



A Produção do Conhecimento na Engenharia Química

**Carmen Lúcia Voigt
(Organizadora)**



A Produção do Conhecimento na Engenharia Química

**Carmen Lúcia Voigt
(Organizadora)**

2019 by Atena Editora
Copyright © Atena Editora
Copyright do Texto © 2019 Os Autores
Copyright da Edição © 2019 Atena Editora
Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira
Diagramação: Natália Sandrini
Edição de Arte: Lorena Prestes
Revisão: Os Autores



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição Creative Commons. Atribuição 4.0 Internacional (CC BY 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores. Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Conselho Editorial

Ciências Humanas e Sociais Aplicadas

Profª Drª Adriana Demite Stephani – Universidade Federal do Tocantins
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Alexandre Jose Schumacher – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Deyvison de Lima Oliveira – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Edvaldo Antunes de Faria – Universidade Estácio de Sá
Prof. Dr. Eloi Martins Senhora – Universidade Federal de Roraima
Prof. Dr. Fabiano Tadeu Grazioli – Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie di Maria Ausiliatrice
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Profª Drª Keyla Christina Almeida Portela – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Mato Grosso
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Marcelo Pereira da Silva – Universidade Federal do Maranhão
Profª Drª Miranilde Oliveira Neves – Instituto de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Rita de Cássia da Silva Oliveira – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Sandra Regina Gardacho Pietrobon – Universidade Estadual do Centro-Oeste
Profª Drª Sheila Marta Carregosa Rocha – Universidade do Estado da Bahia
Prof. Dr. Rui Maia Diamantino – Universidade Salvador
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Ciências Agrárias e Multidisciplinar

Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Alexandre Igor Azevedo Pereira – Instituto Federal Goiano
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Diocléa Almeida Seabra Silva – Universidade Federal Rural da Amazônia
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Júlio César Ribeiro – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas

Ciências Biológicas e da Saúde

Prof. Dr. Benedito Rodrigues da Silva Neto – Universidade Federal de Goiás
Prof. Dr. Edson da Silva – Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri
Profª Drª Elane Schwinden Prudêncio – Universidade Federal de Santa Catarina
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. José Max Barbosa de Oliveira Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Profª Drª Magnólia de Araújo Campos – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande

Ciências Exatas e da Terra e Engenharias

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto
Prof. Dr. Alexandre Leite dos Santos Silva – Universidade Federal do Piauí
Profª Drª Carmen Lúcia Voigt – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Neiva Maria de Almeida – Universidade Federal da Paraíba
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)	
P964	A produção do conhecimento na engenharia química [recurso eletrônico] / Organizadora Carmen Lúcia Voigt. – Ponta Grossa, PR: Atena Editora, 2019. Formato: PDF Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader. Modo de acesso: World Wide Web. Inclui bibliografia ISBN 978-85-7247-747-5 DOI 10.22533/at.ed.475190611 1. Engenharia química – Pesquisa – Brasil. I. Voigt, Carmen Lúcia. CDD 660.76
Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422	

Atena Editora
Ponta Grossa – Paraná - Brasil
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

A Engenharia Química, devido preocupação em desenvolver produtos e processos de produção, é responsável por pesquisas e projetos em relação aos materiais que passam por mudanças físicas e químicas, adquirindo outras características. A manipulação de compostos e substâncias para se criar novos produtos é o foco da Engenharia Química. Estes produtos proporcionam uma melhoria na qualidade de vida humana, pois além de pesquisas relacionadas, existe a preocupação em viabilizar as invenções, criar métodos baratos e eficientes de fabricação em massa, implementar processos químico-industriais cada vez melhores, mais econômicos e mais ecológicos.

O mercado de trabalho na área da Engenharia Química volta-se, por exemplo, para as áreas de energias renováveis (biocombustíveis), para a extração de óleos vegetais e para a produção de ração animal. Há espaço nas indústrias de tintas prediais e automotivas (máquinas agrícolas), nas indústrias têxteis, de cosméticos e higiene pessoal, assim como nas indústrias de tratamento de superfícies metálicas e não metálicas. Os profissionais também podem atuar nas indústrias de transformação dos polímeros, de gemas e joias, de erva-mate, frigoríficas e em laticínios, bem como nas indústrias farmacêuticas e de medicamentos.

Neste volume, organizado para você, apresentamos a produção de conhecimento na Engenharia Química através da realização de pesquisas diversas que abrangem desde nanomateriais na indústria de fármacos, métodos para degradação de poluentes, recuperação e purificação de compostos tanto de origem orgânica ou inorgânica, métodos de adsorção de corantes, até síntese de materiais, como óxido de grafeno e zeólita sodalita, por questões ambientais e energéticas.

Com base nestes trabalhos, convidamos você a aprimorar seus conhecimentos na área da Engenharia Química. Os trabalhos selecionados oportunizam uma nova visão de materiais, métodos e técnicas, mostrando a produção de conhecimento na área bem como o impacto tecnológico no desenvolvimento da indústria e sua relação direta com a sociedade e meio ambiente.

Boa leitura.

Carmen Lúcia Voigt

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
NANOMATERIAIS NA INDÚSTRIA DE FÁRMACOS	
Marlucia Ribeiro Barbosa Bourguignon	
Mariana César	
Iara Sperandio	
Damaris Guimarães	
DOI 10.22533/at.ed.4751906111	
CAPÍTULO 2	11
PRODUÇÃO DE FOTOCATALISADORES PARA DEGRADAÇÃO DOS HORMÔNIOS 17 β -ESTRADIOL E 17 α -ETINILESTRADIOL	
Ramiro Picoli Nippes	
Sérgio Ursulino Junior	
Tháisa Frossard Coslop	
Mara Heloisa Neves Olsen Scaliante	
DOI 10.22533/at.ed.4751906112	
CAPÍTULO 3	22
MICROENCAPSULAMENTO DE ÓLEOS ESSENCIAIS: CONCEITOS E APLICAÇÕES	
Lidiane Diniz do Nascimento	
Márcia Moraes Cascaes	
Kauê Santana da Costa	
Eloisa Helena de Aguiar Andrade	
Elisângela Lima Andrade	
Cristiane Maria Leal Costa	
Lênio José Guerreiro de Faria	
DOI 10.22533/at.ed.4751906113	
CAPÍTULO 4	36
ANÁLISE TERMODINÂMICA DA FORMAÇÃO DE HIDROGÊNIO E GÁS DE SÍNTESE AO LONGO DA REAÇÃO DE GASEIFICAÇÃO COM ÁGUA SUPERCRÍTICA DO GLICEROL	
Julles Mitoura dos Santos Junior	
Annamaria Doria Souza Vidotti	
Reginaldo Guirardello	
Antônio Carlos Daltro de Freitas	
DOI 10.22533/at.ed.4751906114	
CAPÍTULO 5	49
PERFORMANCE OF A CYCLONE ADAPTED WITH WATER SPRAYERS	
Ana Clara Alves Justi	
Gabriel Henrique Justi	
Mônica Lopes Aguiar	
DOI 10.22533/at.ed.4751906115	

