



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**SÍNTESE DE COMPÓSITOS BASEADOS EM ÓXIDO DE FERRO, DIÓXIDO
DE TITÂNIO E MATERIAL CARBONÁCEO PELO MÉTODO DA COMBUSTÃO
PARA APLICAÇÃO EM FOTOCATÁLISE HETEROGÊNEA**

Doutorando: Lucas Malone Ferreira de Castro

Orientadora: Profa. Dra. Soraia Teixeira Brandão

Coorientadora: Profa. Dra. Marluce Oliveira da Guarda Souza

Linha de Pesquisa: Processos e Sistemas Químicos

Salvador - BA

2025

Lucas Malone Ferreira de Castro

**SÍNTESE DE COMPÓSITOS BASEADOS EM ÓXIDO DE FERRO, DIÓXIDO
DE TITÂNIO E MATERIAL CARBONÁCEO PELO MÉTODO DA COMBUSTÃO
PARA APLICAÇÃO EM FOTOCATÁLISE HETEROGÊNEA**

Tese de Doutorado apresentada à
Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Química da Universidade
Federal da Bahia para obtenção do grau
de Doutor em Engenharia Química (Área
de concentração: Processos e Sistemas
Químicos).

ORIENTADORA: Prof^{fa}. Dr^a. Soraia Teixeira Brandão

CO-ORIENTADORA: Prof^{fa}. Dr^a. Marluce Oliveira da Guarda Souza

Salvador - BA

2025




UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA




A Comissão examinadora, abaixo assinada, aprova a Tese **“SÍNTESE DE COMPÓSITOS BASEADOS EM ÓXIDO DE FERRO, DIÓXIDO DE TITÂNIO E MATERIAL CARBONÁCEO PELO MÉTODO DA COMBUSTÃO PARA APLICAÇÃO EM FOTOCATÁLISE HETEROGÊNEA.”** de Lucas Malone Ferreira De Castro como requisito parcial para obtenção do Grau de Doutor em Engenharia Química.

Salvador, 12 de setembro de 2025.


Comissão Examinadora:

Documento assinado digitalmente
 **SORAIA TEIXEIRA BRANDAO**
Data: 22/10/2025 00:41:57-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROFA. DRA. SORAIA TEIXEIRA BRANDAO - UFBA
Orientadora

Documento assinado digitalmente
 **MARLUCE OLIVEIRA DA GUARDA SOUZA**
Data: 26/11/2025 07:08:42-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROFA. DRA. MARLUCE OLIVEIRA DA GUARDA SOUZA - UNEB
Coorientadora

Documento assinado digitalmente
 **ALEXILDA OLIVEIRA DE SOUZA**
Data: 22/10/2025 09:23:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROFA. DRA. ALEXILDA OLIVEIRA DE SOUZA - UESB
Examinadora Externa



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



Documento assinado digitalmente
gov.br LUCIANA ALMEIDA DA SILVA
Data: 23/10/2025 20:25:00-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROFA. DRA. LUCIANA ALMEIDA DA SILVA-UFBA
Examinadora Interna

Documento assinado digitalmente
gov.br LUIZ ANTONIO MAGALHAES PONTES
Data: 24/10/2025 07:09:12-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROF. DR. LUIZ ANTÔNIO MAGALHÃES PONTES-UFBA
Examinador Interno

Documento assinado digitalmente
gov.br CARLOS AUGUSTO DE MORAES PIRES
Data: 23/10/2025 12:29:31-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

PROF.DR. CARLOS AUGUSTO DE MORAES PIRES-UFBA
Examinador Interno

C355 Castro, Lucas Malone Ferreira de.

Síntese de compósitos baseados em óxido de ferro, dióxido de titânio e material carbonáceo pelo método da combustão para aplicação em fotocatalise heterogênea / Lucas Malone Ferreira de Castro. – Salvador, 2025.

122f.: il. color.

Orientador: Prof. Dr. Soraia Teixeira Brandão.

Coorientadora: Profa. Dra. Marluce Oliveira da Guarda Souza.

Tese (doutorado) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, 2025.

1. Fotocatálise. 2. Síntese por combustão. 3. Óxido de ferro. 4. Dióxido de titânio. 5. Manga - resíduo. I. Brandão, Soraia Teixeira. II. Souza, Marluce Oliveira da Guarda. III. Universidade Federal da Bahia. IV. Título.

CDD: 547

Aos meus ancestrais, que lutaram
tanto por dignidade e pelo
reconhecimento de suas tecnologias.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a *N'Zambi M'Pungu Tulendu*, criador maior, a Xangô, dono da minha cabeça e a Oxalufan, meu apaziguador, por me dar a força e a vida.

Aos meus ancestrais, familiares, encarnados e desencarnados, por estarem comigo nos momentos tanto fáceis, quanto difíceis, me colocando de volta no caminho com os conselhos, puxões de orelha, com o abraço acalentador ou uma palavra de conforto. Sem vocês eu não estaria aqui hoje.

À Soraia Teixeira Brandão, minha professora e orientadora, por confiar no meu potencial e apoiar o meu trabalho ao longo desses anos de pesquisa.

À Marluce Oliveira da Guarda Souza, minha Co-Orientadora, professora e mentora, por todos esses anos de parceria, apoio, conselhos, e a oportunidade que me foi dada para construir uma carreira exitosa, sem muitos contratempos.

À Antônia Oliveira, pelas análises de TG, DRX e FTIR, e por todo apoio, seja profissionalmente ou pessoalmente.

À Hellen Christina, por me apoiar incondicionalmente em todos os momentos da minha trajetória de doutorado e da vida, a quem eu sempre recorri nos momentos de alegria, dificuldade, apreensão e comemoração. Obrigado por estar ao meu lado.

À minha amiga Lílian Miguez, por todo apoio, mesmo longe fisicamente, e por “segurar a onda” quando tudo parecia dar errado.

Aos IC's Paulo Santana e Maria Fernanda, por me ajudarem tanto nas análises do laboratório e deixar o clima mais leve.

Aos professores do PPEQ por todos os ensinamentos

À Professora Dra. Noemi Rachel Checca pelas análises de microscopia de transmissão e magnetização, além da construção dos artigos.

À técnica Carina Soares e ao IFBA pelas análises de MEV e EDS.

Ao Grupo de Pesquisa em Catálise e Polímeros da UFBA, pelas análises de área.

Ao Grupo de Pesquisa em Materiais e Catálise (GPMC) da UNEB por todo envolvimento e acolhida desse trabalho.

Aos colegas do programa, pela contribuição no período de trabalho.

Aos funcionários do PPEQ, pelas colaborações.

A todos que de alguma forma contribuíram para o meu trabalho.

Obrigado!

RESUMO

A contaminação ambiental representa uma preocupação crescente em escala global, impulsionando o desenvolvimento de estratégias alternativas para mitigação. A fotocatalise heterogênea destaca-se como abordagem promissora, embora semicondutores convencionais, como o dióxido de titânio e o óxido de ferro, apresentem limitações, incluindo a necessidade de radiação UV artificial e rápida recombinação de pares elétron-lacuna. Este trabalho aborda a síntese e aplicação de compósitos inovadores à base de dióxido de titânio, óxido de ferro e material carbonáceo proveniente de resíduo de manga, utilizando o método de combustão em solução com ureia como combustível. Foram produzidas sete amostras com diferentes proporções de reagentes, resultando em perfis térmicos distintos (TG/DTG/DTA), fases cristalinas variadas (hematita, maghemita, magnetita; DRX, FTIR), aumento da área superficial específica nas amostras contendo carbono, morfologias diversas (MEV/EDS) e propriedades ópticas alteradas (espectroscopia UV-Vis, band gap), confirmando a formação de novos compostos com características singulares. Ensaios fotocatalíticos sob irradiação UV (125 W) demonstraram que a amostra FeTi-1-1 apresentou maior eficiência na degradação de fármacos e corantes. Contudo, na presença de misturas de corantes ou sob iluminação solar, as amostras FeTi-1-2 e FeTiC-2-1-1 destacaram-se. A exposição à luz natural por 30 minutos promoveu inibição seletiva de bactérias *E. coli* (Gram-negativas). A incorporação do resíduo de manga intensificou a resposta magnética, facilitando a separação e reutilização dos catalisadores. Em síntese, a adição do resíduo aprimorou a absorção de luz solar e a eficiência fotocatalítica sob irradiação solar.

