

EFEITO DO TEMPO E DA TEMPERATURA NA SÍNTESE DE FOTOCATALISADORES DE WO₃-Ag-AgCl VIA ROTA HIDROTÉRMICA

M. C. D. Caira¹, P. H. Palharim² e A. C. S. C. Teixeira³

¹Aluna do PQI/EPUSP; ²Doutoranda do PQI/EPUSP; ³Professor do PQI/EPUSP – Escola Politécnica – Departamento de Engenharia Química;

Universidade de São Paulo

E-mail para contato: mclaradamaro@usp.br

Objetivos

O presente trabalho visa sintetizar fotocatalisadores de WO₃ dopados com Ag e AgCl via método hidrotérmico, avaliando a influência do tempo e da temperatura no processo de síntese. Os fotocatalisadores sintetizados serão avaliados por técnicas de caracterização e por sua atividade fotocatalítica, por meio da degradação do contaminante emergente modelo acetaminofeno.

Métodos e Procedimentos

O método de síntese baseia-se no preparo de 15 mL de uma solução aquosa contendo 0,3 mol L⁻¹ de Na₂WO₄·2H₂O, à qual é adicionada a quantidade necessária de nitrato de prata para atingir 5% de prata (m/m). Após a dissolução, o pH da solução é ajustado para 1,5 com solução de HCl. Em seguida, essa solução é transferida para uma autoclave de 220 mL, revestida com PTFE, mantida em estufa por 24 h, a temperaturas de 180, 150 e 120 °C, conforme planejamento dos experimentos. Posteriormente, a melhor temperatura de síntese foi definida e mantida fixa para as sínteses, objetivando avaliar o tempo de síntese. Assim, as sínteses foram repetidas em 180 °C, variando o tempo de síntese para 6, 12, 24 e 48 h. A lavagem dos fotocatalisadores foi realizada por ressuspensão, centrifugação e secagem.

Para os testes fotocatalíticos, 10 mg de cada catalisador foram dispersados em 10 mL de uma solução aquosa de acetaminofeno (ACT) com concentração inicial de 5 mg L⁻¹, em um béquer de 25 mL. A solução foi mantida em agitação no escuro por 30 min e sob irradiação solar simulada por 120 min. Amostras de 200 µL foram coletadas ao longo do tempo, diluídas em água cinco vezes, filtradas e quantificadas por meio de

cromatografia líquida (HPLC). O cromatógrafo é equipado com uma coluna C18 e detector UV-vis. A fase móvel consistiu de metanol: água (25:75), a uma vazão de 1,0 mL min⁻¹; o volume de injeção e a temperatura foram de 50 µL e 35 °C, respectivamente. O comprimento de onda de detecção foi de 243 nm e o tempo de retenção, de aproximadamente 7 min.

Resultados

Na Figura 1, observa-se que os fotocatalisadores sintetizados nas três temperaturas diferentes apresentaram elevados percentuais de degradação de ACT. Dentre eles, a amostra sintetizada a 180 °C exibiu a maior degradação após 120 min, isto é, 83,6%.

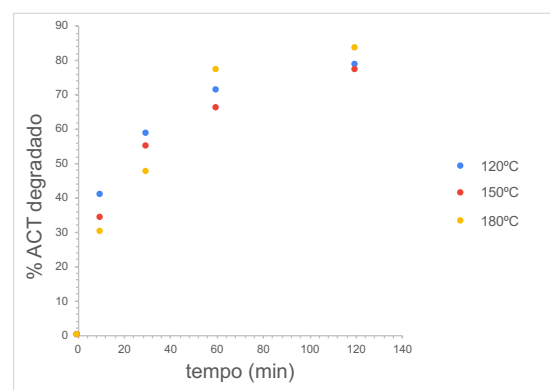


Figura 1 – Degradação de acetaminofeno ($[ACT]_0 = 5,06 \pm 0,02 \text{ mg L}^{-1}$) utilizando os fotocatalisadores sintetizados a diferentes temperaturas de autoclave.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV), exibidas na Figura 2, indicam que os materiais são formados por um aglomerado de bastões, que fica mais denso com o aumento da temperatura. O fotocatalisador sintetizado a 180 °C foi ainda avaliado por MEV-EDS. A Figura 3 evidencia

a formação de partículas de AgCl, identificadas pelos picos Ag e Cl no ponto 1. Ainda, tais partículas estão em contato e/ou recobertas com partículas de WO₃ e Ag, como mostra o ponto 2. Essas observações revelam a síntese de um composto contendo a heterojunção WO₃@Ag@AgCl.