CAPÍTULO 6 62

SISTEMAS AQUOSOS BIFÁSICOS: UMA PLATAFORMA PARA A EXTRAÇÃO E PURIFICAÇÃO DE COMPOSTOS

Luan Vittor Tavares Duarte de Alencar
Laís Maria Santos Passos
Ricardo Porto Santos
Cleide Mara Faria Soares
Álvaro Silva Lima
Ranyere Lucena de Souza

DOI 10.22533/at.ed.4751906116

CAPÍTULO 7 75

AVALIAÇÃO DO EQUILÍBRIO DE ADSORÇÃO DO CORANTE AZUL DE METILENO EM BIOCARVÃO PREPARADO POR PIRÓLISE DE CASCA DE EUCALIPTO

Lucas Destefani Paquini
Ueslei Giori Favero
Ruan de Oliveira Alves
Cynthia Pereira dos Santos
Jean Cota Coura
Renato Ribeiro Passos
Luciene Paula Roberto Profeti
Demetrius Profeti

DOI 10.22533/at.ed.4751906117

CAPÍTULO 8 85

INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO, pH E TEMPERATURA NO ESTUDO DA CINÉTICA E EQUILÍBRIO DE ADSORÇÃO DO CORANTE VERMELHO CONGO

Priscila Pereira Silva
Bruno Henrique Peressin Lanzoni
Evandro Roberto Alves

DOI 10.22533/at.ed.4751906118

CAPÍTULO 9 99

TINGIMENTO DE POLIAMIDA ADICIONANDO β -CICLODEXTRINA AO BANHO DE TINGIMENTO

Ana Luísa Alves Musialak
Bruna Thaisa Martins Ferreira
Washington Luiz Félix Santos

DOI 10.22533/at.ed.4751906119

CAPÍTULO 10 106

PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFITE PARA PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS $\text{Cu@TiO}_2/\text{RGO}$ UTILIZADOS COMO FOTOCATALISADORES

Jean César Marinozi Vicentini
Eduardo Sbardellati Barbieri
Gimerson Weigert Subtil
Nathalia Caputo da Silva
Fernanda Ribeiro Gaspar Branco da Silva
Mara Heloisa Neves Olsen Scaliante

DOI 10.22533/at.ed.47519061110

CAPÍTULO 11 118

SÍNTESE DE ZEÓLITA TIPO SODALITA A PARTIR DA CINZA VOLANTE

Emerson Cardoso Rodrigues
José Antônio da Silva Souza
Emanuel Negrão Macêdo
Carlos Augusto da Rocha Junior
Alice dos Prazeres Pinheiro
Romero Moreira de Oliveira
Dilson Nazareno Pereira Cardoso
Wenderson Gomes dos Santos
Bruno Maués Farias

DOI 10.22533/at.ed.47519061111

SOBRE A ORGANIZADORA..... 132

ÍNDICE REMISSIVO 133

PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFITE PARA PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS CU@TIO₂/RGO UTILIZADOS COMO FOTOCATALISADORES

Jean César Marinozi Vicentini

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

Eduardo Sbardellati Barbieri

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

Gimerson Weigert Subtil

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

Nathalia Caputo da Silva

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

Fernanda Ribeiro Gaspar Branco da Silva

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

Mara Heloisa Neves Olsen Scaliante

Universidade Estadual de Maringá, Departamento de Engenharia Química
Maringá – Paraná

RESUMO: Catalisadores estruturados em óxido de grafeno reduzido apresentam muitas características que atendem uma vasta gama de requisitos para suas aplicações, apresentam boa condutividade eletrônica, excelente

para aplicação na área da fotocatalise e na de capacitores, apresentam elevada área específica, o que é fundamental para ótimos resultados na área da adsorção dentre outras. O método convencional de obtenção do óxido de grafeno exige condições muito severas, o que compromete não só o meio ambiente bem como o gasto energético. Os objetivos deste trabalho foram modificar a síntese do óxido de grafeno, retirando o nitrato de sódio e reduzindo a temperatura de oxidação de 100 °C para 40 °C, e também de estruturar um catalisador ternário contendo cobre, titânio e óxido de grafeno reduzido. Os resultados obtidos comprovaram a oxidação dos flocos de grafite e posterior redução, tornando o material propício para receber os demais metais.

PALAVRAS-CHAVE: Grafeno; Hammers modificado; DRX; ATR; Raman

ABSTRACT: Structured low graphene oxide catalysts have many characteristics that meet a wide range of requirements for their applications, have good electron conductivity, excellent for photocatalysis and capacitor applications, have high specific area, which is critical for optimal results. in the area of adsorption among others. The conventional method of obtaining graphene oxide requires very severe conditions, which compromises not only the environment but also energy expenditure. The objectives of this work

were to modify the synthesis of graphene oxide, removing sodium nitrate and reducing the oxidation temperature from 100 °C to 40 °C, also to structure a ternary catalyst containing copper, titanium and reduced graphene oxide. The obtained results proved the oxidation of the graphite flakes and subsequent reduction, making the material suitable for receiving the other metals.

KEYWORDS: Graphene; modified Hammers; DRX; ATR; Raman.