Palavras-Chave: *Síntese por combustão, Fotocatálise Heterogênea, Resíduo de manga, Óxido de ferro, Dióxido de titânio.*

ABSTRACT

Environmental contamination is a growing global concern, driving the development of alternative mitigation strategies. Heterogeneous photocatalysis is a promising approach, yet conventional semiconductors such as titanium dioxide and iron oxide face limitations, including the need for artificial UV radiation and rapid electron-hole recombination. This work explores the synthesis and application of novel composites based on titanium dioxide, iron oxide, and carbonaceous material derived from mango residue, using solution combustion synthesis with urea as fuel. Seven samples were produced with varying reagent ratios, resulting in distinct thermal profiles (TG/DTG/DTA), crystalline phases (hematite, maghemite, magnetite; XRD, FTIR), increased specific surface area in carbon-containing samples, diverse morphologies (SEM/EDS), and altered optical properties (UV–Vis spectroscopy, band gap), confirming the formation of new compounds with unique characteristics. Photocatalytic tests under UV irradiation (125 W) demonstrated that the FeTi-1-1 sample achieved the highest degradation efficiency for both pharmaceuticals and dyes. However, when dyes were mixed or solar illumination was applied, FeTi-1-2 and FeTiC-2-1-1 samples performed better. Exposure to natural light for 30 minutes led to selective inhibition of *E. coli* (Gram-negative) bacteria. The addition of mango residue enhanced the magnetic response, facilitating separation and reuse of the catalysts. Overall, incorporating the residue improved solar light absorption and photocatalytic efficiency under solar irradiation.

Keywords: *Combustion synthesis, Heterogeneous photocatalysis, Mango residue, Iron oxide, Titanium dioxide.*

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. Recursos hídricos	5
3.2. Resíduos sólidos e líquidos	5
3.3. Corantes têxteis	6
3.4. Microorganismos patogênicos	8
3.5. Medicamentos	11
3.6. Tratamento de efluentes	15
3.7. Processo Oxidativos Avançados (POA's)	15
3.8. Fotocatálise Heterogênea	16
3.9. Fotocatalisadores	18
3.10. Síntese de Fotocatalisadores e Materiais	19
3.11. Síntese por Combustão em Solução	20
3.12. Biomassa e resíduos agroindustriais	21
3.13. Síntese de compósitos derivados de biomassa	22
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	23
4.1. Teste de tempo de sonicação para a síntese	23
4.2. Síntese dos compósitos de dióxido de titânio e óxido de ferro	25
4.3. Tratamento do resíduo de manga	25
4.4. Síntese dos compósitos dióxido de titânio/óxido de ferro/material carbonáceo	26
4.5. Caracterizações	26
4.5.1. <i>Análise Térmica (TG/DTG e DTA)</i>	26
4.5.2. <i>Difração de Raios X (DRX)</i>	27
4.5.3. <i>Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)</i> ..	27
4.5.4. <i>Espectroscopia UV-Vis com Reflectância Difusa</i>	27
4.5.5. <i>Área superficial específica</i>	27
4.5.6. <i>Tamanho de partículas (textural)</i>	27
4.5.7. <i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS)</i>	28
4.5.8. <i>Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)</i>	28
4.5.9. <i>Potencial Isoelétrico</i>	28

4.5.10.	<i>Magnetização</i>	28
4.6.	Testes fotocatalíticos	29
4.6.1.	<i>Testes fotocatalíticos em corantes têxteis</i>	29
4.6.2.	<i>Testes fotocatalíticos com mistura de corantes</i>	29
4.6.3.	<i>Testes fotocatalíticos com medicamentos</i>	30
4.7.	Teste de Inibição de crescimento microbiano	31
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
5.1.	Síntese dos compósitos – Avaliação do tempo de sonicação	32
5.2.	Síntese dos compósitos – Avaliação das proporções de Fe-Ti e Fe-Ti-C(resíduo)	33
5.3.	Caracterizações	33
5.3.1.	<i>Análise Térmica</i>	33
5.3.2.	<i>Difração de Raios X</i>	38
5.3.3.	<i>Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier</i>	43
5.3.4.	<i>Espectroscopia UV-Vis e Reflectância Difusa</i>	44
5.3.5.	<i>Área Superficial Específica (BET)</i>	49
5.3.6.	<i>Tamanho de partículas dispersas em água</i>	51
5.3.7.	<i>Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia de Dispersão de elétrons</i>	51
5.3.8.	<i>Microscopia Eletrônica de Transmissão</i>	58
5.3.9.	<i>Potencial de Carga Zero ou ponto isoelétrico</i>	66
5.3.10.	<i>Análise de Magnetização</i>	68
5.4.	Testes Fotocatalíticos	73
5.4.1.	<i>Testes fotocatalíticos em corantes têxteis</i>	73
5.4.2.	<i>Testes fotocatalíticos com medicamentos</i>	76
5.5.	Fotocatálise sob luz solar natural	81
5.6.	Teste De Inibição De Crescimento De Microorganismos	82
6.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	86
7.	REFERÊNCIAS	88
	APÊNDICES	111
	Apêndice A: Curvas de TG/DTA e TG/DTG dos precursores das amostras.	113
	Apêndice B: Gráficos de Refinamento Rietvelt das amostras sintetizadas.	120
	Apêndice C: Fotos dos testes fotocatalíticos.	124

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura molecular do Azul de Metileno (AZ).	6
Figura 2: Estrutura molecular do Cristal de violeta.	7
Figura 3: Estrutura molecular do Alaranjado de metila.	7
Figura 4: Estrutura molecular do Propranolol.	12
Figura 5: Estrutura molecular da Doxíciclina.	13
Figura 6: Estrutura molecular do paracetamol.	14
Figura 7: Fluxograma dos processos oxidativos avançados presentes na literatura.	16
Figura 8: Estruturas cristalinas da hematita (A), magnetita (B) e maghemita(C).	18
Figura 9: Estruturas cristalinas do dióxido de titânio.	19
Figura 10: Variedades distintas de manga.	21
Figura 11: Fluxograma de síntese para o teste de sonicação.	24
Figura 12: Fluxograma de síntese dos compósitos de óxido de ferro e dióxido de titânio.	25
Figura 13: Fluxograma de pré-tratamento das cascas de manga.	26
Figura 14: Fluxograma de síntese de compósitos de óxido de ferro, dióxido de titânio e resíduo de manga.	26
Figura 15: Esquema dos testes fotocatalíticos com corantes têxteis.	29
Figura 16: Esquema dos testes fotocatalíticos com medicamentos.	30
Figura 17: Esquema dos testes de inibição crescimento microbiano.	31
Figura 18: Imagens das amostras recém-sintetizadas.	33
Figura 19: Curvas de TG dos precursores dos compósitos.	34
Figura 20: Curvas diferenciais de TG dos precursores dos compósitos.	35
Figura 21: Curvas de análise térmica diferencial dos precursores das amostras.	36
Figura 22: Difractogramas dos materiais baseados em óxido de ferro e dióxido de titânio.	38
Figura 23: Difractogramas dos materiais baseados em óxido de ferro e dióxido de titânio e material carbonáceo adicionado.	39
Figura 24: Espectros de FT-IR das amostras sintetizadas.	44

Figura 25: Curvas de absorção de radiação UV-Vis das amostras sintetizadas.	45
Figura 26: Curvas do método tauc para band gap indireto.	47
Figura 27: Curvas de Reflectância difusa dos materiais de referência.	48
Figura 28: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-1-1 em diferentes magnificações.	52
Figura 29: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-1-1.	52
Figura 30: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-1-2 em diferentes magnificações.	53
Figura 31: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-1-2.	53
Figura 32: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-2-1 em diferentes magnificações.	54
Figura 33: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-2-1.	54
Figura 34: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-1-1 em diferentes magnificações.	55
Figura 35: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-1-1.	55
Figura 36: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-2-1 em diferentes magnificações.	56
Figura 37: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-2-1.	56
Figura 38: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-1-2 em diferentes magnificações.	57
Figura 39: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-1-2.	57
Figura 40: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-1-1.	58
Figura 41: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-1-2.	59
Figura 42: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-2-1.	59
Figura 43: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-1-1.	60
Figura 44: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-2-1-1.	60
Figura 45: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-2-1.	61

Figura 46: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-1-2.....	61
Figura 47: Mapeamento em EDX das espécies principais nas amostras sem adição de resíduo.....	63
Figura 48: Espectro de EDX da amostra FeTi-1-1.....	64
Figura 49: Espectro de EDX da amostra FeTi-1-2.....	65
Figura 50: Espectro de EDX da amostra FeTi-2-1.....	66
Figura 51: Curva de potencial isoelétrico dos compósitos sintetizadas.....	67
Figura 52: Medidas de magnetização a 5K das amostras sem adição de resíduo.	69
Figura 53: Medidas de magnetização a 5K das amostras com adição de resíduo.	69
Figura 54: Medidas de magnetização a 300K das amostras sem adição de resíduo.	70
Figura 55: Medidas de magnetização a 300K das amostras com adição de resíduo.	71
Figura 56: Medidas de resfriamento sem campo aplicado (ZFC) e com campo aplicado (WFC) das amostras sem adição de resíduo.....	72
Figura 57: Medidas de resfriamento sem campo aplicado (ZFC) e com campo aplicado (WFC) das amostras com adição de resíduo.....	73
Figura 58: Espectros de absorção UV-Vis dos corantes e da mistura.....	74
Figura 59: Fotólise dos corantes separadamente e em mistura na proporção 1/1/1.	74
Figura 60: Espectros de absorção UV-Vis dos medicamentos usados como moléculas modelo.	78
Figura 61: Degradação fotocatalítica do Paracetamol 20 mg L ⁻¹	79
Figura 62: Degradação fotocatalítica do Doxíciclina 20 mg L ⁻¹	80
Figura 63: Degradação fotocatalítica do Propranolol 20 mg L ⁻¹	81
Figura 64: Teste de inibição de crescimento de bactérias Gram positiva (esquerda) e Gram negativa (direita) pelas amostras sem adição de resíduo.	83
Figura 65: Teste de inibição de crescimento de bactérias Gram positiva (esquerda) e Gram negativa (direita) pelas amostras com adição de resíduo.	83

