de metileno em reações foto Fenton no intervalo de tempo de 90 minutos; (c) processo foto Fenton nos intervalos de tempo de 15, 30, 45, 60 e 90 minutos para o OMC; (d) OXMCG

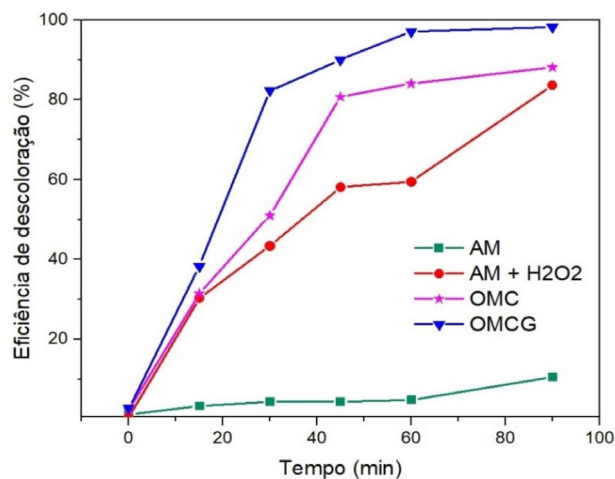


Figura 14. Eficiência de descoloração do corante azul de metileno em reações foto Fenton nos intervalos de tempo de 15, 30, 45, 60 e 90 minutos

são respectivamente iguais a $0,0441 \text{ L mg}^{-1}\text{min}^{-1}$ e $0,9171$; e $0,0722 \text{ L mg}^{-1}\text{min}^{-1}$ e $0,9609$. A constante da velocidade de reação é dependente da formação do radical hidroxila ($\text{OH}^\bullet$), verificando que houve um aumento da taxa para o OXMCG quando comparada ao OMC no processo foto Fenton heterogêneo.

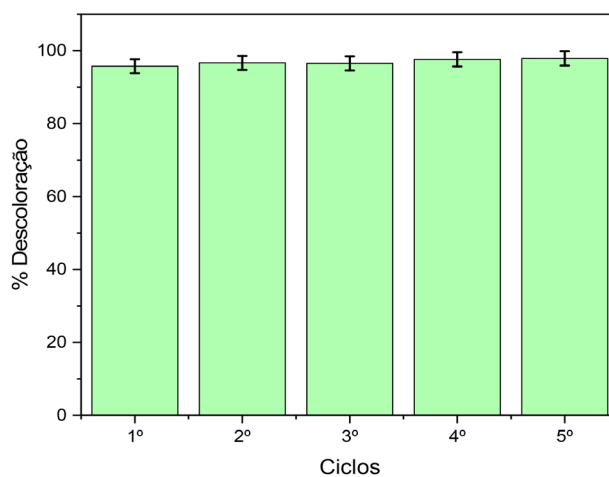


Figura 15. Reutilização do catalisador OXMC na descoloração do corante AM em reações foto Fenton heterogêneo, após cinco ciclos subsequentes

4. Considerações Finais

A síntese dos óxidos mistos a partir do cátodo e do ânodo de bateria automotiva exaurida do tipo LFP, utilizando ácido sulfúrico e o peróxido de hidrogênio como oxidante, resultando em óxidos magnéticos com características

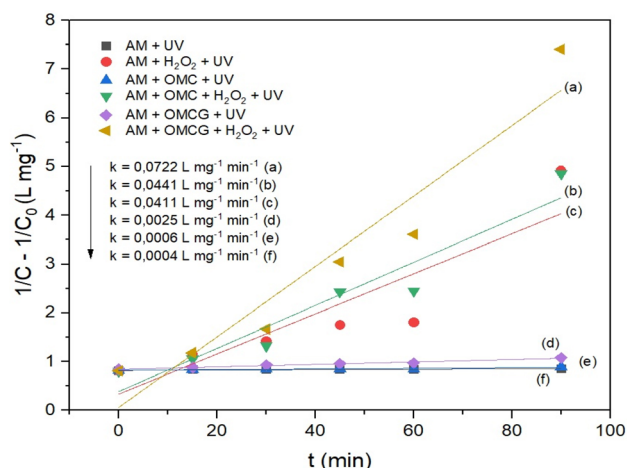


Figura 16. Gráfico do estudo da cinética de segunda ordem da reação de descoloração do corante azul de metileno em reações foto Fenton