1 | INTRODUÇÃO

Com a demanda crescente de emissão de poluição na atmosfera a busca por fontes alternativas de energia se faz necessária, assim como tecnologias que minimizem os efeitos causados pela emissão de CO₂ na atmosfera, uma vez que 85% da energia consumida advém da queima de combustíveis fósseis. Neste contexto a fotocatalise se destaca, tanto para a geração de energia limpa, quanto para tecnologia para transformar o CO₂ em produtos de valor agregado. Para isto a pesquisa e desenvolvimento de catalisadores são cruciais para o consolidamento destas tecnologias.

Para desenvolver efetivamente um fotocatalisador de semicondutores capaz de empregar energia solar sustentável e segura, várias pré-condições precisam ser satisfeitas: (1) menor intervalo de banda para absorver uma fração maior da energia solar; (2) estabilidade a longo prazo, não ser tóxico, de baixo custo, química e biologicamente inerte; (3) mobilidade eficaz dos portadores de carga fotogerados, (4) alinhamento apropriado da BC e BV com referência ao potencial de redução de água (E_{H_2/H^+}) e oxidação (E_{O_2/H_2O}), respectivamente, para atender aos critérios termodinâmicos de separação de água, (5) resistência a fotocorrosão, (6) estabilidade em meios ácidos e básicos e (7) área de superfície, porosidade devem ser maiores possíveis para fornecimento de mais sítios ativos (NISTHANHI *et al.*, 2018). Para utilizar a energia solar para aplicações é altamente necessário projetar novos fotocatalisadores de alta fotoestabilidade com eficiente absorção de luz visível (UV>400 nm), que corresponde a 43% do espectro solar (DONG *et al.*, 2018). Diversas abordagens têm sido feitas no intuito de utilizar a energia solar como a dopagem de metais, não metais, co-dopagem, heterojunção de catalisadores, esquema z, sensibilização quântica, estrutura núcleo casca entre outras abordagens.

A dopagem, foco deste trabalho, consiste na adição de átomos com um elétron de valência a mais ou a menos do que o elemento do qual é constituído o semicondutor em sua rede cristalina, havendo ou não a substituição (BACCARO & GUTZ, 2018). As propriedades dos materiais fotocatalisadores funcionais são modificadas por doping e o efeito de dopagem nas propriedades fotocatalíticas depende das propriedades físico-químicas do catalisador, método de fabricação, concentração e tipo de dopante. A introdução de dopantes na rede cristalina de semicondutores resulta em mudanças na estrutura cristalina, produzindo semicondutores do tipo *n* ou

do tipo p , dependendo da natureza das impurezas. Os semicondutores do tipo n são produzidos quando as impurezas são capazes de fornecer elétrons extras ao átomo hospedeiro, enquanto os semicondutores do tipo p são capazes de fornecer lacunas de valência extra ao átomo hospedeiro (DONG *et al.*, 2015).

A dopagem com metais ocasiona um estado que induz a absorção de luz na região visível devido a transferência de carga entre BV, BC e os elétrons do dopante metálico. Além disso, os íons metálicos também atuam como armadilhas para os portadores de carga, evitando a recombinação (LI *et al.*, 2015b). Metais nobres como Ru, Rh, Pd, Pt, Au e Ag (Kumar *et al.*, 2018) têm melhor eficiência de conversão de fotoelétrons de luz visível, principalmente devido ao fenômeno de ressonância de plasma de superfície (Li *et al.*, 2015a), sendo Pt o co-catalisador que tem se mostrado mais eficiente na produção fotocatalítica de hidrogênio. Outros metais de baixo custo como Co, Ni e Cu (Jia *et al.*, 2018) também se mostraram eficientes.

Quanto aos catalisadores, o TiO_2 é o mais amplamente utilizado por reunir algumas características como: não ser tóxico, ter baixo custo, insolúvel em água, elevada fotoestabilidade química em uma ampla faixa de pH, possibilidade de imobilização em sólidos, alta atividade catalítica, além de bom potencial de transferência de carga (BUMAJDAD e MADKOUR, 2014). O inconveniente deste óxido é que não pode ser ativo sobre luz visível, devido ao seu largo potencial de band gap, o qual limita sua eficiência como fotocatalisador (LIN *et al.*, 2013).

Quanto a estrutura, o TiO_2 apresenta diferentes formas alotrópicas, sendo as mais conhecidas rutila, anatase e brookita, sendo apenas as fases anatase e rutila que possuem características estruturais adequadas para aplicações fotocatalíticas. Os octaedros em rutila são irregulares, possuindo distorções ortorrômbicas, enquanto os octaedros em anatase são distorcidos com simetria inferior a ortorrômbicas. Tais diferenças causam mudanças na estrutura eletrônica das formas cristalinas de TiO_2 . A banda de valência do TiO_2 é principalmente formada pela sobreposição dos orbitais 2p do oxigênio, enquanto a parte inferior da banda de condução é principalmente constituída pelos orbitais 3d, com simetria t_{2g} , dos cátions Ti^{4+} . Geralmente, anatase é mais ativa que rutilo apesar do *band gap* de 3,0 eV, menor comparada com a do TiO_2 anatase (3,2 eV). Isto pode ser devido a existência de uma banda de condução em uma posição relativamente menos negativa, com menor capacidade de absorção de oxigênio, e uma recombinação mais rápida das cargas fotogeradas em comparação com a fase anatase (KALAIVANI e SUJA, 2016).

É o fotocatalisador mais empregado, desde que Fujisima & Honda (1972) reportaram pela primeira a produção de H_2 utilizando eletrodos de TiO_2 . Até hoje é o semicondutor mais utilizado e estudado devido a sua mobilidade eletrônica e outras características que fazem desse material um excelente candidato para quebra da molécula da água, assim como diversas outras aplicações fotocatalíticas (SCHENEIDER *et al.*, 2014). Afim de contornar os problemas deste fotocatalisador, diversas estratégias podem ser traçadas afim de obter um melhor aproveitamento do

espectro de luz, como dopagem com metais e mudanças estruturais.