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Comparação entre as características dos corantes têxteis AZ, CV e AM.....	8
Tabela 2: Comparação entre bactéria Gram-Positiva e Gram-Negativa.....	11
Tabela 3: Lista de Reagentes.....	23
Tabela 4: Lista de Equipamentos.....	23
Tabela 5: Resultados dos testes para avaliação do tempo de sonicação na atividade das amostras.....	32
Tabela 6: Perda de massa e temperaturas máximas dos precursores dos compósitos.....	37
Tabela 7: Parâmetros quantitativos de refinamento Rietvelt das amostras sintetizadas.....	41
Tabela 8: Tamanho de cristalito em relação as fases cristalográficas de cada amostra.....	42
Tabela 9: Valores experimentais de energia de band gap das amostras sintetizadas.....	49
Tabela 10: Área superficial específica experimental pelo método BET.....	50
Tabela 11: Tamanho de partículas dispersas em meio aquoso.....	51
Tabela 12: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-1-1.....	52
Tabela 13: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-1-2.....	53
Tabela 14: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-2-1.....	54
Tabela 15: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-1-1.....	56
Tabela 16: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-2-1.....	57
Tabela 17: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-1-2.....	58
Tabela 18: Parâmetros estatísticos das medidas de distribuição de partícula por microscopia.....	62
Tabela 19: Valores de potencial isoelétrico das amostras sintetizadas.....	66
Tabela 20: Parâmetros de magnetização dos compósitos sintetizados.....	68
Tabela 21: Resultados dos testes fotocatalíticos com corantes sob luz UV artificial.....	75

Tabela 22: Resultados dos testes fotocatalíticos utilizando medicamentos sob luz UV artificial.....	77
Tabela 23: Resultados dos testes fotocatalíticos sob luz solar natural.	82
Tabela 24: Halos de inibição de crescimento de microorganismos expostos a luz natural utilizando os compósitos.	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AM	Alaranjado de Metila
AZ	Azul de Metileno
BET	<i>Brunauer-Emmett-Teller</i>
CIF	<i>Crystallographic Information File</i>
CONAMA	Conselho Nacional do meio ambiente
CV	Cristal de Violeta
DRX	Difração de Raios X
DTA	Análise Térmica Diferencial
DTG	Termogravimetria derivada
EDS	Espectroscopia por Dispersão de Energia
Eg	Energia de <i>Band Gap</i>
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
PCZ	Potencial Isoelétrico
POA's	Processos Oxidativos Avançados
SCS	<i>Solution Combustion Syntesis</i>
TG	Termogravimetria
UV-VIS	Ultravioleta-Visível

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Reação de Combustão em sistema fechado.....	24
Equação 2: Equação de Scherrer.....	42
Equação 3: Equação do método de τ_{auc} para band gap direto.....	46
Equação 4: Equação do método de τ_{auc} para band gap indireto.....	46
Equação 5: Cálculo da descoloração de corantes.....	75
Equação 6: Equação de Langmuir-Hinshelwood.....	75

1. INTRODUÇÃO

A crescente contaminação ambiental, resultado da intensa atividade humana, vem sendo um desafio cada vez mais urgente na sociedade atual, sendo alvo de rigorosa investigação técnica/científica. A poluição dos corpos d'água por resíduos sólidos, especialmente os não recicláveis, assim como o descarte de resíduos industriais, agropecuários e domésticos representam problemas que demandam diversas estratégias para a sua remediação (Richardson; Kimura, 2020).

Estima-se que até 2050, um quinto da população mundial estaria residindo em áreas/locais de elevado risco de deterioração na qualidade da água, devido à alta Demanda Bioquímica de Oxigênio (DBO) causada por contaminantes orgânicos (UNESCO e UN-Water, 2020). Neste sentido, visando remediar a contaminação em corpos hídricos, são aplicados tratamentos reconhecidos por sua eficácia na degradação em grande quantidade de substâncias orgânicas e inorgânicas, como a fotocatalise heterogênea. Esse fenômeno envolve a irradiação de um semicondutor por uma radiação eletromagnética, gerando elétrons (e^-) e lacunas (h^+), que reagem com espécies contaminantes, inativando-as (Sinar Mashuri et al., 2020).

Apesar da eficiência demonstrada, a fotocatalise apresenta desvantagens associadas às variáveis de processo e, especialmente, ao catalisador utilizado, frequentemente o dióxido de titânio, cujas limitações dificultam a implementação em larga escala. Uma limitação significativa associada ao uso do dióxido de titânio em sistemas fotocatalíticos para a remediação de efluentes aquosos é o amplo *Band Gap*, em torno de 3,2 eV, resultando na absorção predominante de radiação na faixa do ultravioleta (UV) (Truppi et al., 2017). Essa característica dificulta a utilização de radiação na região do visível, majoritária na energia solar, impossibilitando a expansão do seu uso em amplo senso. Outra desvantagem apresentada é a etapa de separação do catalisador do meio aquoso, que é dificultada pela baixa densidade do material (Nascimento et al., 2020; Silva et al., 2023).

Uma alternativa viável ao dióxido de titânio é o óxido de ferro, nos seus diversos polimorfos, que possui Band Gap entre 1,4 e 2,2 eV, além da atividade magnética de algumas dessas espécies, que podem ser separadas mais facilmente do meio aquoso (Pang et al., 2016a). Todavia, o óxido de ferro tem uma velocidade de recombinação

eletrônica alta, o que reflete o baixo rendimento quântico. Uma estratégia promissora que poderia reduzir ou eliminar essas limitações seria combinar as características dos dois materiais (Wang et al., 2013). Desta maneira torna-se necessária a síntese e aplicação de novos materiais que auxiliem no processo de descontaminação, os quais podem ser utilizados em uma grande variedade de poluentes, desde corantes, a medicamentos e microorganismos patogênicos.

Métodos de síntese diversos são tradicionalmente usados para síntese de matérias de natureza fotocatalítica, a exemplos do método de precipitação/coprecipitação química, sol-gel, hidrotermal/solvotermal, decomposição térmica de precursores, entre outros, os quais se obtêm uma variedade grande de fotocatalisadores com propriedades diferentes. No entanto, tais métodos têm características não desejáveis, como um período grande de tempo, para obtenção desse material, exigência de reagentes caros ou de altíssima pureza, procedimentos posteriores como lavagens e tratamentos térmicos, o que aumenta tanto o custo quanto o impacto ambiental dessas técnicas (Carlos et al., 2020). Assim, a síntese por combustão em solução surge como alternativa ambientalmente amigável, de baixo custo e de tempo curto para obtenção dos produtos, mantendo as propriedades dos materiais como esperado de uma síntese tradicional (Mukasyan; Epstein; Dinka, 2007).

A síntese por combustão consiste na reação de um sal precursor oxidante, normalmente nitratos, com um combustível, normalmente orgânico, a exemplo da ureia, glicina e ácido cítrico. Tal reação é altamente energética e exotérmica, levando a geração de produtos de pequeno tamanho e com morfologias distintas. As propriedades podem ser controladas através dos parâmetros de síntese como concentração de reagentes, temperatura e reagentes auxiliares (Novitskaya et al., 2021).

Além disso, é desejável que tais materiais sejam sintetizados a partir de fontes mais renováveis e sustentáveis, aproveitando-se, por exemplo, de resíduos sólidos (Henrique et al., 2013).

Nesse contexto, os resíduos sólidos provenientes da agroindústria ganham destaque, uma vez que, por não possuírem uma aplicação industrial direta, apresentam baixo valor de mercado, sendo normalmente incinerados ou usados em

compostagem. No entanto, o uso desses resíduos como matéria prima para a síntese de novos materiais, tem sido encorajado, especialmente como uma alternativa aos recursos não renováveis e/ou prejudiciais ao meio ambiente.

Portanto, este trabalho visa obter novos materiais baseados em óxido de ferro, dióxido de titânio (P25) e resíduo de manga pelo método da combustão, estudando suas propriedades e desempenho frente a sistemas modelo.

2. OBJETIVOS

Objetivo Geral:

Formular catalisadores baseados em óxidos de ferro, dióxido de titânio e material carbonáceo discutindo seu processo de síntese, características físico-químicas e seu desempenho em processos fotocatalíticos.