satisfatórias para aplicação como catalisadores no processo de remoção de corantes em efluentes industriais. A análise de MEV e MET revelou a presença de partículas em escala nanométrica com formas irregulares e aglomeradas. A análise de DRX indicou picos característicos de ferrita de cobre, enquanto as análises de EDS identificaram a presença de Al, Cu, Fe, O, P, C e Si.

A atividade catalítica dos óxidos mistos foi avaliada na reação foto Fenton heterogêneo. Os resultados mostraram que os materiais apresentaram eficiências de 88% (OMC) e 98% (OMCG) no tempo de 90 minutos, evidenciando que o suporte de grafite no material melhora o processo de descoloração do corante azul de metileno. O estudo de cinética indicou que as reações seguem uma cinética segunda ordem, com constantes de velocidade e coeficientes de correlação de 0,0441 L mg⁻¹ min⁻¹ e 0,9171 respectivamente, para o OMC, e 0,0722 L mg⁻¹ min⁻¹ e 0,9609 para OMCG.

Assim, conclui-se que a reciclagem de baterias esgotadas do tipo LFP se apresenta como uma estratégia eficaz para reduzir os impactos ambientais associados ao descarte inadequado e à exploração mineral. A recuperação e reutilização de seus componentes, tanto na produção de novas baterias quanto na síntese de novos materiais que podem ser utilizados como catalisadores no processo de remoção de corantes. Além disso, alta estabilidade do material foi observada após os cinco ciclos de reutilização, o que demonstra que esse material pode ser usado como um promissor catalisador no tratamento de efluentes contendo corantes pelo processo foto Fenton, contribuindo para a promoção de uma economia circular, garantindo a sustentabilidade ambiental.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), à Coordenação de Aperfeiçoamento

de Pessoal de Nível Superior (CAPES) – código de financiamento 001, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Espírito Santo (FAPES). Em especial, os autores gostariam de agradecer ao Laboratório Multiusuário de Instrumentação - LabMInst (LabPetro-UFES, Brasil) pelas análises de FTIR (Acordo de Cooperação Técnica nº 0050.0022844.06.4), DRX (Acordo de Cooperação Técnica nº CT-Infra 01/2007-FINEP 0202/08), e Laboratório de Ultraestrutura Celular Carlos Alberto Redins (LUCCAR) pelas análises de MEV, EDS e MET.

Referências Bibliográficas

- Almeida, J. R.; Moura, M. N.; Barrada, R. V.; Barbieri, E. M. S.; Carneiro, M. T. W. D.; Ferreira, S. A. D.; Lelis, M. de F. F.; de Freitas, M. B. J. G.; Brandão, G. P.; Composition analysis of the cathode active material of spent Li-ion batteries leached in citric acid solution: A study to monitor and assist recycling processes. *Science of The Total Environment* **2019**, 685, 589. [Crossref]
- Zubi, G.; Dufo-López, R.; Carvalho, M.; Pasaoglu, G.; The lithium-ion battery: State of the art and future perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2018**, 89, 292. [Crossref]
- Leal, V. M.; Ribeiro, J. S.; Coelho, E. L. D.; Freitas, M. B. J. G.; Recycling of spent lithium-ion batteries as a sustainable solution to obtain raw materials for different applications. *Journal of Energy Chemistry* **2023**, 79, 118. [Crossref]
- Liu, C.; Lin, J.; Cao, H.; Zhang, Y.; Sun, Z.; Recycling of spent lithium-ion batteries in view of lithium recovery: A critical review. *Journal of Cleaner Production* **2019**, 228, 801. [Crossref]
- Kumar, J.; Shen, X.; Li, B.; Liu, H.; Zhao, J.; Selective recovery of Li and FePO₄ from spent LiFePO₄ cathode scraps by organic acids and the properties of the regenerated LiFePO₄. *Waste Management* **2020**, 113, 32. [Crossref] [PubMed]
- Kumar, J.; Neiber, R. R.; Park, J.; Soomro, R. A.; Greene, G. W.; Mazari, S. A.; Seo, H. Y.; Lee, J. H.; Shon, M.; Chang, D. W.; Cho, K. Y.; Recent progress in sustainable recycling of LiFePO₄-type lithium-ion batteries: Strategies for highly selective lithium recovery. *Chemical Engineering Journal* **2022**, 431, 133993. [Crossref]
- Costa, C. M.; Barbosa, J. C.; Gonçalves, R.; Castro, H.; Campo, F. J. D.; Lanceros-Méndez, S.; Recycling and environmental issues of lithium-ion batteries: Advances, challenges and opportunities. *Energy Storage Materials* **2021**, 37, 433. [Crossref]
- Freitas, M. B. J. G.; Garcia, E. M.; Celante, V. G.; Electrochemical and structural characterization of cobalt recycled from cathodes of spent Li-ion batteries. *Journal of Applied Electrochemistry* **2009**, 39, 601. [Crossref]
- Tang, Y.; Zhang, Q.; Li, Y.; Li, H.; Pan, X.; McLellan, B.; The social-economic-environmental impacts of recycling retired EV batteries under reward-penalty mechanism. *Applied Energy* **2019**, 251, 113313. [Crossref]