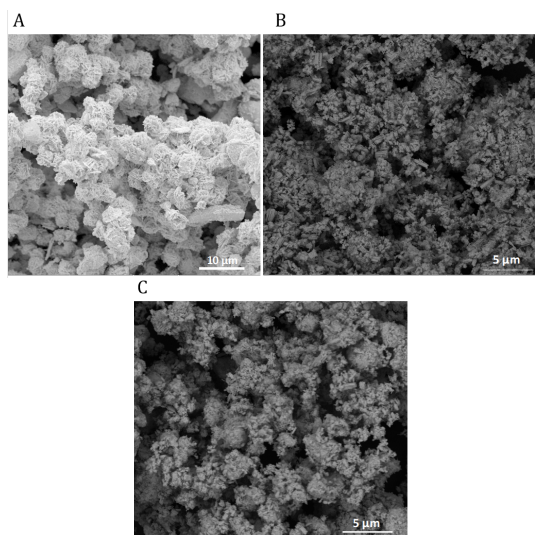


Figura 2 – Imagens MEV dos fotocatalisadores sintetizados a (a) 120 °C, (b) 150 °C e (c) 180 °C.

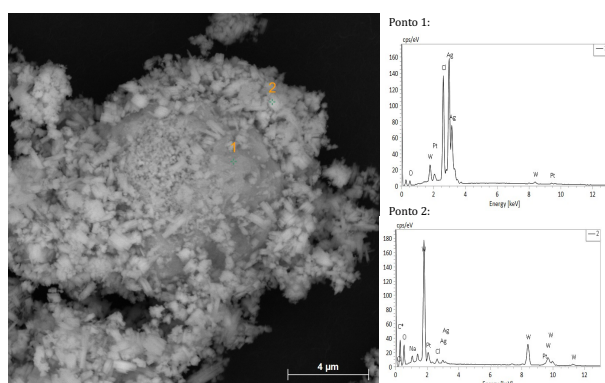


Figura 3 – Análise de MEV-EDS do fotocatalisador sintetizado a 180 °C.

A Figura 4 exibe os resultados de degradação de ACT utilizando os fotocatalisadores sintetizados a 180 °C por diferentes tempos. Verifica-se que as amostras sintetizadas por 6 e 24 h apresentaram os melhores resultados, com, respectivamente, 80,9% e 83,5% de degradação de acetaminofeno ao final de 120 min de tratamento fotocatalítico.

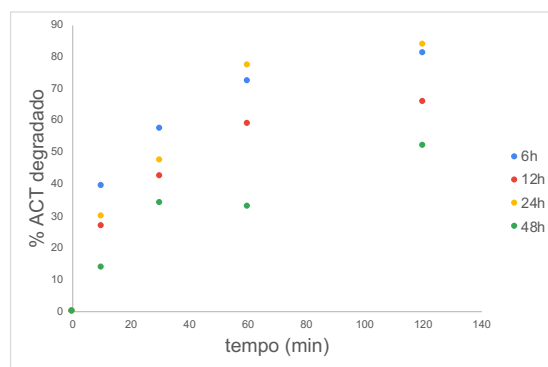


Figura 4 – Degradação de acetaminofeno ($[ACT]_0 = 5,25 \pm 0,9 \text{ mg L}^{-1}$) utilizando os fotocatalisadores sintetizados a diferentes tempos de autoclave.

As demais análises de caracterização serão realizadas posteriormente para todos os catalisadores sintetizados, com o intuito de compreender melhor as propriedades e características desses materiais.

Conclusões

Em relação ao estudo da melhor temperatura de síntese, o fotocatalisador sintetizado a 180 °C apresentou o melhor resultado de degradação de acetaminofeno, equivalente a 83,6% após 120 min de reação. A morfologia desses materiais consiste de partículas de AgCl recobertas e/ou em contato com partículas de WO₃-Ag, caracterizando um material composto com elevada atividade fotocatalítica. Já o estudo do melhor tempo de síntese, com temperatura fixa de 180 °C, indicou que o material sintetizado em tempo de 24 h resulta em melhor atividade fotocatalítica, com 83,6% de remoção de ACT ao final de 120 min.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Amparo de Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP, processos 2018/21271-6 e 2021/04281-0) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).