



SÍNTESE ASSISTIDA POR MICROONDAS COM EXPOSIÇÃO A 5 E 10 MINUTOS DE FOTOCATALISADOR HÍBRIDO DE TiO_2 , AgNO_3 e CuNO_3

Paulo H. M. Lima¹ Isadora M. S. Rodrigues² Lidiane M. Santos³

¹Instituto Federal de Goiás / Campus Goiânia / Bacharelado em Química - paulo.macedo@estudantes.ifg.edu.br

²Instituto Federal de Goiás / Campus Goiânia / Bacharelado em Química – rosa.miranda@estudantes.ifg.edu.br

³Instituto Federal de Goiás / Campus Goiânia / Bacharelado em Química – lidiane.santos@ifg.edu.br

Palavras-Chave: Fotocatálise, Microondas, Síntese

Introdução

Os corantes sintéticos, por apresentarem alta estabilidade e baixo custo, tornam-se bastante atrativos para a indústria alimentícia e farmacêutica. Atualmente, os azocorantes, uma classe ampla e produzida em laboratório e responsável por cores vibrantes, especialmente amarelos e vermelhos, são os mais utilizados nesses setores. Dentre eles, o Ponceau 4R se destaca por sua fácil aquisição. No entanto, este corante é proibido em diversos países, incluindo os Estados Unidos e o Canadá, devido a evidências científicas que o associam a processos inflamatórios e danos celulares por estresse oxidativo (Yeroshenko et al., 2022).

No processo de tratamento de corantes sintéticos, os métodos atualmente empregados, como a biodegradação, demonstram limitada eficácia na remoção desse tipo de poluente. Consequentemente, surge a demanda por tecnologias mais eficazes para o tratamento de efluentes contendo corantes sintéticos (Askarniya, 2022).

Entre as técnicas atuais de desinfecção, a fotocatalise heterogênea se mostra como uma das mais promissoras, garantindo maior estabilidade do sistema e promovendo uma degradação mais eficiente dos poluentes. Além disso, essa técnica apresenta a vantagem de utilizar apenas água e oxigênio como substratos, simplificando o processo de deterioração (Su et al., 2024)

Considerando as características desejáveis para um fotocatalisador, os materiais à base de dióxido de titânio se destacam como fortes candidatos. Sua estabilidade química, alta atividade catalítica, baixo custo e, principalmente, a não toxicidade os tornam materiais promissores para aplicações que exigem segurança e eficiência (Jo, 2023).

O dióxido de titânio é um material semicondutor que é amplamente utilizado como catalisador devido à sua alta concentração de sítios ativos, boa acessibilidade e excelente difusão de reagentes, o que amplia sua área superficial e capacidade de adsorver corantes e poluentes orgânicos (Santos, 2017)

Catalisadores à base de dióxido de titânio apresentam um desempenho eficaz, mas a dopagem é necessária para otimizar ainda mais o desempenho fotocatalítico. Metais como Cu, Ag, Mn, Ni e Co podem ser utilizados nesse processo, pois reduzem a banda proibida e aumentam a absorção de luz visível (Sivaranjani et al., 2023). Para alcançar um desempenho fotocatalítico ainda mais eficiente, é necessário desenvolver fotocatalisadores inteligentes capazes de absorver melhor a luz visível. Nesse contexto, o cobre atua como armadilha de

portadores de carga, facilitando a transferência de elétrons e lacunas na interface do material (Prajapat *et al.*, 2023).

Na pesquisa de Zabar *et al.* (2022), foi demonstrado que o TiO_2 , com dopagem simultânea com Ag e Cu, apresentou um desempenho significativo. Além dos benefícios em relação ao aprimoramento catalítico, a utilização desses metais é mais custo-efetiva quando comparada a Au, Pt e Pd. Ademais, ambos os metais possuem altas barreiras de Schottky, o que aumenta o caminho de recombinação elétron-buraco e armazena elétrons na superfície do TiO_2 .