10. Giza, K.; Pospiech, B.; Gega, J.; Future Technologies for Recycling Spent Lithium-Ion Batteries (LIBs) from Electric Vehicles-Overview of Latest Trends and Challenges. *Energies* **2023**, *16*, 5777. [Crossref]
11. Ivanets, A.; Prozorovich, V.; Roshchina, M.; Sychova, O.; Srivastava, V.; Sillanpää, M.; Methylene blue adsorption on magnesium ferrite: Optimization study, kinetics and reusability. *Materials Today Communications* **2022**, *31*, 103594. [Crossref]
12. Kumari, S.; Sharma, R.; Kondal, N.; Kumari, A.; Alkaline earth metal doped nickel ferrites as a potential material for heavy metal removal from waste water. *Materials Chemistry and Physics* **2023**, *301*, 127582. [Crossref]
13. Wang, J.; Sun, M.; Wang, L.; Xiong, X.; Yuan, W.; Liu, Y.; Liu, S.; Zhang, Q.; Liu, J.; Wang, Y.; Tsang, D. C. W.; High-efficiency removal of arsenic(III) from wastewater using combined copper ferrite@biochar and persulfate. *Chemosphere* **2023**, *336*, 139089. [Crossref] [PubMed]
14. Soufi, A.; Hajjaoui, H.; Elmoubarki, R.; Abdennouri, M.; Qourzal, S.; Barka, N.; Spinel ferrites nanoparticles: Synthesis methods and application in heterogeneous Fenton oxidation of organic pollutants – A review. *Applied Surface Science Advances* **2021**, *6*, 100145. [Crossref]
15. Biazat, L. B.; Ferreira, S. A. D.; Nunes, R. F.; Almeida, Y. L. S.; Moura, Y. M.; Castro, E. V. R.; Lelis, M. F. F.; Optimization of Crystal Violet Dye Degradation in Aqueous Solution by the Fenton Process with Ferrite Prepared from Iron Mining Tailings. *Revista Virtual de Química* **2023**, *15*, 694. [Crossref]
16. Morais, V. S.; Barrada, R. V.; Moura, M. N.; Almeida, J. R.; Moreira, T. F. M.; Gonçalves, G. R.; Ferreira, S. A. D.; Lelis, M. F. F.; Freitas, M. B. J. G.; Synthesis of manganese ferrite from spent Zn-MnO₂ batteries and its application as a catalyst in heterogeneous photo-Fenton processes. *Journal of Environmental Chemical Engineering* **2020**, *8*, 103716. [Crossref]
17. Magnago, L. B.; Betim, F. S.; Almeida, J. R.; Moura, M. N.; Coelho, E. L. D.; Leal, V. M.; Ferreira, S. A. D.; Lelis, M. F. F.; Freitas, M. B. J. G.; Synthesis of SiO₂/ZnO/Fe₂O₃/ZnFe₂O₄ from Spent Alkaline Batteries and Mining Tailings Applied as a Photocatalyst and Pseudocapacitor. *Journal of the Brazilian Chemical Society* **2024**, *35*, e-20230184, 1. [Crossref]
18. Arda, L.; Dogan, N.; Boyraz, C.; Effects of Annealing Temperature on Microstructure and Magnetic Properties of Ni_{0.05}Zn_{0.95}Fe₂O₄ Nanoparticles. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism* **2018**, *31*, 365. [Crossref]
19. Rocha, A. K. S.; Magnago, L. B.; Santos, J. J.; Leal, V. M.; Marins, A. A. L.; Pegoretti, V. C. B.; Ferreira, S. A. D.; Lelis, M. F. F.; Freitas, M. B. J. G.; Copper ferrite synthesis from spent Li-ion batteries for multifunctional application as catalyst in photo Fenton process and as electrochemical pseudocapacitor. *Materials Research Bulletin* **2019**, *113*, 231. [Crossref]
20. Nikazar, S.; Barani, M.; Rahdar, A.; Zoghi, M.; Kyzas, G. Z.; Photo-and magnetothermally responsive nanomaterials for therapy, controlled drug delivery and imaging applications. *ChemistrySelect* **2020**, *5*, 12590. [Crossref]