Objetivos Específicos:

- Sintetizar catalisadores baseados em óxidos de ferro e dióxido de titânio (P25) utilizando o método da combustão;
- Investigar os parâmetros que influenciam na síntese por combustão avaliando as características termoquímicas do processo;
- Analisar o efeito da adição da biomassa discutindo as modificações nas propriedades físico-químicas dos catalisadores;
- Avaliar a influência da proporção em massa dos componentes do catalisador nas suas propriedades e atividade correlacionando a razão aos resultados obtidos;
- Avaliar a atividade fotocatalítica dos materiais sintetizados frente a moléculas modelo de corantes têxteis, Azul de metileno, cristal de violeta e alaranjado de metila utilizando radiação ultravioleta artificial;
- Avaliar a atividades fotocatalítica dos materiais sintetizados frente a moléculas modelo de fármacos, propranolol, doxiciclina e acetoaminofenol utilizando radiação ultravioleta artificial;
- Avaliar a atividades fotocatalítica dos materiais sintetizados frente a moléculas modelo de corantes têxteis utilizando luz solar;
- Estudar a atividade antimicrobiana dos materiais sintetizados via fotocátalise comparando a inibição de crescimento com antibióticos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Recursos hídricos

A água é um recurso indispensável para à vida na terra, sendo um recurso finito, e altamente indispensável a vida humana. Segundo o Relatório Mundial das Nações Unidas, sobre Desenvolvimento de Recursos Hídricos de 2020, os recursos hídricos mundiais são gastos especialmente em atividades agrícolas, sendo, na última década, aproximadamente 2600 km³/dia de água utilizados por esse setor (Nations; Nations, 2020). Entretanto, com o crescimento populacional, tais recursos estão cada vez mais escassos, especialmente pela sua contaminação agravada pelo descarte indevido de resíduos sólidos e líquidos provenientes dos setores que mais os consomem. No âmbito da América Latina, o consumo de água também é atribuído à produção de energia elétrica, especialmente no Brasil, e ao setor agrícola. O turismo também faz parte da parcela de consumos dos recursos, segundo o Relatório Mundial das Nações Unidas sobre Desenvolvimento de Recursos Hídricos de 2016 (Michael; Koncagul; Connor, 2016).

3.2. Resíduos sólidos e líquidos

Resíduos sólidos e líquidos são os principais contaminantes dos recursos hídricos, e é preciso um manejo e descarte adequado dos mesmos. No Brasil, a lei 12305/10 aborda o reaproveitamento e/ou reciclagem de resíduos agroindustriais sólidos (Brasil, 2010). Esta lei incentiva a transformação desses resíduos em produtos de maior valor agregado, aproveitando as potencialidades de cada material.

O Conselho Nacional do Meio Ambiente regulamenta também o manejo e descarte de resíduos líquidos e efluentes pelas resoluções 430/2011 e 357/2005, que dispõem sobre os despejos de efluentes industriais em corpos d'água. Para isso admitem que tais efluentes tenham pH entre 5 e 9, temperatura de 40 °C a 3 °C e redução de 60% da DBO, para efluentes sem estudo prévio de autodepuração do corpo hídrico ao qual o efluente será despejado, bem como mantendo os níveis de oxigênio dissolvido e cor natural, de acordo com a classificação dos corpos d'água (CONAMA, 2005, 2011). Para atingir esses parâmetros, tratamentos químicos, físicos e/ou biológicos devem ser feitos.

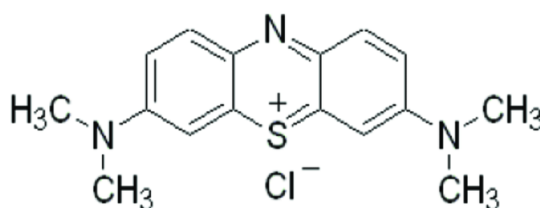
Dentre os contaminantes principais estudados, os corantes têxteis (Subash et al., 2013) e os microorganismos patogênicos (Ganguly et al., 2018) são os mais comumente abordados na literatura especializada, e mais recentemente, alguns fármacos estão sendo avaliados como poluentes emergentes, a exemplo de antibióticos, como a amoxicilina, e disruptores endócrinos, como os derivados de estradiol (Moura; Rios; Galvão, 2018).

3.3. Corantes têxteis

Os corantes têxteis são amplamente utilizados na indústria para a coloração de tecidos, mas sua liberação em corpos d'água representa riscos ambientais e à saúde significativos. Esses corantes, frequentemente não biodegradáveis, podem causar graves distúrbios ecológicos e riscos à saúde ao contaminarem ambientes aquáticos. Os corantes têxteis incluem categorias como reativos, diretos, dispersos, índigo, enxofre e de cuba, utilizados em processos como tingimento e impressão. Quando presentes em efluentes, esses corantes podem provocar desequilíbrios ecológicos devido à sua baixa biodegradabilidade, resultando em problemas como eutrofização, redução de oxigênio e bioacumulação de compostos carcinogênicos (Berradi et al., 2019; Pereira et al., 2021).

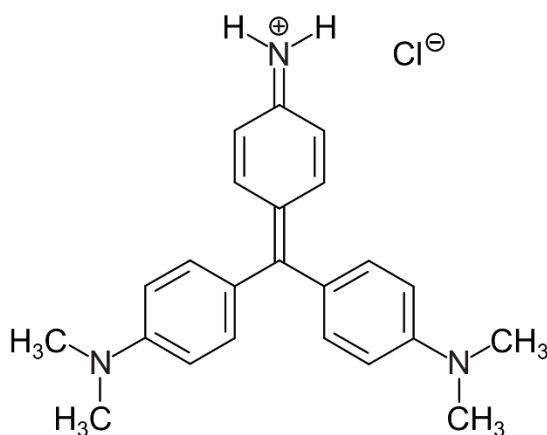
O Azul De Metileno (Figura 1) é um corante catiônico (básico), solúvel em água, amplamente utilizado em tecidos acrílicos e também em microbiologia. É um corante solúvel em água e solventes orgânicos, com estrutura planar e propriedades redox marcantes (Khan et al., 2022). Sua forma reduzida, leucometileno azul, é incolor e participa de ciclos redox, conferindo-lhe utilidade em processos biológicos e industriais. O AZ apresenta fluorescência e pode gerar oxigênio singlete sob irradiação de luz visível, sendo útil em aplicações fotodinâmicas e como marcador (Kayabaşı, 2020; Xue; Thaivalappil; Cao, 2021).

Figura 1: Estrutura molecular do Azul de Metileno (AZ).



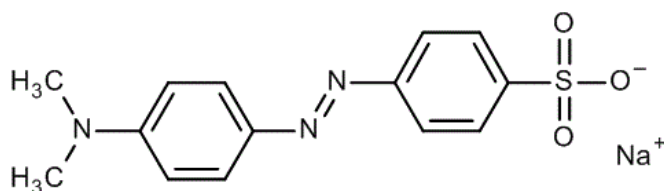
O cristal violeta(CV) (Figura 2) é um corante básico da classe dos triarilmetanos, com intensa coloração roxa, empregado em tecidos sintéticos e também em técnicas de coloração bacteriana (como o método de Gram) (Ganea et al., 2021). O CV é reconhecido como tóxico, carcinogênico e persistente no ambiente, sendo considerado um poluente preocupante devido aos seus efeitos adversos à saúde humana e à biota aquática (Putri; Keereerak; Chinpa, 2020).

Figura 2: Estrutura molecular do Cristal de violeta.



O alaranjado de metila (AM) (Figura 3) é um corante azoico aniônico amplamente utilizado como indicador ácido-base em laboratórios e na indústria têxtil, devido à sua mudança de cor distinta em diferentes pH e à sua capacidade de absorção de luz ultravioleta (Ganea et al., 2021). No entanto, seu descarte inadequado pode causar danos ambientais e riscos à saúde humana, incluindo potenciais efeitos carcinogênicos e teratogênicos (Wu et al., 2021).

Figura 3: Estrutura molecular do Alaranjado de metila.



A tabela 1 compara os três corantes e suas características e aplicações gerais.

Tabela 1: Comparação entre as características dos corantes têxteis AZ, CV e AM.

Corante	Classificação Química	Estrutura característica	Aplicações principais
Azul de Metileno	Corante básico (catiônico) – classe das fenotiazinas	Núcleo heterocíclico com enxofre e nitrogênio	Tingimento de fibras acrílicas, marcador biológico em microscopia, estudos redox
Alaranjado de Metila	Corante ácido (aniônico) – azo	Grupo funcional azo ($-N=N-$) ligado a anéis aromáticos	Tingimento de lã, seda e algodão (com mordente), indicador ácido-base (pH 3,1–4,4)
Cristal Violeta	Corante básico (catiônico) – triarilmetano	Estrutura com três anéis aromáticos ligados a um carbono central	Tingimento de fibras sintéticas, coloração bacteriana (Gram +), marcadores histológicos

Métodos tradicionais de tratamento físico-químico frequentemente são insuficientes, resultando na remoção incompleta de corantes e outras substâncias tóxicas (Methneni et al., 2021; Rafiq et al., 2021). Há uma necessidade urgente de tecnologias inovadoras, econômicas e ambientalmente sustentáveis para tratar esses efluentes antes de seu descarte no meio ambiente (Kishor et al., 2021; Kusumlata et al., 2024).