Uma das técnicas que podem ser empregadas é a síntese assistida por micro-ondas. A interação das micro-ondas com os íons, moléculas e/ou fase sólidas em dispersão no meio líquido eleva a eficiência de conversão das energias de micro-ondas em energia térmica de forma uniforme, além de oferecer simplicidade, vantagens de processamento e ser considerada um método reacional limpo (Ücker *et al.*, 2023).

As micro-ondas, radiações eletromagnéticas não ionizantes com alta profundidade de penetração, aumentam as taxas de nucleação, reduzindo o tempo de síntese e favorecendo a obtenção de fases e morfologias cristalinas específicas. A eficiência desse processo se deve à interação direta das micro-ondas com a mistura reacional, que absorve a energia e a converte em calor por meio do realinhamento dos dipolos moleculares com o campo elétrico aplicado. Esse mecanismo facilita a dissociação e recombinação de ligações, acelerando as reações (Krishnan *et al.*, 2022).

Empregando a síntese assistida por micro-ondas, este trabalho explora a produção de um fotocatalisador híbrido de TiO_2 dopado com AgNO_3 e CuNO_3 , visando a degradação do corante Ponceau 4R.

Material e Métodos

Inicialmente foi realizado a pesagem do dióxido de titânio (amorfo), nitrato de cobre e nitrato de prata nas respectivas proporções molares [0,049:0,047:0,047]. A mistura reacional ocorreu com a adição de 40 mL de água destilada em exposição no ultrassom por 2 horas, todo esse processo aconteceu em ambiente com ausência de luz.

Após esse processo o material foi centrifugado para a retirada da presença de NO_3^- , sendo este, feito em triplicata com adição de água destilada para a lavagem do sal. Cada centrifugação foi realizada com o tempo de 20 minutos e 9000 rpm.

Após a centrifugação, o material resultante foi transferido para um tubo de teflon e colocado no micro-ondas Mars 6[®]. Foram retiradas duas alíquotas com diferentes tempos de exposição no micro-ondas, sendo a primeira em cinco minutos e a segunda após dez minutos.

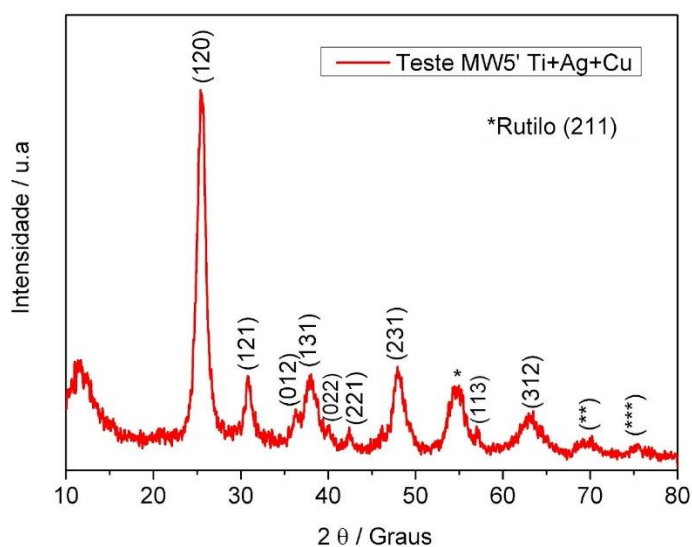
As alíquotas foram então colocadas em cadinhos cerâmicos identificados e levadas a uma estufa para secagem a 140°C por 4 horas. Em seguida, os materiais foram transferidos para uma mufla, onde foram aquecidos a 200°C por 5 horas para promover as mudanças de fases para Anatásio, Rutilo e Brookita. Após o tratamento térmico, os materiais foram macerados em almofariz e pistilo e, posteriormente, armazenados em tubos de microcentrifugação tipo Eppendorf para a caracterização.