21. Neves, T. R.; Schildt, L. F. L.; Silva, M. L. L. S. e; Vasconcelos, V. V. V.; Di Conzo, C.; Mura, F.; Rossi, M.; Varvaro, G.; Abdollahimi, M.; Quaranta, S.; Ferreira, S. A. D.; Paris, E. C.; Magnetic CuFe₂O₄ Nanoparticles Immobilized on Modified Rice Husk-Derived Zeolite for Chlorogenic Acid Adsorption. *Magnetochemistry* **2024**, *10*, 87. [Crossref]
22. Kharazi, P.; Rahimi, R.; Rabbani, M.; Copper ferrite-polyaniline nanocomposite: Structural, thermal, magnetic and dye adsorption properties. *Solid State Sciences* **2019**, *93*, 95. [Crossref]
23. Yang, Y. J.; Jiang, C.; Chen, S.; Wang, N.; Yang, P.; Liu, M.; Cheng, Y.; Direct growth of hierarchical CoFe₂O₄ flower-like nanoflake arrays on Ni foam for high performance asymmetrical supercapacitor. *Journal of Electroanalytical Chemistry* **2022**, *918*, 116385. [Crossref]
24. Raimundo, R. A.; Silva, V. D.; Ferreira, L. S.; Loureiro, F. J. A.; Fagg, D. P.; Macedo, D. A.; Gomes, U. U.; Gomes, R. M.; Soares, M. M.; Morales, M. A.; High magnetic moment of nanoparticle-sphere-like Co, Fe based composites and alloys prepared by proteic sol-gel synthesis: Structure, magnetic study and OER activity. *Journal of Alloys and Compounds* **2023**, *940*, 168783. [Crossref]
25. Ahmad, S. I.; Nano cobalt ferrites: Doping, Structural, Low-temperature, and room temperature magnetic and dielectric properties – A comprehensive review. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **2022**, *562*, 169840. [Crossref]
26. Özçelik, S.; Copper Ferrite Nanoparticles: Structural, Magnetic, Optical, Photocatalytic Activity and Blood Compatibility Properties. *BioNanoScience* **2023**, *13*, 958. [Crossref]
27. Moura, M. N.; Campos, A. C. S.; Neves, V. L. O.; Polonini, V. P.; Almeida, J. R.; Magnago, L. B.; Ferreira, S. A. D.; Marques, F. C.; Freitas, M. B. J. G.; Lelis, M. F. F.; Aplicação da lama de beneficiamento de rochas ornamentais como catalisador no processo foto fenton para a descoloração de corante em solução aquoso. *Química Nova* **2024**, *47*, e-20240069, 1. [Crossref]
28. Khemila, B.; Merzouk, B.; Chouder, A.; Zideldhir, R.; Leclerc, J. P.; Lapique, F.; Removal of a textile dye using photovoltaic electrocoagulation. *Sustainable Chemistry and Pharmacy* **2018**, *7*, 27. [Crossref]
29. Ma, D.; Yi, H.; Lai, C.; Liu, X.; Huo, X.; An, Z.; Li, L.; Fu, Y.; Li, B.; Zhang, M.; Qin, L.; Liu, S.; Yang, L.; Critical review of advanced oxidation processes in organic wastewater treatment. *Chemosphere* **2021**, *275*, 130104. [Crossref] [PubMed]
30. Khan, W. U.; Ahmed, S.; Dhoble, Y.; Madhav, S.; A critical review of hazardous waste generation from textile industries and associated ecological impacts. *Journal of the Indian Chemical Society* **2023**, *100*, 100829. [Crossref]
31. Raj, S.; Singh, H.; Bhattacharya, J.; Treatment of textile industry wastewater based on coagulation-flocculation aided sedimentation followed by adsorption: Process studies in an industrial ecology concept. *Science of the Total Environment* **2023**, *857*, 159464. [Crossref] [PubMed]

