



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE FEIRA DE SANTANA

Autorizada pelo Decreto Federal nº 77.496 de 27/04/76
Recredenciamento pelo Decreto nº 17.228 de 25/11/2016



PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
COORDENAÇÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

XXIX SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UEFS **SEMANA NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - 2025**

Síntese e caracterização de fotocatalisadores $\text{TiO}_2\text{-Fe}_x$ e $\text{TiO}_2\text{-Ni}_x$

Luana Santana Gama¹; Marcos de Oliveira Melo²

1. Luana Santana Gama, PROBIC/UEFS, QUIMICA, e-mail: luanasggama@gmail.com

2. Marcos de Oliveira Melo, DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS, e-mail: marcosomelo@uefs.br

PALAVRAS-CHAVE: TiO_2 ; Dopagem; Sol-Gel; Fotocatalisadores

INTRODUÇÃO

O dióxido de titânio (TiO_2) é um semiconductor amplamente estudado na área de catálise devido à sua estabilidade química, baixa toxicidade e propriedades fotoativas (BACCARO; GUTZ, 2018). No entanto, sua eficiência é limitada pela rápida recombinação de pares elétron-lacuna e por sua absorção majoritariamente restrita à faixa do espectro ultravioleta. Para superar essas limitações, uma estratégia eficaz consiste na dopagem do TiO_2 com metais de transição, como ferro (Fe) ou níquel (Ni), os quais podem introduzir níveis energéticos intermediários, reduzir o bandgap e inibir a recombinação de cargas, potencializando assim sua resposta sob irradiação visível (BUENO et al., 2019; LIU et al., 2023).

O método Sol-Gel destaca-se como uma rota de síntese vantajosa para a obtenção desses materiais, permitindo o controle das propriedades texturais e estruturais por meio de variáveis como concentração do dopante, temperatura e tempo de calcinação (Souza, 2019; Anjos, 2024). A homogeneidade e a alta área superficial obtidas por esse método são determinantes para o desempenho catalítico dos materiais.

Neste trabalho, focou-se na síntese e caracterização de fotocatalisadores de TiO_2 dopados com Fe ($\text{TiO}_2\text{-Fe}_x$) e Ni ($\text{TiO}_2\text{-Ni}_x$), utilizando o método Sol-Gel. O estudo visou investigar a concentração do metal dopante e morfologia dos materiais. Para tanto, as amostras foram caracterizadas por meio de técnicas como Fluorescência de Raios-X (FRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

MATERIAL E MÉTODOS OU METODOLOGIA

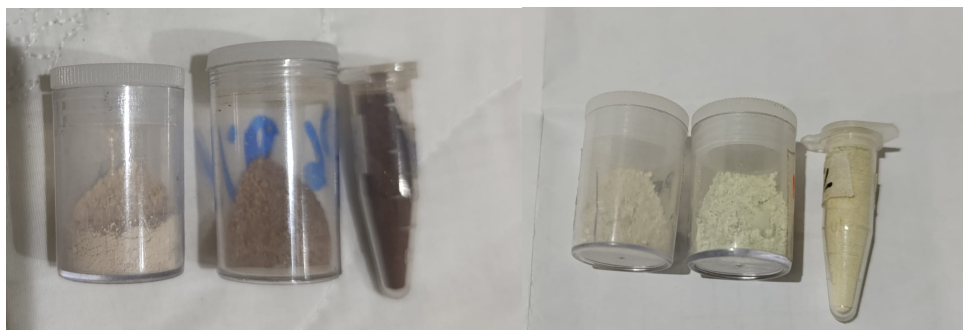
Com base na metodologia sugerida por Souza (2019), para a síntese de 2g de TiO_2 , a um bquer de 100 mL foram adicionados 8,2 mL de Isopropóxido de Titânio e 40 mL de álcool etílico. Em seguida, foi adicionado nitrato de ferro nonahidratado $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e 2,5 mL de água. O sistema foi deixado em agitação por 3 horas à temperatura de 70 °C para que houvesse a formação do gel, o qual foi deixado secar à temperatura ambiente por 48 horas. Após a secagem, o sólido formado foi calcinado a 500°C.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Resultados do processo de síntese:

Durante as sínteses foram obtidas seis amostras sólidas, apresentando variações de tonalidade conforme a concentração de ferro e níquel utilizada (3%, 9% e 15%) (Figura 1).