Resultados e Discussão

Após a síntese, os materiais apresentaram-se na forma de sólidos com diferentes colorações: o material exposto por 5 minutos exibiu um tom de verde mais claro, enquanto o exposto por 10 minutos teve uma coloração verde mais escura.

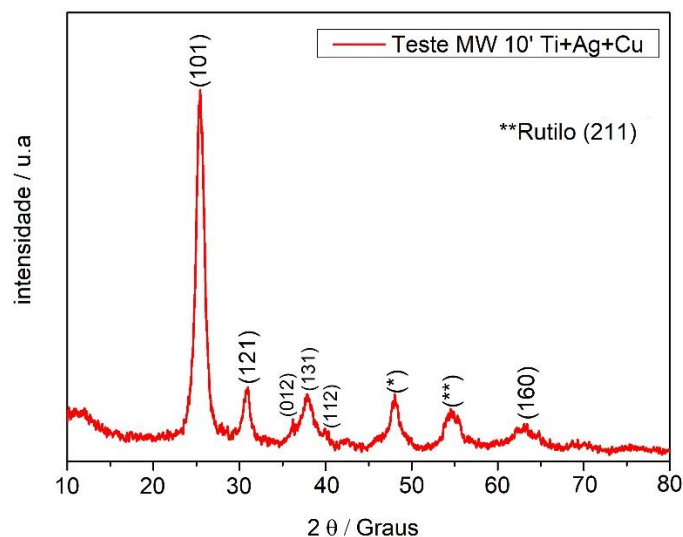
Houve a caracterização pós síntese somente da difratometria de raios X. Filho e Lopes (2013) afirmam que essa metodologia é uma excelente ferramenta quanto ao auxílio na caracterização de materiais semicondutores, tendo como um dos seus principais uso em fases amorfas e cristalinas, reflexão e textura, reação cinética e dentre tantos outros aspectos que poderiam ser observados. Abaixo tem-se os difratogramas quanto as alíquotas de 5 e 10 em exposição no Raios X.

Figura 1: Difratograma alíquota 5 minutos micro-ondas



Fonte: Autoral

Figura 2: Difratograma alíquota 10 minutos micro-ondas



Fonte: Autoral

Nos difratogramas, observou-se uma predominância de picos correspondentes à anatase, com apenas um ou dois picos identificáveis de rutilo. Todo o material foi comparado com a ficha cristalográfica JCPDS para a confirmação das fases cristalinas. Visto que a brookita é de difícil formação e sendo em grande parte dos casos obtida por via hidrotérmica, conseqüentemente é necessário a realização de mais análises (aumentando inclusive o tempo de exposição em raios X) a fim de melhor refinamento dos dados.

O material ainda está em fase de investigação e caracterização, incluindo as seguintes técnicas: Espectrometria de Infravermelho com Transformadas de Fourier (FTIR), Análise de Carbono Total (T.O.C), Análise Superficial e Microscopia Eletrônica de Transmissão. Além disso, é essencial realizar testes fotocatalíticos para avaliar a eficiência de degradação do corante Ponceau 4R, com o objetivo de determinar um percentual aceitável de fotodegradação deste macropoluinte.

Conclusões

Neste trabalho, foi desenvolvido um fotocatalisador híbrido à base de titânio, prata e cobre. Utilizando o método sol-gel assistido por micro-ondas, partiu-se de TiO_2 (amorfo), CuNO_3 e AgNO_3 como precursores. A síntese foi seguida por tratamento térmico em mufla para obtenção do material final.

A caracterização do material sintetizado por difratometria de raios X permitiu identificar as fases cristalinas formadas e avaliar seu potencial para aplicação em processos fotocatalíticos. Os resultados indicam que o material possui características promissoras para a degradação de corantes.

A próxima etapa da pesquisa consiste em avaliar a eficiência fotocatalítica do material na degradação do corante Ponceau 4R. Além disso, serão realizadas caracterizações adicionais para aprofundar o entendimento das propriedades do catalisador e otimizar seu desempenho.