A modificação no TiO_2 mais utilizada é a dopagem utilizando principalmente metais, os elétrons foto-excitados são transferidos para a banda de condução do TiO_2 para as partículas de metais como Fe, Zn, Au, Pt, Ni e Cu e as lacunas permanecem na superfície do TiO_2 , ocorrendo dessa forma, a separação dos pares eletrônicos fotogerados. Quando a separação não ocorre, os elétrons e lacunas formados que poderiam ser utilizados para a geração dos produtos de interesse são perdidos por dissipação, gerando energia improdutivo. A dopagem também pode introduzir estados de defeito (estados interband). Dessa forma modificando as propriedades eletrônicas e óticas deste óxido (BUMAJDAD e MAKOUR, 2014).

A adição de cobre aumenta a eficiência fotocatalítica do semicondutor dióxido de titânio devido ao metal agir como um aprisionador de elétrons, reduzindo a probabilidade da recombinação elétron-lacuna TSENG *et al.* (2002). Espécies de cobre como CuO possuem valores de banda de valência e banda de condução dentro da band gap do TiO_2 , o que permite a transferências de elétrons, sendo que CuO tem se mostrado bastante promissor na supressão da recombinação eletrônica (GUI *et al.*, 2014). Outros trabalho como o de Kumar *et al.* (2015) que propuseram uma modificação na estrutura do TiO_2 , preparando nanotubos de óxido e posteriormente dopando com cobre mostraram resultados promissores na produção fotocatalítica de hidrogênio sobre luz solar, segundo os autores o carregamento com até 1,5% de Cu leva a formação de uma bicristalinidade nas nanocavidades causando o deslocamento da banda de condução para níveis mais altos de energia, assim retardando o processo de recombinação eletrônica. Mais tarde Chen *et al.* (2018), mostrou que a dopagem com Cu pode ser tão eficiente quanto Pt, o que reduz significativamente os custos de produção dos fotocatalisadores.

Apesar do efeito de melhoramento nas características do TiO_2 ao inserir metais de transição, ainda se faz necessário considerar o efeito de suporte para os catalisadores. Assim o óxido de grafeno se destaca devido a uma série de benefícios que vão desde a elevada área específica, alta capacidade adsorptiva e excelente mobilidade eletrônica, além de sua composição e forte estabilidade eletroquímica. O termo grafeno não é adequado para designar grafeno feito a partir do óxido de grafeno, por isso é chamada de óxido de grafeno reduzido (RGO), sua vantagem é que é fabricado a partir de matéria prima barata com elevado rendimento frente ao grafeno puro. Sobre irradiação, os elétrons gerados dos nano compostos de grafeno/ fotocatalisador são capturados e migram para a superfície do composto de grafeno, evitando a recombinação dos portadores fotogerados (Yu *et al.*, 2018), sendo ideal para imobilização de semicondutores, uma vez que sua elevada área específica pode dispersar as nanopartículas, evitar aglomerações, fornece sítios ativos de adsorção, centros de reações fotocatalíticas (TAN *et al.*, 2019). A incorporação de RGO no catalisador também minimiza os custos do catalisador uma vez que diminui a quantidade de metais de transição (SHINDE *et al.*, 2018).

Dessa forma o intuito do presente trabalho foi avaliar a síntese do óxido de grafeno a partir de ajustes técnicos do método de Hummers, assim como impregnar o óxido metálico (TiO_2) e dopar o metal de transição cobre para ser utilizado como fotocatalisador promissor em diferentes processos fotocatalíticos, como a quebra da molécula da água e redução fotocatalítica do CO_2 .

2 | METODOLOGIA

2.1 Materiais

Grafite em flocos, ácido sulfúrico, ácido clorídrico, peróxido de hidrogênio, cloreto de cobre ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), isopropóxido de titânio (IV).

2.2 Síntese do Óxido de Grafeno

Pela metodologia de Hummers Modificado, foi inserido em um béquer contendo 60 mL de ácido sulfúrico concentrado, 1 g de grafite em flocos e deixado sob agitação por 30 min de modo a haver intercalação das moléculas de ácido nas lamelas 3D do grafite. Em banho de gelo adicionar 5 g de KMnO_4 pouco a pouco e agitar por mais 30 min. Após a agitação elevar a temperatura para 40 °C e deixar sobre agitação por 5 h. Terminado esse período adicionar gota-a-gota, 60 mL de água desionizada e após completar para 2 L. Finalize adicionando 6 mL de H_2O_2 para consumir o permanganato remanescente, adicionar 1 mL de HCl concentrado e pernoitar. Para a lavagem do óxido de grafeno utilizar de sucessivas lavagens em centrífuga até pH da solução se estabilizar. Deixar secar a 40-50°C até se formar um filme e poder estocar corretamente.

2.3 Síntese catalisador impregnado

Para a síntese de 2 catalisadores CuTiRGO , nas proporções de 1% $\text{Cu}/20\%\text{TiO}_2/$ RGO foi necessário 3,22 g de óxido de grafeno, previamente seco a 50°C, ultrassonificado em 570 mL de água desionizada até completa solubilização. Após, foi adicionado 1,91 mL de isopropóxido de titânio (IV) e 0,0805 g de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. A solução foi colocada em autoclave a 180 °C por 8 h.

3 | RESULTADOS

Os resultados obtidos neste trabalho norteiam trabalhos futuros para sintetizar compostos fotocatalíticos usando CuO , TiO_2 e óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (RGO). A síntese do GO proposto pelo método de Hummers é favorável devido ao rendimento da reação. Os parâmetros: tempo de oxidação, temperatura ótima e quantidade de reagentes foram determinadas após as repetições de ensaios

determinados por um planejamento experimental, assim, padronizou-se a síntese com a temperatura de 40°C e 5 horas de oxidação, os resultados do material obtido eram esperados quando comparados ao método original, que utilizava temperatura de aproximadamente 95°C e 12 horas de oxidação como observado no trabalho de WANG *et al.* (2015).