3.4. Microorganismos patogênicos

Os micro-organismos patogênicos em recursos hídricos representam riscos significativos à saúde pública, pois podem levar à disseminação de doenças de veiculação hídrica. Esses micro-organismos podem originar-se de diversas fontes,

incluindo esgoto doméstico, escoamento agrícola e fezes animais, contaminando sistemas de águas superficiais e subterrâneas (Alegbeleye; Sant'Ana, 2020; Cui et al., 2019; Ferreira et al., 2022). Bactérias patogênicas são divididas em Gram-Positivas e Gram-Negativas.

A divisão fundamental entre bactérias Gram-positivas e Gram-negativas, estabelecida pela técnica de coloração de Hans Christian Gram em 1884, vai muito além de uma mera característica tintorial, refletindo diferenças estruturais profundas na parede celular que têm implicações diretas na fisiologia e patogenicidade bacterianas. A principal diferença reside na espessura e composição do peptidoglicano, um polímero essencial para a integridade estrutural da célula. As bactérias Gram-positivas possuem uma espessa camada de peptidoglicano (20-80 nm), que retém o complexo de cristal violeta e iodo durante a descoloração, resultando numa coloração azul-púrpura. Já as Gram-negativas apresentam uma camada fina de peptidoglicano (2-7 nm), incapaz de reter o corante primário após a ação do álcool/acetona, o que faz com que adquiram a cor rosa da safranina utilizada na contra-coloração (MT Madigan et al., 2021; Murray, 2020; Swoboda et al., 2010).

Essa disparidade estrutural é ainda mais complexa. As bactérias Gram-positivas apresentam uma parede homogênea, incorporando moléculas de ácidos teicoicos e lipoteicoicos, que atuam na adesão e modulação da resposta imune do hospedeiro. Em contraste, as Gram-negativas possuem uma arquitetura de envelope celular mais elaborada, caracterizada pela presença de uma membrana externa localizada acima da fina camada de peptidoglicano. Esta membrana externa é uma bicamada lipídica assimétrica, cujo componente único e crítico é o lipopolissacarídeo (LPS ou endotoxina), um potente indutor de respostas inflamatórias sistêmicas. O espaço entre a membrana citoplasmática e a membrana externa, conhecido como espaço periplasmático, contém enzimas hidrolíticas e proteínas de transporte, enquanto a própria membrana externa é pontuada por porinas, que controlam seletivamente a passagem de moléculas (MT Madigan et al., 2021; Murray, 2020).

Consequentemente, essas diferenças anatômicas ditam diferenças cruciais na suscetibilidade a antimicrobianos e nas estratégias de virulência. A espessa e acessível camada de peptidoglicano das Gram-positivas as torna geralmente mais susceptíveis a antibióticos como a penicilina e vancomicina. Por outro lado, a

membrana externa das Gram-negativas atua como uma barreira física eficaz, conferindo resistência intrínseca a uma variedade de agentes, incluindo a vancomicina, e abrigando potentes bombas de efluxo. Do ponto de vista clínico, enquanto as Gram-positivas frequentemente dependem de exotoxinas para a sua patogenicidade, a liberação de LPS da parede das Gram-negativas durante infecções pode desencadear uma cascata inflamatória massiva, podendo evoluir para choque séptico, uma complicação temida na prática médica.

Um exemplo de bactérias Gram-positiva é a *Staphylococcus Aureus*, que tem forma cocoide (esférica), que se organiza em cachos irregulares semelhantes a cachos de uva (daí o prefixo "Staphylo-"). É catalase-positiva e coagulase-positiva, uma característica crucial que a distingue de outras espécies de estafilococos menos patogênicos (Murray, 2020). É um comensal comum da microbiota humana, colonizando principalmente as fossas nasais anteriores e a pele de uma parte significativa da população saudável (cerca de 30%), atuando como um patógeno oportunista (Di Bella et al., 2025; Touaitia et al., 2025).

Já para bactérias Gram-Negativas tem-se a *Escherichia Coli*, apresentando-se em forma de bacilo (bastonete), pertencente à família *Enterobacteriaceae*. É um anaeróbio facultativo, oxidase-negativo e fermenta a lactose (Braz; Melchior; Moreira, 2020). É o membro mais comum e importante da microbiota comensal do intestino grosso de humanos e outros animais de sangue quente, onde desempenha funções benéficas, como a produção de vitamina K e a prevenção da colonização por patógenos (Geurtsen et al., 2022).

O monitoramento dessas bactérias se torna essencial para manter a água com boa qualidade. Bactérias como a *Escherichia Coli* e o *Staphylococcus Aureus* são utilizados como indicadores de contaminação de corpos hídricos, sendo utilizadas como modelo para métodos diversos de tratamento avançados (Kumar et al., 2019). Entretanto, tais bactérias isoladamente não são bons indicativos para patógenos, sendo necessário um estudo mais amplo desse corpo d'água (Richiardi et al., 2023). A tabela 2 compara tais bactérias.

Tabela 2: Comparação entre bactéria Gram-Positiva e Gram-Negativa.

Bactéria	Gram	Morfologia	Malefícios à saúde	Tipo de contaminação comum
Escherichia coli (E. coli)	Gram-negativa (parede com lipopolissacarídeos e fina camada de peptidoglicano)	Bacilo (bastonete)	Algumas cepas patogênicas causam diarreia, infecções urinárias, septicemia e meningite neonatal.	Contaminação fecal-oral (água e alimentos contaminados), carnes malcozidas, falta de higiene.
Staphylococcus aureus (S. aureus)	Gram-positiva (espessa camada de peptidoglicano com ácido teicoico)	Coco (arranjado em cachos)	Pode causar infecções cutâneas, pneumonia, endocardite, septicemia e intoxicação alimentar por enterotoxinas.	Contaminação por contato direto (pele e mucosas), manipulação de alimentos, superfícies hospitalares (infecção cruzada).

3.5. Medicamentos

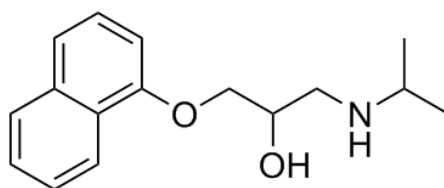
A contaminação de recursos hídricos por produtos farmacêuticos é uma preocupação ambiental crescente, devido ao uso disseminado e ao descarte inadequado desses compostos. Esses contaminantes podem causar impactos significativos nos ecossistemas e na saúde humana, e sua presença em diversos corpos d'água tem sido amplamente documentada em escala global.

Produtos farmacêuticos têm sido detectados em uma variedade de fontes hídricas, incluindo águas superficiais, subterrâneas e até mesmo água de torneira. Estudos demonstram que estações de tratamento de esgoto (ETEs) são uma fonte significativa de contaminantes farmacêuticos, uma vez que frequentemente não conseguem remover completamente esses compostos dos efluentes, resultando em sua presença em rios, estuários e águas costeiras(Čelić et al., 2019; Charuaud et al., 2019; Patel et al., 2019). Em regiões com atividades intensivas de pecuária, produtos veterinários também contribuem para a contaminação hídrica (Charuaud et al., 2019). Globalmente, produtos farmacêuticos foram encontrados em rios de 104 países, com maiores concentrações em áreas com gestão inadequada de efluentes(Wilkinson et al., 2022).

A presença de produtos farmacêuticos na água pode causar efeitos crônicos e agudos prejudiciais aos ecossistemas aquáticos e, potencialmente, à saúde humana. Compostos como analgésicos, antibióticos e medicamentos psiquiátricos são frequentemente detectados e são motivo de preocupação devido à sua persistência no ambiente e ao potencial de bioacumulação (Čelić et al., 2019; Patel et al., 2019; Wilkinson et al., 2022). Em alguns casos, produtos farmacêuticos foram identificados em águas subterrâneas utilizadas para consumo humano, embora, em geral, as concentrações sejam baixas e não representem riscos significativos à saúde (Bexfield et al., 2019; Jurado; Vázquez-Suñé; Pujades, 2021).

O Cloridrato de propranolol (Figura 4) é um agente farmacológico da classe dos beta-bloqueadores não seletivos, derivado naftiloxi-álcool. Sua formulação como sal de cloridrato garante alta solubilidade em água, facilitando o uso em medicamentos orais e intravenosos. Trata-se de um pó cristalino branco, fotossensível, que deve ser armazenado em embalagens opacas para preservar sua estabilidade (“Propranolol hydrochloride”, [S.d.]; Ren et al., 2025).