Agradecimentos

Agradeço ao Instituto Federal de Goiás (IFG) pelo apoio e infraestrutura essenciais para a realização deste trabalho.

Referências

YEROSHENKO, G. A.; KINASH O. V.; LYSACHENKO O.D.; GRYGORENKO A. S.; DONETS I. M.; RYABUSHKO O. B.; KLEPETS O. V. The Impact of Ponceau 4R Food Dye on Human and Animal Health: A Literature Review. **Bulletin of Problems in Biology and Medicine**. Poltavskiy State Medical University, Poltava, Ucrânia, 2022. DOI 10.29254/2077-4214-2022-1-163-29-32.

ASKARNIYA, Z.; BARADARAN, S.; SONAWANE, S. H.; BOCZKAJ, G. A comparative study on the decolorization of Tartrazine, Ponceau 4R, and Coomassie Brilliant Blue using persulfate and hydrogen peroxide based Advanced Oxidation Processes combined with Hydrodynamic Cavitation. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 181, 2022.

SU, R.; ZHU, Y.; GAO, B.; LI, Q. Progress on mechanism and efficacy of heterogeneous photocatalysis coupled oxidant activation as an advanced oxidation process for water decontamination. **Water Research**, v. 251, p. 1-15, mar. 2024..

JO, S.; IM, S.; WEON, S.; SHIN, H.; LIM, J. Reduced TiO_2 nanotube arrays as environmental catalysts that enable advanced oxidation processes: a mini review. **Chemical Engineering Journal**, v. 477, p. 1-12, dez. 2023.



SANTOS, Lidiaine Maria. Síntese e Caracterização de TiO₂ com modificações superficiais para aplicação em fotocatalise heterogênea. 2017. 135 f. **Tese (Doutorado em Química) - Programa de Pós-Graduação em Química**, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

SIVARANJANI, S. K.; DURAIRAJ, K.; JAYALAKSHMI, G.; SUMATHI, J.; BALASUBRAMANIAN, B.; CHELLIAPAN, S.; KAMYAB, H.; HASHIM, H.; KAVITHA, D. Efficiency of CuCr₂O₄/Titanium dioxide nanoparticles composite for organic dye removal in aqueous solutions. **Environmental Research**, v. 236, 2023.

PRAJAPAT, K.; MAHAJAN, U.; DHONDE, M.; SAHU, K.; SHIRAGE, P. M. Synthesis and characterization of TiO₂ nanoparticles: Unraveling the influence of copper doping on structural, surface morphology, and optical properties. **Chemical Physics Impact**, v. 8, 2024.

ZABAR, Z.; MERABET, S.; ABDULLAH, A. H.; KHEZAMI, L.; BOUOUDINA, M. Microwave-assisted synthesis of Ag-Cu co-modified TiO₂ catalyst for efficient photocatalytic oxidation of M-cresol. **Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management**, v. 18, p. 1-12, 2022.

ÜCKER, C. L.; ALMEIDA, S. R.; CANTONEIRO, R. G.; DIEHL, L. O.; CAVA, S.; MOREIRA, M. L.; LONGO, E.; RAUBACH, C. W. Study of CaTiO₃-ZnS heterostructure obtained by microwave-assisted solvothermal synthesis and its application in photocatalysis. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 172, p. 1-10, 2023.

KRISHNAN, R.; SHIBU, S. N.; POELMAN, D.; BADYAL, A. K.; KUNTI, A. K.; SWART, H. C.; MENON, S. G. Recent advances in microwave synthesis for photoluminescence and photocatalysis. **Materials Today Communications**, v. 32, p. 1-10, 2022.

FONSECA FILHO, H. D. da; LOPES, G. A. C. Avanços em caracterização de amostras sólidas cristalinas através de difratometria de raios-X. **Portal de Periódicos UNIFAP**, Macapá, v. 3, p. 1-12, 2013.