O primeiro passo que levou a conclusão que os parâmetros ajustados foram eficientes para a síntese foi que em relação a mudança de cor da mistura reacional, mostrado na Figura 1. A metodologia de Hummers utiliza permanganato de potássio (KMnO_4) como agente oxidante que apresenta cor avermelhada e que ao entrar em contato com o H_2SO_4 torna-se verde escuro. Assim o composto reduzido Mn_2O_7 ataca as ligações duplas e possui habilidade de oxidação seletiva dando preferência as insaturações de cadeias alifáticas em relação as aromáticas (CHONG *et al.* 2015), desta maneira os átomos de carbono sp^2 são oxidados criando a hibridização do carbono sp^3 , o carbono passa a realizar ligações com os agrupamentos funcionais oxigenados o que torna mais hidrofílico, com grupos epóxidos e hidroxilas no plano basal e carbonilas e carboxilas nas bordas (YAN *et al.* 2016).



Figura 1 - Mistura reacional que indica a formação de óxido de grafeno

O composto carbônico sintetizado foi misturado à água e seguiu para um banho de ultrassom com agitação intensa. Devido a polaridade do composto e da água interagem por interações químicas de Van Der Waals (interações fracas) e estas são rompidas no banho, obtendo-se uma dispersão amarelada/amarronzada, demonstrando que há formação de folhas individuais de GO. A dispersão foi separada e o sólido obtido foi lavado repetidamente até que não houvesse traços de contaminantes e o pH fosse neutro, a Figura 2 (a) apresenta o difratograma do GO obtido, notou-se um pico característico de enxofre que pode ser relacionado ao descontrole da temperatura reacional. Em (b) o EDX da amostra comprova que o

composto obtido é formado apenas por carbono e oxigênio, demonstrando que a técnica ajustada a metodologia convencional é satisfatória para a obtenção do óxido de grafeno.

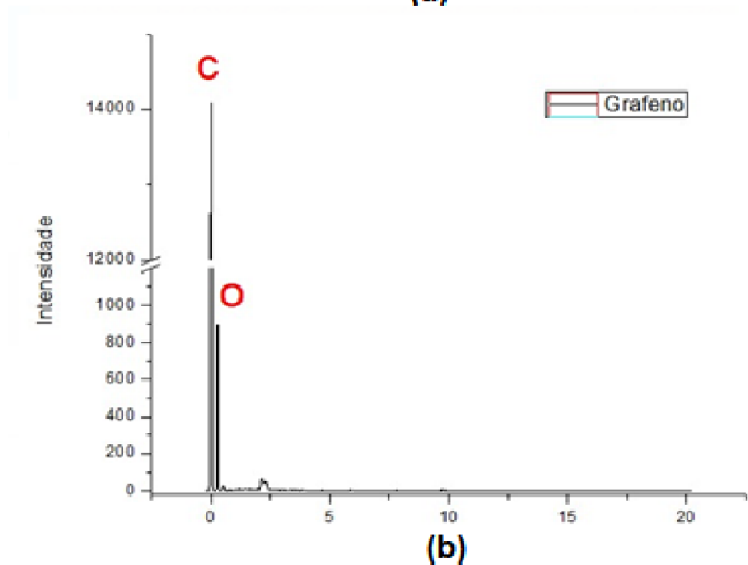
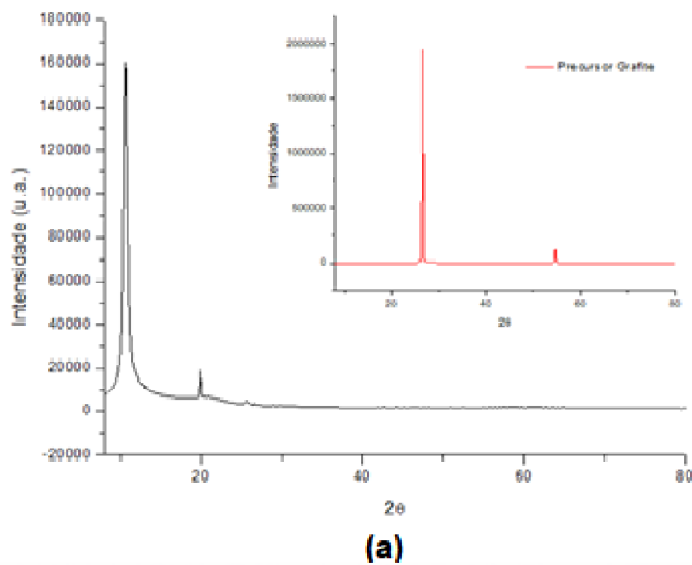


Figura 2 - (a) Difratoograma de Raios X do GO e do grafite e (b) EDX do GO.

Em Figura 3 a imagem obtida pelo espectro de microscopia eletrônica de varredura nota-se a morfologia do composto obtido e indica que as folhas de óxido de grafeno estão adequadas para a etapa de redução e inserção dos óxidos metálicos.

