

## PREPARAÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTUDOS DE IMOBILIZAÇÃO DE NITRETO DE CARBONO GRAFÍTICO EM SUPORTE SÓLIDOS

Juliana da Costa Oliveira

Dra. Maria Teresa Hoffmann e Dra. Bárbara Luíza Souza Freitas

Profa. Dra. Lyda Patricia Sabogal Paz

Universidade de São Paulo

ju.coliveira23@usp.br

### Objetivos

Este trabalho de iniciação científica objetivou preparar, caracterizar e imobilizar o catalisador  $g-C_3N_4$  em três materiais suporte: placas de vidro, argila expandida e blocos de cimento, visando seu uso em processos fotocatalíticos em sistemas de abastecimento de água

### Métodos e Procedimentos

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Tratamento Avançado de Águas e Reuso (LATAR), localizado na Escola de Engenharia de São Carlos/USP, campus 1.

Todos os reagentes utilizados neste trabalho foram de pureza analítica. A ureia foi da marca Synth P.A., o isopropóxido de titânio da marca sigma 99%, etanol da merck PA e cloreto de sódio da Synth PA.

Inicialmente foi preparado o composto nitreto de carbono grafítico com dióxido de titânio ( $g-C_3N_4/TiO_2$ ) como catalisador por meio do método da catálise ácida adaptado de ZHU *et al* (2014) e COSTA *et al* (2006), conforme descrito a seguir:

- Preparou-se uma mistura com 75 mL de água destilada e 300 mL de etanol;
- Mantendo-a sob agitação à temperatura ambiente, foi adicionado 1 mL de ácido clorídrico concentrado;
- Adicionaram-se 5 mL de tetraisopropóxido de titânio IV (TTIP);

- Manteve-se o sistema sob agitação por 3 dias;
- Foram adicionados 0,3 g de ureia;
- A suspensão foi mantida a 40°C por 4 horas;
- Levou-se a mistura à estufa a 90°C por 1 noite;
- O sólido obtido foi colocado na mufla a 520°C por 4 horas;
- Peneirou-se o composto em uma peneira com abertura de 200 mesh.

Também foi sintetizado o  $g-C_3N_4$ , obtido pelo método de policondensação térmica, submetendo-se a ureia a 520°C por 2 horas a uma taxa de aquecimento de 5°C/minuto (LUO *et al.*, 2019).

Ambos os compostos obtidos foram avaliados por medidas visuais de fluorescência sob luz UV e por espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) no Instituto de Química de São Carlos.

Após a limpeza do vidro com acetona e da argila expandida e do cimento com água destilada, foi realizada a imobilização do catalisador nos três materiais suporte, conforme descrito a seguir:

- Adicionou-se 0,5 g do catalisador em água deionizada e em solução acidificada (pH = 3);
- As suspensões foram mantidas no ultrassom por 1 hora para uma mistura eficiente;
- Após este período, cada meio suporte foi submerso em uma das suspensões;
- O conjunto foi submetido ao ultrassom por 10 minutos;

- Os meios suportes foram retirados das suspensões e secos na estufa a 65°C por 1 noite;
- Os meios suportes foram submetidos ao tratamento térmico na mufla a 450°C por 2 horas.

## Resultados

Foi obtida uma massa de 1,229 g de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> e, após o peneiramento (200 mesh), obteve-se uma massa final de 0,48 g. Quanto ao g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, foi obtida uma massa de 1,409 g. Pela análise visual de fluorescência em radiação UV, foi observado que o g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> não floresce, mas que o g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puro floresce, indicando possíveis diferenças estruturais entre os dois compostos, e, portanto, a incorporação do TiO<sub>2</sub> ao g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Este resultado é confirmado pela análise das curvas de espectroscopia FTIR, com a presença das bandas de alongamento da ligação Ti-O-Ti na região de 400-700 cm<sup>-1</sup> e o pico em 810 cm<sup>-1</sup> característico dos anéis triazina (Figura 1)

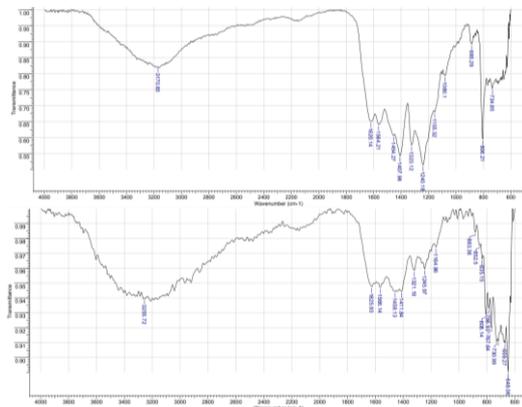


Figura 1: Curvas FTIR das amostras de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (acima) e de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> (abaixo)

Nas placas de vidro foi possível imobilizar o catalisador em duas camadas, aumentando expressivamente a massa impregnada quando acrescida a segunda camada, porém a camada não ficou homogênea e houveram questões ligadas à sua aderência quando submersa em água destilada.

Os resultados para a argila expandida e o cimento se mostraram imprecisos, não sendo válidos para análise quantitativa neste trabalho.

Qualitativamente, cada suporte apresenta características específicas que podem atribuir argumentos favoráveis para o seu uso.

O vidro apresenta uma superfície lisa, o que pode tornar favorável a aderência homogênea do catalisador, proporcionando um tratamento de água equitativo. A argila expandida, assim como o cimento, apresenta uma superfície bastante irregular, o que favorece a aderência do material através dos poros, mas ocorre uma impregnação heterogênea, o que não é muito interessante para se dimensionar uma unidade de desinfecção por fotocatalise. Ademais, a argila libera fragmentos pequenos quando em contato com a água que pode ser um fator negativo à qualidade da água tratada.

## Conclusões

A síntese dos catalisadores g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> foi bem-sucedida. No entanto, necessitam-se de ajustes nos procedimentos para melhorar a uniformidade da camada aderida de g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiO<sub>2</sub> nas placas de vidro, bem como estudar novos materiais para suporte.

## Agradecimentos

Este trabalho foi financiado pela Royal Society (ICA\R1\201373 - International Collaboration Awards 2020). O Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) forneceu bolsa PIBIC à primeira autora.

## Referências

- COSTA, A.; VILAR, M.; LIRA, H.; KIMINAMI, R.; GAMA, L. Síntese e caracterização de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>. **Cerâmica**, v. 52, p. 255-259, 2006.
- LUO, Y.; WEI, X.; GAO, B.; ZOU, W.; ZHENG, Y.; YANG, Y.; ZHANG, Y.; TONG, Q.; DONG, L. Synergistic adsorption-photocatalysis processes of graphitic carbon nitrate (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) for contaminant removal: Kinetics, models, and mechanisms. **Chemical Engineering Journal**, v. 375, p. 122019, 2019.
- ZHU, Honglei et al. In-situ synthesis of gC<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-P25 TiO<sub>2</sub> composite with enhanced visible light photoactivity. **Journal of nanoparticle research**, v. 16, p. 1-10, 2014.