Figura 1. Materiais obtidos de $\text{TiO}_2\text{-Fe}_x$ e $\text{TiO}_2\text{-Ni}_x$



Fluorescência de Raios-X (FRX):

Para a análise da composição química das amostras, foi utilizada Fluorescência de Raios-X (FRX) (Bruker, S8 Tiger).

Como indicam os resultados da tabela 1 e 2, os valores reais de teor de ferro e níquel nas amostras ficaram significativamente abaixo dos valores idealizados para a dopagem (3%, 9% e 15%). Entre as amostras, a P3 e P5 foram as que apresentaram valor mais próximo do esperado. Essa discrepância sugere limitações no processo de incorporação, possivelmente relacionadas à eficiência reacional incompleta ou a perdas de material durante a síntese.

Tabela 1. Composição química das amostras de $\text{TiO}_2\text{-Fe}_x$ obtidas por FRX.

Amostra	% TiO_2	% Fe	Impurezas
P3 (3%)	96,88	2,05	1,07
P6 (9%)	91,84	5,49	2,67
P8 (15%)	86,70	8,39	4,91

Tabela 2. Composição química das amostras de $\text{TiO}_2\text{-Ni}_x$ obtidas por FRX.

Amostra	% TiO_2	% Ni	Impurezas
P5 (3%)	94,59	2,11	13,89
P7 (9%)	88,54	6,44	3,30
P4 (15%)	76,84	9,27	5,02

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV):

As amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Hitachi, S-3400N), cujas micrografias estão apresentadas nas Figuras 2 e 3. De modo geral, os materiais exibiram heterogeneidade morfológica, caracterizada por ampla distribuição de tamanhos e formas, além da presença de aglomerados constituídos por partículas arredondadas e regiões porosas.

Para as amostras dopadas com ferro, observou-se que o aumento da concentração (de 3% para 15%) promoveu progressiva compactação dos aglomerados, acompanhada de redução significativa da porosidade aparente. A amostra com 3% de Fe apresentou estrutura mais aberta e porosa, enquanto amostras com maiores teores mostraram aglomerados mais densificados e menos definidos individualmente.

As amostras dopadas com níquel apresentaram tendência semelhante. Em concentrações mais altas, como no caso da amostra com 15% Ni, verificou-se maior formação de aglomerados compactos, com partículas arredondadas agregadas. Esses resultados indicam que concentrações mais elevadas de dopantes, tanto de Fe quanto de Ni, favorecem o crescimento de aglomerados maiores e a redução da porosidade, o que pode impactar diretamente a área superficial disponível e, consequentemente, o desempenho fotocatalítico dos materiais.