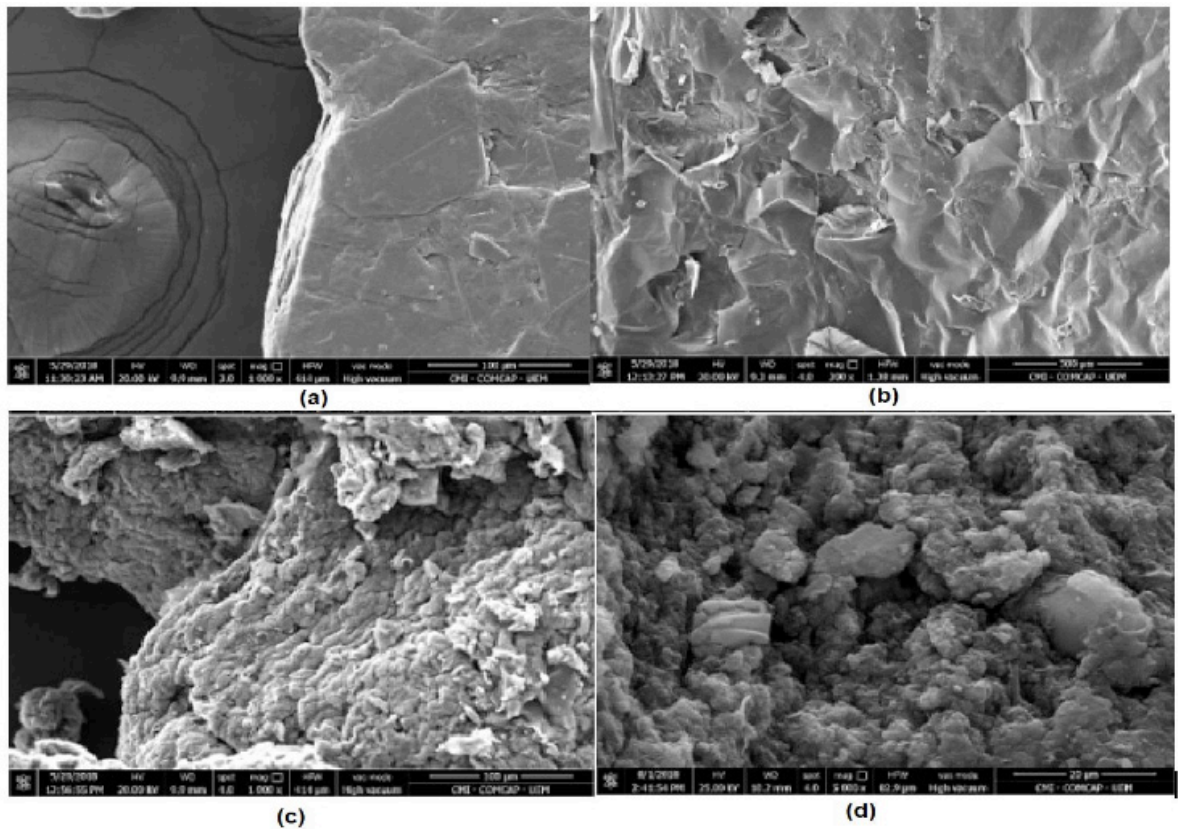


Figura 3 - Microscopia Eletrônica de Varredura. (a) Grafite; (b) GO; (c) RGO e (d) CuTiRGO

O GO obtido foi analisado pelo espectro no Raman para verificar as estruturas cristalinas ordenadas e desordenadas, pode-se observar na Figura 4 que foram encontrados dois picos em 1352 cm^{-1} e 1694 cm^{-1} denominados, respectivamente, de banda D e banda G. A banda D é referente as ligações do tipo sp^2 entre os carbonos e a banda D as ligações do tipo sp^3 no momento que ocorre a desordem nas ligações do tipo sp^2 como vacâncias de oxigênio. Outros dois picos podem ser notados em 2659 cm^{-1} e 2934 cm^{-1} que segundo LIU *et al.* (2016) indica a presença de mono ou multicamadas de grafeno, denominada como “banda 2D”.

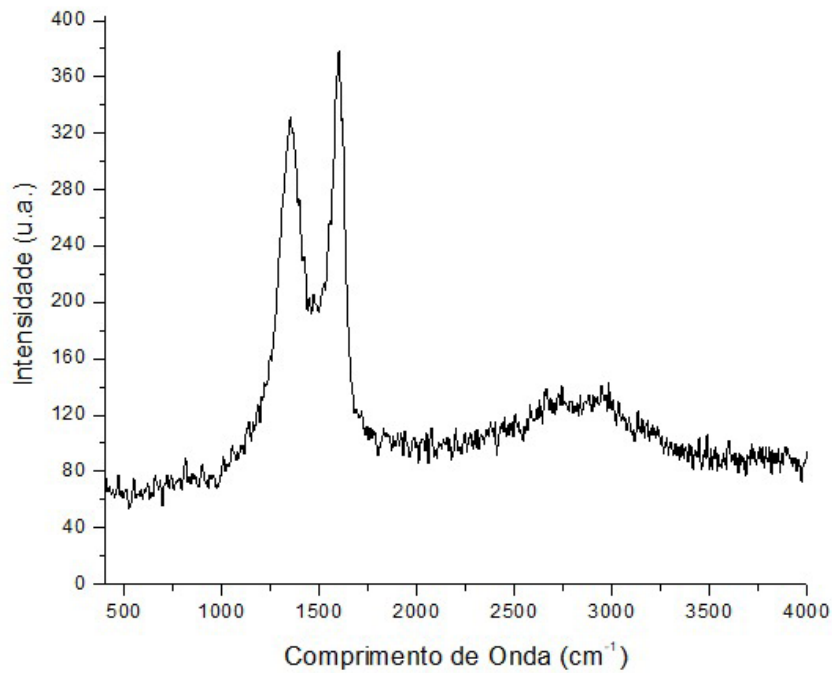


Figura 4 - Espectro Raman GO

A dispersão obtida seguiu para a etapa de redução, utilizando como agente redutor o etanol. Desta forma as hibridizações sp^3 foram removidas com a redução dos grupos funcionais oxigenados, retornando à hibridização sp^2 como no grafite de origem, sua configuração foi reestruturada e este novo produto é denominado de óxido de grafeno reduzido (RGO) (STOBINSKI *et al.* 2014), sua composição foi confirmada pelo EDX mostrado na Figura 5, pois houve uma redução da intensidade do pico de oxigênio comparado ao carbono comprovando a remoção dos grupos funcionais oxigenados.