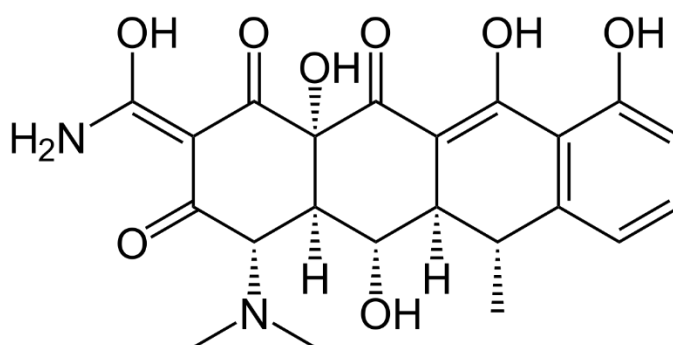
Figura 4: Estrutura molecular do Propranolol.



Farmacocineticamente, o propranolol é bem absorvido no trato gastrointestinal, mas apresenta biodisponibilidade oral relativamente baixa (cerca de 25%) devido ao extenso metabolismo de primeira passagem hepática. Sua natureza lipofílica favorece ampla distribuição tecidual e elevada ligação às proteínas plasmáticas. Clinicamente, o propranolol é utilizado no tratamento de hipertensão arterial, angina pectoris, taquiarritmias e profilaxia da enxaqueca. Também é eficaz no controle de sintomas adrenérgicos, como os do hipertireoidismo (taquicardia e tremor) e do tremor essencial, sendo considerado um dos beta-bloqueadores mais versáteis na prática terapêutica (Brunton; Knollmann, 2023; Chernoviz, 1996).

A doxiciclina (Figura 5), outro fármaco bastante utilizado, é um antibiótico de amplo espectro da classe das tetraciclinas, amplamente utilizado em diversas áreas da medicina devido à sua eficácia, boa tolerabilidade e propriedades anti-inflamatórias (De Oliveira et al., 2020). É empregada no tratamento de várias infecções bacterianas, incluindo infecções sexualmente transmissíveis (ISTs), acne, malária (tratamento e profilaxia), doenças respiratórias como pneumonia adquirida na comunidade, e doenças inflamatórias dermatológicas como rosácea e periodontite (Gaillard; Madamet; Pradines, 2015; Peyriere et al., 2017).

Figura 5: Estrutura molecular da Doxiciclina.

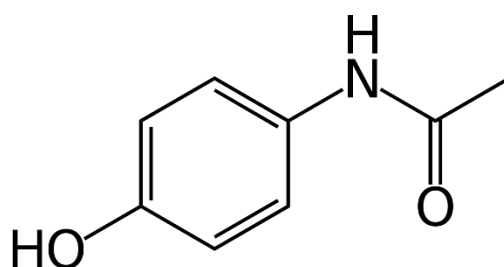


Além da ação antimicrobiana, a doxiciclina apresenta propriedades anti-inflamatórias, sendo utilizada em doses subantimicrobianas para doenças inflamatórias cutâneas e orais (Piacentini et al., 2019). Estudos recentes investigam seu potencial neuroprotetor em doenças neurodegenerativas, efeitos antitumorais em cânceres como melanoma, colorretal e próstata (Dijk et al., 2020; Dominguez-Meijide

et al., 2021; Guzmán-Esquivel et al., 2025), e como terapia adjuvante em tuberculose pulmonar (Simmons; Hawn, 2021).

Já o paracetamol (Figura 6) (acetaminofeno) é um dos medicamentos mais utilizados no mundo para alívio da dor e redução da febre, sendo amplamente recomendado por sua eficácia e perfil de segurança em doses terapêuticas.

Figura 6: Estrutura molecular do paracetamol.



O mecanismo de ação do paracetamol ainda não é totalmente compreendido. Sabe-se que ele inibe enzimas da família da ciclooxygenase (COX), principalmente no sistema nervoso central, mas também pode atuar em vias serotoninérgicas, endocanabinoides e canais iônicos, o que contribui para seus efeitos analgésicos e antipiréticos (Ayoub, 2021).

Paracetamol é eficaz no tratamento de dor aguda e febre, sendo recomendado como primeira ou segunda linha em diversas diretrizes, especialmente para idosos e pacientes com contraindicação a anti-inflamatórios não esteroidais (AINEs). Sua eficácia em dor crônica, como osteoartrite, tem sido questionada, mas ainda é considerado útil em regimes multimodais para reduzir o uso de opioides (Freo et al., 2021; Jaeschke; Ramachandran, 2024).

Quando usado corretamente, o paracetamol apresenta poucos efeitos adversos gastrointestinais, renais ou vasculares. Entretanto, a superdosagem é a principal causa de insuficiência hepática aguda em muitos países, podendo levar à morte se não tratada rapidamente (Freo et al., 2021). O antídoto N-acetilcisteína é eficaz se administrado precocemente. O risco de toxicidade é maior em doses acima de 4g/dia em adultos ou em situações de jejum, alcoolismo ou doenças hepáticas (Chidiac et al., 2023; McGill; Hinson, 2020).

3.6. Tratamento de efluentes

Para atender as exigências dos órgãos de regulamentação ambiental quanto ao despejo de efluentes nos corpos, no caso, as resoluções 357/2005 e 410/2011 do CONAMA, faz-se necessário o tratamento dos mesmos, por meio de processos diversos e, na maioria das vezes, complementares.

A determinação do tipo de tratamento que será realizado depende da natureza do poluente, assim como do tipo de operação realizada (Giordano, 2004). Pode-se dividir o tratamento de efluentes em três tipos:

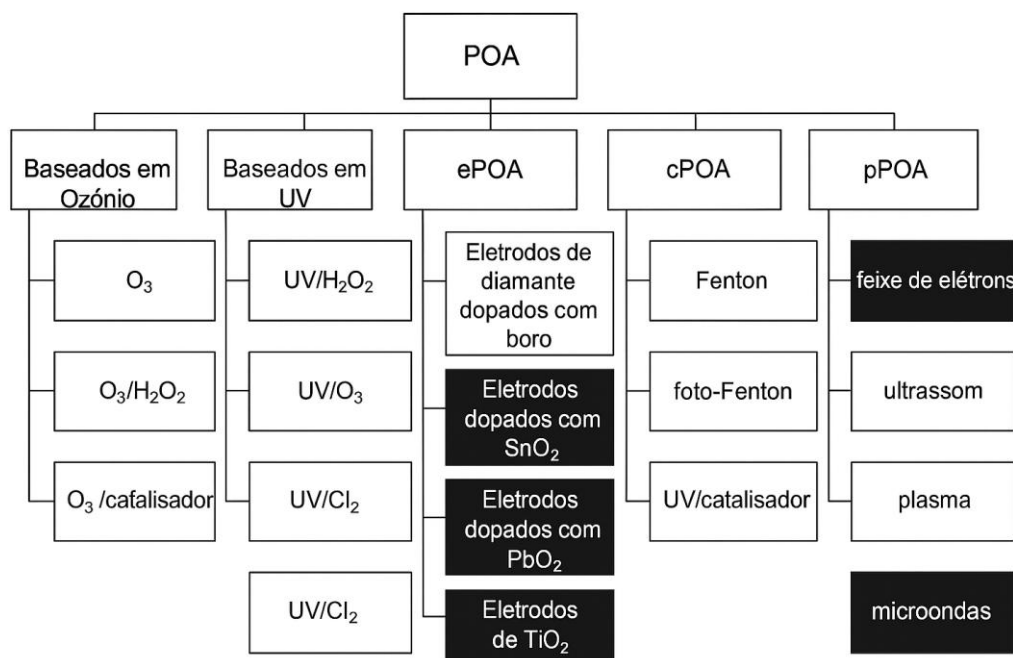
- **Tratamentos Primários:** Consistem em métodos físicos e químicos que ajustam aspectos como a turbidez, devido aos sólidos em suspensão, pH, temperatura, além de retirar algumas espécies químicas por meio de precipitação e oxidação químicas. Entre as técnicas utilizadas pode-se destacar a decantação, filtração, floculação, flotação, oxidação química, precipitação química, cloração, adsorção, entre outros.
- **Tratamentos Secundários:** Se utiliza de microorganismos aeróbios e anaeróbios, a fim de decompor principalmente substâncias orgânicas biodegradáveis, que podem estar tanto em suspensão quanto dissolvidas, inativando-as, transformando-as em gases ou depositando-as no fundo dos tanques, na forma de lodos.
- **Tratamentos Terciários:** Trata-se de processos mais avançados que geram espécies altamente reativas, através de reações com radiação ultravioleta, utilização de ozônio ou processos ultrassônicos. Tais tratamentos normalmente são usados para decompor poluentes não biodegradáveis persistentes. Entre as técnicas utilizadas, pode-se destacar os Processos Oxidativos Avançados (Marcelino et al., 2013).