Figura 2. Imagens de MEV dos materiais obtidos de $\text{TiO}_2\text{-Fe}_x$

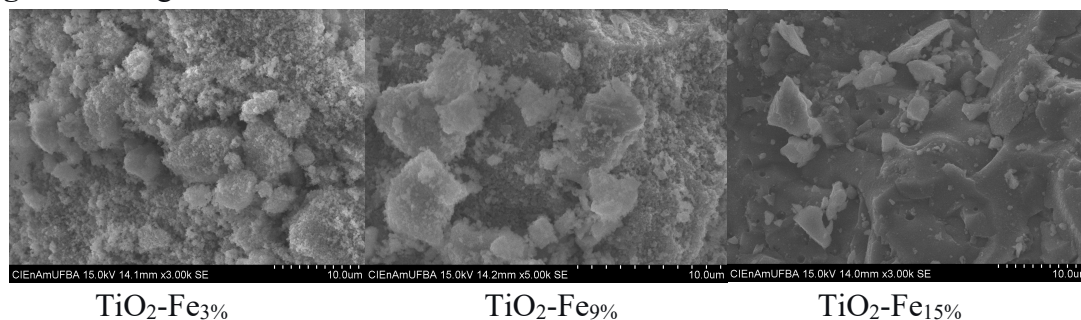
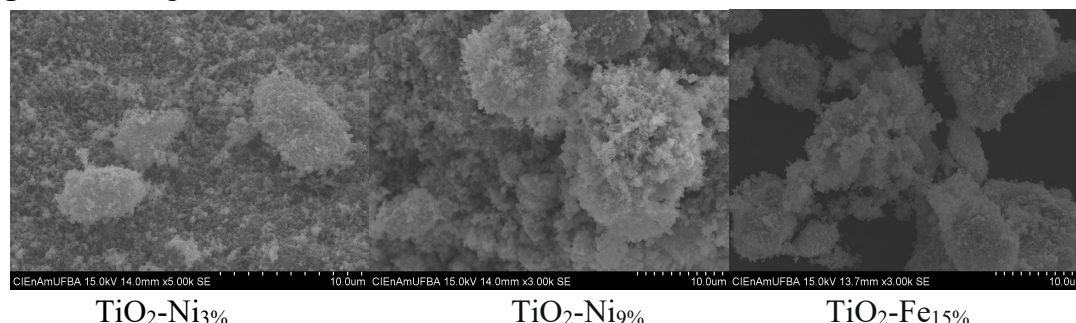


Figura 3. Imagens de MEV dos materiais obtidos de $\text{TiO}_2\text{-Ni}_x$



CONSIDERAÇÕES FINAIS

As análises de FRX revelaram que os teores reais de Fe e Ni incorporados foram inferiores aos teóricos, indicando possíveis perdas durante a síntese ou limitações na eficiência de dopagem. As imagens de MEV demonstraram que o aumento na concentração dos metais promoveu maior aglomeração e redução da porosidade, especialmente nas amostras com 9% e 15% de dopante. Essas alterações morfológicas

podem influenciar diretamente a performance fotocatalítica, uma vez que a área superficial e a acessibilidade dos sítios ativos são críticas para a eficiência catalítica. Estudos futuros devem focar na otimização do processo de síntese utilizando planejamento experimental para melhor incorporação dos dopantes, analisar outras caracterizações e na avaliação da atividade fotocatalítica.

REFERÊNCIAS

- BACCARO, A. L. B.; GUTZ, I. G. R. Fotocatálise em semicondutores: dos princípios básicos até sua conformação a nanoescala. *Quím. Nova*, v. 41, p. 326–339, 2018.
- BUENO, R. T.; LOPES, O. F.; CARVALHO, K. T. G.; RIBEIRO, C.; MOURÃO, H. A. J. L. Semicondutores heteroestruturados: uma abordagem sobre os principais desafios para a obtenção e a aplicação em processos fotoquímicos ambientais energéticos. *Quím. Nova*, v. 42, n. 6, p. 661–675, 2019.
- LIU, J.; ZHAO, C.; ZHENG, J.; SIDDIQUE, M. S.; YANG, H.; YU, W. Efficiently photocatalysis activation of peroxydisulfate by Fe-dopped g-C₃N₅ for farmaceuticals and personal care products degradation. *Environmental Pollution*, n. 322, 2023.
- SOUZA, K. S. Fotodegradação de espécies cianídricas em água de manipueira com produção simultânea de combustíveis empregando fotocatalisadores do tipo TiO₂.Ni_x.NiO. 2019. 119 f. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2019.
- ANJOS, T. T. Síntese de TiO₂.Cox pela Rota Sol-Gel para a fotodegradação de espécies cianídricas em manipueira. Dissertação (Mestrado em Ciências Ambientais) - Universidade Estadual de Feira de Santana, Feira de Santana, 2024.