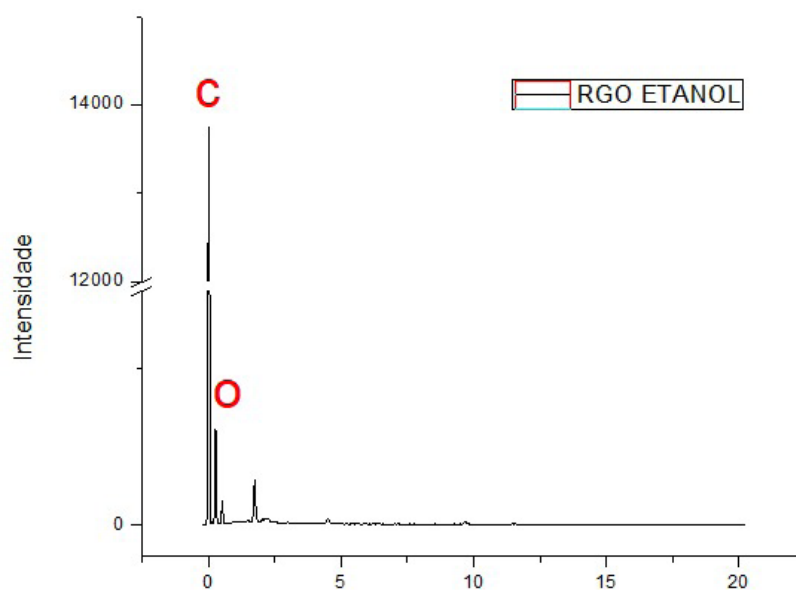


Figura 5- EDX do RGO obtido

O RGO obtido apresenta características positivas: elevada área específica (~

2630 m²/g), excelente mobilidade eletrônica (~250000 cm²V⁻¹s⁻¹), alta capacidade adsorptiva, forte estabilidade eletroquímica e fácil modificação e controle de sua composição química (Gusain *et al.* 2016 e Zhang Q. *et al.* 2015), o que promoveu o material obtido como um bom suporte para os catalisadores de titânio e cobre. Pode-se observar na Figura 6 que houve um incremento dos picos relacionados ao Ti, Cu e O referente ao RGO.

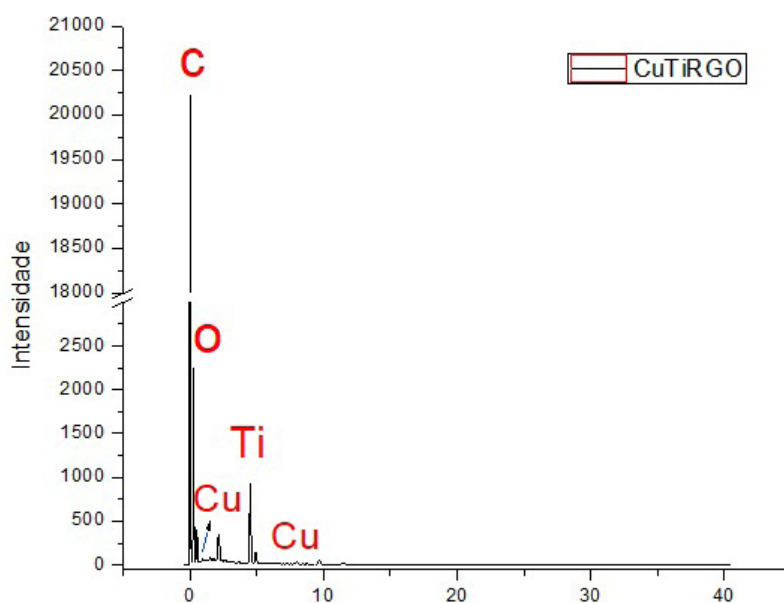


Figura 6- EDX composto obtido CuTiRGO

4 | CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos a síntese do óxido de grafeno foi confirmada pelas técnicas de caracterização propostas, deslocamento do ângulo de difração de 25° para 11° e presença elementar de C e O no espectro EDX. O compósito CuTiRGO também foi sintetizado com sucesso, podendo ser promissor em processos fotocatalíticos, como a quebra da molécula da água e a fotorredução catalítica do CO₂.

REFERÊNCIAS

BACCARO, Alexandre LB; GUTZ, Ivano GR. **Photoelectrocatalysis on Semiconductors: From The Fundamentals to its Conformation at the Nanoscale Level**. Química Nova, v. 41, n. 3, p. 326-339, 2018.

BUMAJDAD, A.; MADKOUR, M. **Understanding the superior photocatalytic activity of noble metals modified titania under UV and visible light irradiation**. Chemical Physics, v.16, p. 7146-7158, 2014.

CHEN, Wei et al. **Non-noble metal Cu as a cocatalyst on TiO₂ nanorod for highly efficient**

photocatalytic hydrogen production. Applied Surface Science, v. 445, p. 527-534, 2018.

CHONG, Soon Weng; LAI, Chin Wei; HAMID, Sharifah Bee Abdul. **Green preparation of reduced graphene oxide using a natural reducing agent.** Ceramics International, v. 41, n. 8, p. 9505-9513, 2015.

DAMBOURNET, Damien; BELHAROUAK, Ilias; AMINE, Khalil. **Tailored preparation methods of TiO₂ anatase, rutile, brookite: mechanism of formation and electrochemical properties.** Chemistry of materials, v. 22, n. 3, p. 1173-1179, 2009.

DONG, Jie et al. **Facile preparation of Pt/CdS photocatalyst by a modified photoreduction method with efficient hydrogen production.** International Journal of Hydrogen Energy, v. 43, n. 4, p. 2139-2147, 2018.

DONG, Shuying et al. **Recent developments in heterogeneous photocatalytic water treatment using visible light-responsive photocatalysts: a review.** Rsc Advances, v. 5, n. 19, p. 14610-14630, 2015.

FUJISHIMA, Akira; HONDA, Kenichi. **Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode.** nature, v. 238, n. 5358, p. 37, 1972.

GUI, M. M.; CHAI, S. P.; MOHAMEDB, A. R. **Modification of MWCNT@TiO₂ core-shell nanocomposites with transition metal oxide dopants for photoreduction of carbon dioxide into methane.** Applied Surface Science, v. 319, p. 37-43, 2014.

GUSAIN, Rashi et al. **Reduced graphene oxide-CuO nanocomposites for photocatalytic conversion of CO₂ into methanol under visible light irradiation.** Applied Catalysis B: Environmental, v. 181, p. 352-362, 2016.

JIA, Yushuai et al. **La and Cr Co-doped SrTiO₃ as an H₂ evolution photocatalyst for construction of a Z-scheme overall water splitting system.** Chinese Journal of Catalysis, v. 39, n. 3, p. 421-430, 2018.

KALAIVANI, G. Jayanthi; SUJA, S. K. **TiO₂ (rutile) embedded inulin—A versatile bio-nanocomposite for photocatalytic degradation of methylene blue.** Carbohydrate polymers, v. 143, p. 51-60, 2016.