3.7. Processo Oxidativos Avançados (POA's)

Os Processos Oxidativos Avançados são aqueles baseados na geração de radicais oxigenados e/ou livres, os quais são altamente reativos e podem reagir com substâncias dissolvidas e oxidá-las a ponto de degradá-las. Radicais como hidroxila (OH^\bullet), ânion radical superóxido (O_2^\bullet), radicais hidroxiperoxila (HO_2^\bullet) e alcooxila (RO^\bullet), são espécies químicas com um ou mais elétrons desemparelhados os quais os tornam altamente reativos e não seletivos (Kanakaraju; Glass; Oelgemöller, 2018).

Pode-se citar processos oxidativos avançados baseados na utilização do ozônio, como fonte para a geração de radicais, bem como no uso de radiação UV, fontes eletroquímicas, na utilização de catalisadores e de fontes físicas (Miklos et al., 2018). Dentre essas fontes, pode-se destacar a utilização de catalisadores, gerando reações do tipo Fenton, foto-fenton e fotocatalise heterogênea.

Figura 7: Fluxograma dos processos oxidativos avançados presentes na literatura.



(fonte: (Miklos et al., 2018))

Estudos recentes relatam o potencial dos radicais sulfato como espécie ativa de processos oxidativos avançados, técnicas que exploram a energia solar, bem como técnicas eletroquímicas que vêm ganhando destaque (Dewil et al., 2017; Kumar et al., 2021; Mazivila et al., 2019).

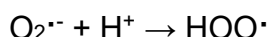
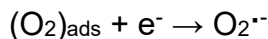
3.8. Fotocatálise Heterogênea

A fotocatalise heterogênea se baseia na irradiação de um semicondutor por radiação ultravioleta, visível ou solar, promovendo um elétron da banda de valência para a banda de condução, criando um par elétron/lacuna (e^-/h^+). A lacuna reage com a água e as hidroxilas adsorvidas na superfície do semicondutor, gerando radicais hidroxila. Porém, o elétron reage com o oxigênio dissolvido, gerando radicais superóxido, e posteriormente outras radicais livres, como os peróxila. Tais radicais

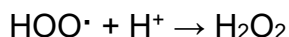
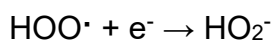
gerados, reagem com os compostos orgânicos, mineralizando-os (Byrne; Subramanian; Pillai, 2018a).

Mecanismos de reação em um semicondutor

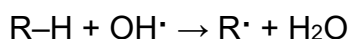
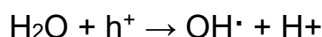
Reações com o elétron:



Reações do radical peroxila:



Reações com a lacuna:



A fotocatalise tem como aplicações principais a geração de gases como o H_2 , finalidade inicialmente idealizada por Fujishima e Honda na década de 70 (Fujishima; Honda, 1972; Hashimoto; Irie; Fujishima, 2005). Entretanto, o trabalho desenvolvido por Carey e colaboradores popularizou o uso da técnica em reações orgânicas (Carey; Lawrence; Tosine, 1976), sendo sua aplicação mais estudada na última década a degradação do bisfenol A (Rodríguez et al., 2011; Shekoohiyan et al., 2020), e com mais frequência, dos corantes têxteis, a exemplo do azul de metileno (Liberatti et al., 2014), alaranjado de metila (Arshad et al., 2017) e cristal de violeta (Antunes et al., 2011). Uma outra aplicação que vem ganhando bastante destaque é a descontaminação de efluentes que contém bactérias (Ohtani et al., 2014), vírus (Giannakis et al., 2017a) e outros microorganismos (Ganguly et al., 2018). Também vem crescendo o número de estruturas autolimpantes baseadas em fotocatalise (Yang et al., 2018).

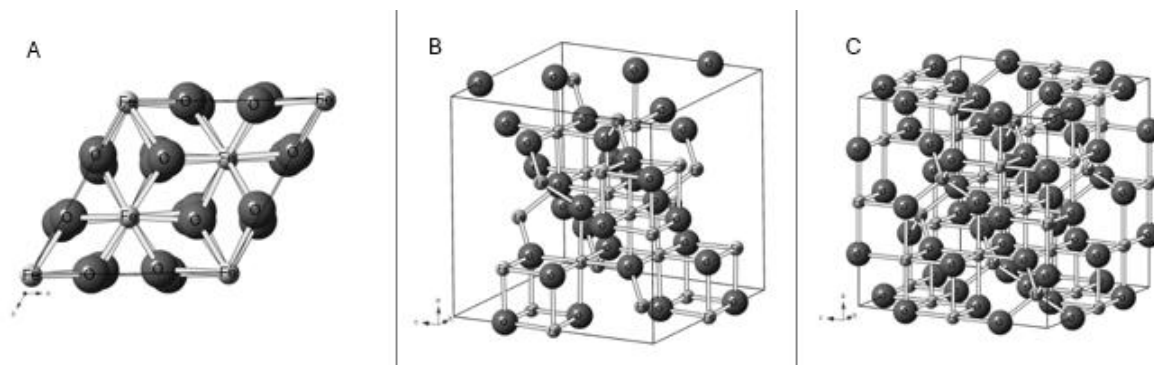
Pesquisas mais recentes demonstram a utilização da fotocatalise heterogênea na degradação de produtos farmacêuticos (Paniagua et al., 2020a), reações específicas, como a redução de CO_2 (Hezam et al., 2020) e lixiviado de aterro sanitário (Elleuch et al., 2020) como tendência nas pesquisas em fotocatalise heterogênea.

3.9. Fotocatalisadores

Os materiais utilizados como fotocatalisadores são materiais semicondutores, suportados ou não (Srikanth et al., 2017), os quais têm alto rendimento quântico e alta estabilidade química (Srikanth et al., 2017), além de propriedades físico-químicas adequadas.

Diversos materiais são utilizados como fotocatalisadores, entre os quais, o dióxido de titânio é o mais frequente. Outros exemplos de fotocatalisadores utilizados são os óxidos de zinco (Vinayagam et al., 2018), óxido de tungstênio (Li et al., 2017), fosfato de prata (Costa et al., 2018) e óxidos de ferro (Figura 8) (Kadirova et al., 2017).

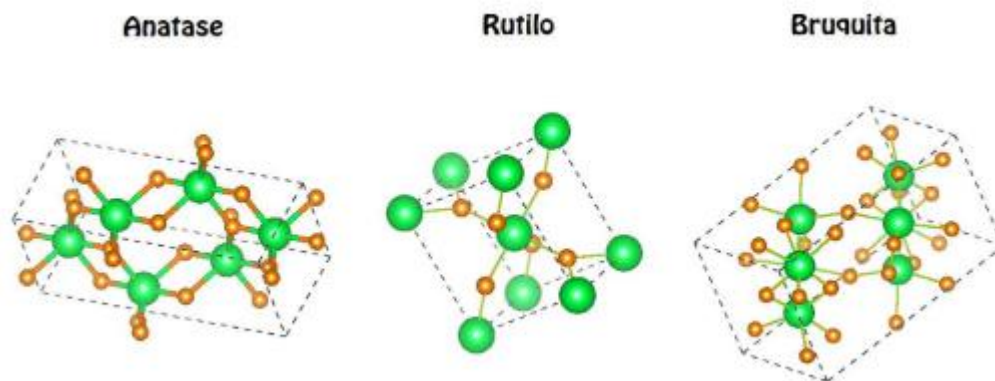
Figura 8: Estruturas cristalinas da hematita (A), magnetita (B) e maghemita (C).



Fonte: (Oliveira; Fabris; Pereira, 2013)

Destacando-se entre os semicondutores mais utilizados o dióxido de titânio tem características adequadas ao emprego como fotocatalisador, a exemplo da sua baixa toxicidade, alta estabilidade química, alto rendimento quântico e capacidade de ser utilizado como substrato, ou em filmes (Tsang et al., 2019). Apresentando polimorfismo, o TiO_2 (Figura 9) pode ser encontrado nas formas anatase, rutilo e brooquita, sendo a anatase a de maior aplicabilidade, tendo boa atividade fotocatalítica, e *band gap* indireto de aproximadamente 3,2 eV. Já rutilo, tem *band gap* direto de aproximadamente 3,02 eV, e a brooquita com 3,1-3,4 eV, é uma metáfase, conhecida como transição entre anatase e rutilo (Byrne; Subramanian; Pillai, 2018b; Tsang et al., 2019). A principal desvantagem do TiO_2 , em relação a outros fotocatalisadores, é a maior resposta quando submetido à radiação ultravioleta, em relação à região do visível, o que dificulta a utilização da luz solar como fonte, bem como a separação das partículas suspensão do meio aquoso com concentração maior que 200 mg L^{-1} produzindo turbidez e dificultando a análise a (Paniagua et al., 2020b).

Figura 9: Estruturas cristalinas do dióxido de titânio.