32. El Azizi, A.; Bayoussef, A.; Bai, C.; Abou-salama, M.; Mansori, M.; Hakkou, R.; Loutou, M.; Development of clayey ceramic membranes prepared with bio-based additives: Application in water and textile wastewater treatment. *Ceramics International* **2023**, *49*, 5776. [Crossref]
33. Szkoda, M.; Trzeciński, K.; Trykowski, G.; Łapiński, M.; Lisowska-Oleksiak, A.; Influence of alkali metal cations on the photoactivity of crystalline and exfoliated amorphous WO_3 – photointercalation phenomenon. *Applied Catalysis B: Environmental* **2021**, *298*, 120527. [Crossref]
34. Gamo, H.; Hikima, K.; Matsuda, A.; Understanding Decomposition of Electrolytes in All-Solid-State Lithium-Sulfur Batteries. *Chemistry of Materials* **2022**, *34*, 10952. [Crossref]
35. Xue, H.; Wang, X.; Xu, Q.; Dhaouadi, F.; Sellaoui, L.; Seliem, M. K.; Ben Lamine, A.; Belmabrouk, H.; Bajahzar, A.; Bonilla-Petriciolet, A.; Li, Z.; Li, Q.; Adsorption of methylene blue from aqueous solution on activated carbons and composite prepared from an agricultural waste biomass: A comparative study by experimental and advanced modeling analysis. *Chemical Engineering Journal* **2022**, *430*, 132801. [Crossref]
36. Giannakis, M.; Papadopoulos, T.; Supply chain sustainability: A risk management approach. *International Journal of Production Economics* **2016**, *171*, 455. [Crossref]
37. Thomas, N.; Dionysiou, D. D.; Pillai, S. C.; Heterogeneous Fenton catalysts: A review of recent advances. *Journal of Hazardous Materials* **2021**, *404*, 124082. [Crossref] [PubMed]
38. Ferreira, S. A. D.; Donadia, J. F.; Gonçalves, G. R.; Teixeira, A. L.; Freitas, M. B. J. G.; Fernandes, A. A. R.; Lelis, M. F. F.; Photocatalytic performance of granite waste in the decolorization and degradation of Reactive Orange 122. *Journal of Environmental Chemical Engineering* **2019**, *7*, 103144. [Crossref]
39. Almeida, J.; Moura, M.; Magnago, L.; Rocha, A.; Coelho, E.; Ferreira, S.; Lelis, M. de F.; de Freitas, M.; Sustainable Recycling of Spent Li-Ion Batteries and Iron Ore Tailings for Cobalt Ferrite Synthesis and Its Dual Applications as a Photocatalyst in Solar Photo-Fenton Process and an Electrochemical Sensor. *Journal of the Brazilian Chemical Society* **2025**, *36*, e-20240137, 1. [Crossref]
40. Khakzad Siuki, M. M.; Bakavoli, M.; Eshghi, H.; Eco-friendly magnetic clinoptilolite containing $\text{Cu}(0)$ nanoparticles (CuNPs/MZN): as a new efficient catalyst for the synthesis of propargylamines via A^3 and KA^2 coupling reactions. *Applied Organometallic Chemistry* **2018**, *32*, e4290, 1. [Crossref]
41. Pang, C. K.; Joseph, C. G.; Farm, Y. Y.; Magnetically recoverable copper ferrite for catalytic ozonation of surfactant-containing simulated laundry wastewater. *Journal of Environmental Chemical Engineering* **2023**, *11*, 111203. [Crossref]