KUMAR, D. Praveen et al. **Cu₂O-sensitized TiO₂ nanorods with nanocavities for highly efficient photocatalytic hydrogen production under solar irradiation.** Solar Energy Materials and Solar Cells, v. 136, p. 157-166, 2015.

LI, Hui et al. **Preparation of coaxial heterogeneous graphene quantum dot-sensitized TiO₂ nanotube arrays via linker molecule binding and electrophoretic deposition.** Carbon, v. 81, p. 474-487, 2015.

LI, Jingguo et al. **Engineering noble metal nanomaterials for environmental applications.** Nanoscale, v. 7, n. 17, p. 7502-7519, 2015.

LIN, Y.; JIANG, Z.; ZHU, C.; et al. **The optical absorption and hydrogen production by water splitting of (Si,Fe)-codoped anatase TiO₂ photocatalyst.** International Journal of Hydrogen Energy, v. 38, n. 13, p. 5209-5214, 2013.

LIU, Shou-Qing et al. **An artificial photosynthesis system based on CeO₂ as light harvester and N-doped graphene Cu (II) complex as artificial metalloenzyme for CO₂ reduction to methanol fuel.** Catalysis Communications, v. 73, p. 7-11, 2016.

NISHANTHI, S. T.; RAO, Battula Venugopala; KAILASAM, Kamalakannan. **Metal-Free Organic**

Semiconductors for Visible-Light-Active Photocatalytic Water Splitting. Visible Light-Active Photocatalysis: Nanostructured Catalyst Design, Mechanisms, and Applications, p. 329-363, 2018.

SCHNEIDER, Jenny et al. **Understanding TiO₂ photocatalysis: mechanisms and materials**. Chemical reviews, v. 114, n. 19, p. 9919-9986, 2014.

SHINDE, Yogesh et al. **Decoration of Pt on the metal free RGO-TiO₂ composite photocatalyst for the enhanced photocatalytic hydrogen evolution and photocatalytic degradation of pharmaceutical pollutant β blocker**. International Journal of Hydrogen Energy, v. 43, n. 8, p. 4015-4027, 2018.

STOBINSKI, L. et al. **Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods**. Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, v. 195, p. 145-154, 2014.

TAN, Hui Ling et al. **Decorating platinum on nitrogen-doped graphene sheets: Control of the platinum particle size distribution for improved photocatalytic H₂ generation**. Chemical Engineering Science, v. 194, p. 85-93, 2019.

TSENG, I. H.; CHANG, W. C.; WU, J. C. S. **Photoreduction of CO₂ using sol-gel derived titania and titania-supported copper catalysts**. Applied Catalysis B: Environmental, v. 37, p. 37-48, 2002.

WANG, Jia-Jie et al. **Photocatalytic reduction of CO₂ to energy products using Cu-TiO₂/ZSM-5 and Co-TiO₂/ZSM-5 under low energy irradiation**. Catalysis Communications, v. 59, p. 69-72, 2015.

YAN, Qinglong; LIU, Qing; WANG, Jieqiang. **A simple and fast microwave assisted approach for the reduction of graphene oxide**. Ceramics International, v. 42, n. 2, p. 3007-3013, 2016.

YU, Xin et al. **Microwave-assisted hydrothermal synthesis of Sn₃O₄ nanosheet/rGO planar heterostructure for efficient photocatalytic hydrogen generation**. Applied Catalysis B: Environmental, v. 227, p. 470-476, 2018.

ZHANG, ZHAOGUO; et al. **Product selectivity of visible-light photocatalytic reduction of carbon dioxide using titanium dioxide doped by different nitrogen-sources**. Applied Surface Science, v. 355, p. 45-51, 2015.

ÍNDICE REMISSIVO

SÍMBOLOS

β -ciclodextrina 99, 100, 101, 104

A

Adsorção 14, 75, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 100, 101, 103, 104, 106, 109

Adsorvente 75, 80, 82, 83, 85, 86, 87, 88, 90, 93, 95, 97, 131

ATR 106, 107

B

Bagaço de cana 85, 86, 87, 88, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97

Bagasse 49, 51, 60, 86, 98

Biomassa 36, 38, 39, 42, 43, 45, 46, 47, 48, 68, 71, 75, 78

C

Carvão ativado 75, 78, 85, 87, 88, 91, 92, 93, 94, 96, 97, 98

Cinética 5, 85, 87, 89, 94, 97, 100, 101, 102, 103, 104, 130

Cogeneration 49

Collection 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60

Compostos de interesse 39, 62

Corantes 62, 67, 69, 70, 71, 75, 76, 77, 86, 87, 92, 93, 94, 98, 100, 102, 104

Couro wetblue 85, 87, 88, 91, 92, 93, 94, 95, 97

D

Dióxido de titânio 11, 13, 18, 109

DRX 106, 107, 123, 125, 126

E

Efficiency 2, 12, 32, 34, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 73, 76, 86

F

Fármacos de liberação controlada 1

Fotocatálise heterogênea 11, 13, 20

G

Glicerol 36, 39, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47

Grafeno 3, 8, 14, 106, 109, 110, 111, 112, 113, 114, 115

H

Hammers modificado 106

I

Irradiação solar 11, 15

Isotermas 75, 79, 80, 81, 83, 85, 87, 90, 95, 96, 97, 103

M

Maximização de entropia 36, 39, 40, 42

Mercado de óleos essenciais 22, 24

Microencapsulação 22, 23, 25, 27, 28, 31, 32

N

Nanopartículas 1, 3, 5, 6, 7, 8, 9, 26

Nanotecnologia 1, 2, 3, 4, 5, 8, 9

P

Particulate material 49, 50, 52, 55, 57

Poliamida 99, 100, 101, 104

Purificação 62, 63, 66, 67, 68, 69, 71, 74, 79

R

Raman 106, 107, 113, 114

Recuperação 62, 70

S

SCWG 36, 37, 39, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47

Síntese hidrotérmica 120, 125

Sistemas aquosos bifásicos 62, 63, 69, 70, 71

Sodalita 118, 119, 120, 121, 125, 126, 127, 128, 129

Spray drying 22, 23, 28, 29, 30, 31, 32, 34, 35

T

Tingimento têxtil 99, 105

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7247-747-5



9 788572 477475