42. Güven, O. C.; Kar, M.; Koca, F. D.; Synthesis of Cherry Stalk Extract Based Organic@Inorganic Hybrid Nanoflowers as a Novel Fenton Reagent: Evaluation of Their Antioxidant, Catalytic, and Antimicrobial Activities. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* **2022**, *32*, 1026. [Crossref]
43. El-Kheshen, A. A.; Abd El Aty, A. A.; Ghoneim, N. A.; Marzouk, M. A.; Antimicrobial activity and FTIR spectral properties of some phosphate glasses and glass–ceramics from the system $\text{P}_2\text{O}_5\text{--NaF--CaF}_2$ and effects of dopants. *SN Applied Sciences* **2019**, *1*, e1016. [Crossref]
44. Ma, Y.; Shen, W.; Yao, Y.; Preparation of Nanoscale Iron (III) Phosphate by Using Ferro-Phosphorus as Raw Material. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* **2019**, *252*, 022032. [Crossref]
45. Frost, R. L.; Xi, Y.; Scholz, R.; Belotti, F. M.; Lopez, A.; Infrared and Raman spectroscopic characterization of the phosphate mineral fairfieldite – $\text{Ca}_2(\text{Mn}^{2+}, \text{Fe}^{2+})_2(\text{PO}_4)_2 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* **2013**, *106*, 216. [Crossref]
46. Karakaş, Z. K.; A comprehensive study on the production and photocatalytic activity of copper ferrite nanoparticles synthesized by microwave-assisted combustion method as an effective photocatalyst. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* **2022**, *170*, 110927. [Crossref]
47. Wang, J.; Sun, X.; Understanding and recent development of carbon coating on LiFePO_4 cathode materials for lithium-ion batteries. *Energy and Environmental Science* **2012**, *5*, 5163. [Crossref]
48. Moura, M. N.; Almeida, J. R.; Magnago, L. B.; Campos, A. C. S.; Coelho, E. L. D.; de Oliveira, T. M.; Neves, T. R.; Ferreira, S. A. D.; Marques, F. C.; Lelis, M. F. F.; Freitas, M. B. J. G.; Recycling of Solid and Electronic Waste for the Synthesis of $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3 @ \text{SiO}_2/\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ and Its Application as a Photocatalyst and Pseudocapacitor. *Journal of the Brazilian Chemical Society* **2025**, *36*, e-20250064. [Crossref]
49. Georgakilas, V.; Otyepka, M.; Bourlinos, A. B.; Chandra, V.; Kim, N.; Kemp, K. C.; Hobza, P.; Zboril, R.; Kim, K. S.; Functionalization of graphene: Covalent and non-covalent approaches, derivatives and applications. *Chemical Reviews* **2012**, *112*, 6156. [Crossref] [PubMed]
50. Grassi, P.; Drumm, F. C.; Georgin, J.; Tonato, D.; Foletto, E. L.; Jahn, S. L.; Preparação, caracterização e avaliação catalítica do composto $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{grafite}$ em reação foto-Fenton. *Matéria (Rio de Janeiro)* **2019**, *24*, e-12434. [Crossref]
51. Dien, L. X.; Chinh, H. D.; Nga, N. K.; Luque, R.; Osman, S. M.; Voskressensky, L. G.; Lam, T. D.; Ishida, T.; Murayama, T.; Facile synthesis of $\text{Co}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2/\text{Carbon}$ Nanocomposite Catalysts from Rice Husk for Low-Temperature CO Oxidation. *Molecular Catalysis* **2022**, *518*, 112053. [Crossref]