Fonte: (F. Vitoreti et al., 2017)

Em contrapartida, os óxidos de ferro são utilizados na fotocatalise devido as suas propriedades elétricas (Pulikkathumbayil; Govindaraj, 2020), magnéticas (Abdullah et al., 2019) e óticas (Su, 2017), tendo como característica principal a absorção de luz majoritariamente com comprimentos de onda na região do visível (Cornell; Schwertmann, 2003). Entre as principais fases, destaca-se a hematita como maior capacidade fotocatalítica, tendo band gap entre 1,9 e 2,2 eV; a magnetita, que pode ter atividade fotocatalítica na sua forma nanoparticulada, com band gap de 0,5 eV (Carvalho et al., 2013) e a maghemita, que também na forma nanoparticulada, apresenta boa atividade, com band gap de 1,9 eV (Giannakis et al., 2017b). Entretanto, os óxidos de ferro têm rendimento quântico relativamente baixo, o que sugere haver uma alta velocidade de recombinação elétron-lacuna.

3.10. Síntese de Fotocatalisadores e Materiais

Diversos métodos de síntese podem ser utilizados para se obter fotocatalisadores com características adequadas para aplicação em remediação ambiental.(Araújo et al., 2023) Entre as principais características têm-se a não-toxicidade, a não seletividade na fotodegradação de materiais, geração de diversos radicais livres, além de propriedades como área superficial alta, atividade magnética, entre outras.

Dos métodos de síntese mais utilizados pode-se destacar os de precipitação química(Ahmadi et al., 2022), métodos hidrotérmicos e solvotérmicos(Nica et al., 2017), decomposição térmica de precursores(Jineesh et al., 2022), métodos sol-gel(Sugashini et al., 2022), síntese verde(Hewer et al., 2013) e síntese por combustão(De Castro; Huaman; Da Guarda Souza, 2024). Outros métodos podem

ser encontrados na literatura, entretanto, grande parte deles são adaptações ou versões de métodos clássicos já citados (Da Silva Lima et al., 2023; Wang et al., 2021).

3.11. Síntese por Combustão em Solução

A síntese por combustão em solução baseia-se em uma reação de oxirredução, onde o oxidante, geralmente um nitrato, reage com um redutor, normalmente um combustível como a ureia, ácido cítrico, entre outros, por meio de uma reação altamente exotérmica, cujo produto é um pó do material de interesse, em geral, óxidos do metal de interesse (Fathi et al., 2017).

O método da combustão em solução surge como alternativa aos métodos tradicionais de obtenção de compósitos baseados em óxidos metálicos, pois tem curto tempo de reação, consumo de energia baixo, e o material obtido (pó) tem ótimas propriedades físico-químicas (Deganello, 2017; Deganello; Tyagi, 2018; Padayatchee et al., 2025).

Controlar os parâmetros de síntese é a chave para que se obtenha materiais com as propriedades desejadas (Bera, 2019). A relação quantitativa entre combustível e oxidante é de suma importância para se controlar o tamanho das partículas bem como propriedades texturais, como sugere Hadadian e colaboradores (Hadadian; Masoudpanah; Alamolhoda, 2019). Outros fatores como uso de oxidantes auxiliares, temperatura inicial de síntese e pré-tratamentos dos precursores também são importantes (Novitskaya et al., 2021).

Materiais, de maior complexidade, como híbridos e compósitos, estão sendo sintetizados por essa técnica, alcançando bons resultados, no que diz respeito ao controle de parâmetros de síntese e propriedades (Hossain et al., 2018; Specchia et al., 2017). Um exemplo é o feito por Chandekar e colaboradores, os quais fizeram nanopartículas de óxido de zinco dopado com lantânio para aplicações optoeletrônicas (Chandekar et al., 2020). Outro material complexo foi sintetizado por Bhoi e colaboradores, sendo um composto ternário de dióxido de titânio, óxido de ferro e titanato de ferro para aplicação em fotocatalise heterogênea (Bhoi et al., 2020). O mesmo autor ainda sintetizou outros catalisadores de alta seletividade pelo método da combustão para aplicações diversas (Bhoi; Mishra, 2017, 2018).

3.12. Biomassa e resíduos agroindustriais

A biomassa é um dos materiais que vem sendo amplamente pesquisado como sendo uma alternativa renovável para a síntese de novos materiais com boas propriedades catalíticas. Além dos biocompostos das diversas fontes de biomassa (Sauthier et al., 2018), que possibilitam a síntese desses materiais por meio dos extratos (Fierascu et al., 2020; Ren et al., 2019; Vasantharaj et al., 2019), as propriedades térmicas (Carvalho; Virgens, 2018; Castro; Das Virgens, 2019) e físico-químicas (Da Guarda Souza; Rebouças; De Castro, 2020; Gomez-Martin et al., 2018; Hupa; Karlström; Vainio, 2017; Munusamy; Somani; Bajaj, 2015) são estudadas com a finalidade de obter novos materiais. Resíduos de frutas são um alvo bastante estudado no que tange ao reaproveitamento e valor agregado por ser um subproduto da indústria alimentícia. Para o Brasil, e especificamente para a Bahia, algumas frutas se destacam, como a manga (Figura 10).

Figura 10: Variedades distintas de manga.



(Fonte: <http://www.desafiosgastronomicos.blogspot.com>)

Compostos bioativos podem ser extraídos do fruto para propostas terapêuticas, como propõe Asif e colaboradores (Asif et al., 2016). Outros trabalhos utilizam tanto o fruto (Yingkamhaeng; Sukyai, 2014) como a madeira da mangueira para obtenção de celulose e novos materiais (Mallick et al., 2007).

Sendo o Brasil o sexto maior produtor de manga mundial (EMBRAPA, 2025) e tendo recorde de exportação do produto e seus derivados (Notícias Abrafrutas, 2024),

percebe-se a necessidade de explorar os potenciais desse fruto, não só no âmbito da alimentação, mas também no reaproveitamento de resíduos gerados pela exploração desse produto e da fruticultura em geral (Da Guarda Souza; Rebouças; De Castro, 2020).

3.13. Síntese de compósitos derivados de biomassa

No âmbito do tratamento de efluentes, novos materiais baseados em biomassa vêm sendo estudados. Tais materiais podem ser derivados da biomassa in natura ou do carvão oriundo da biomassa, por meio da introdução desta nos sistemas de sínteses tradicionais ou como precursores para biossínteses.

Um exemplo é o de Sarkar e colaboradores (Sarkar et al., 2017) que utilizaram as folhas de eucalipto como base para um novo material magnético. Compósitos de óxido de ferro também foram obtidos por meio do resíduo da manga (Da Guarda Souza et al., 2020) e da cana de açúcar (Da Silva et al., 2018), com propriedades térmicas, texturais e morfológicas superiores. Outros compósitos magnéticos oriundos de fontes residuais naturais foram sintetizados por combustão por Lima e colaboradores, obtendo-se propriedades magnéticas apreciáveis (Lima et al., 2021). Carvões também foram usados com fonte de material carbonáceo a exemplo do trabalho de Oliveira e colaboradores (Oliveira et al., 2002).

Nas biossínteses, os materiais normalmente são oriundos da interação entre um precursor salino e o extrato da biomassa, a exemplo da síntese de óxidos de ferro através do extrato de variadas fontes como os trabalhos de Madubonu e colaboradores (Madubonu et al., 2019), de Vasantharaj e colaboradores (Vasantharaj et al., 2019), Jagathesan e colaboradores (Jagathesan; Rajiv, 2018) e Hasan e colaboradores (Jagathesan; Rajiv, 2018).

4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Tabela 3: Lista de Reagentes.

Nome do Reagente	Pureza(%)	Fabricante
Nitrato de ferro III nonaidratado	98,18	Neon
Ureia	99,49	Neon
Azul de metileno	P.A.	Neon
Cristal de Violeta	P.A.	Neon
Alaranjado de metila	P.A.	Neon
Hidróxido de Sódio	97,5	Êxodo Científica
Ácido clorídrico	36,5	Êxodo Científica
Cloreto de sódio	99	Synth
Dióxido de titânio (P25)	P.A.	Degussa

Tabela 4: Lista de Equipamentos.

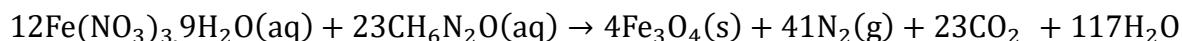
Equipamento	Fabricante
Centrífuga	Quimis
Centrífuga	EVLAB
Placa de aquecimento com agitação magnética	FISATOM
Banho termostático	Quimis
Mesa Agitadora	Nova Técnica
Espectrofotômetro	Kasuaki
Balança Analítica	Acculab
Estufa de secagem e esterilização	SOLAB
Capela de Exaustão	ArmazenLab
pHmetro	MS TecnoPON
Manta Aquecedora	FISATOM

4.1. Teste de tempo de sonicação para a síntese

O procedimento de teste de sonicação foi utilizado para se obter a maior dispersão do dióxido de titânio na solução utilizada como base para a síntese, além de ajudar a diminuir o tamanho das partículas de P25 inseridas. Tal procedimento

consistiu na dissolução de Nitrato de ferro nonaidratado e ureia em excesso de 300% em relação a proporção estequiométrica, segundo a estequiometria da reação de obtenção do óxido de ferro (Equação 1).

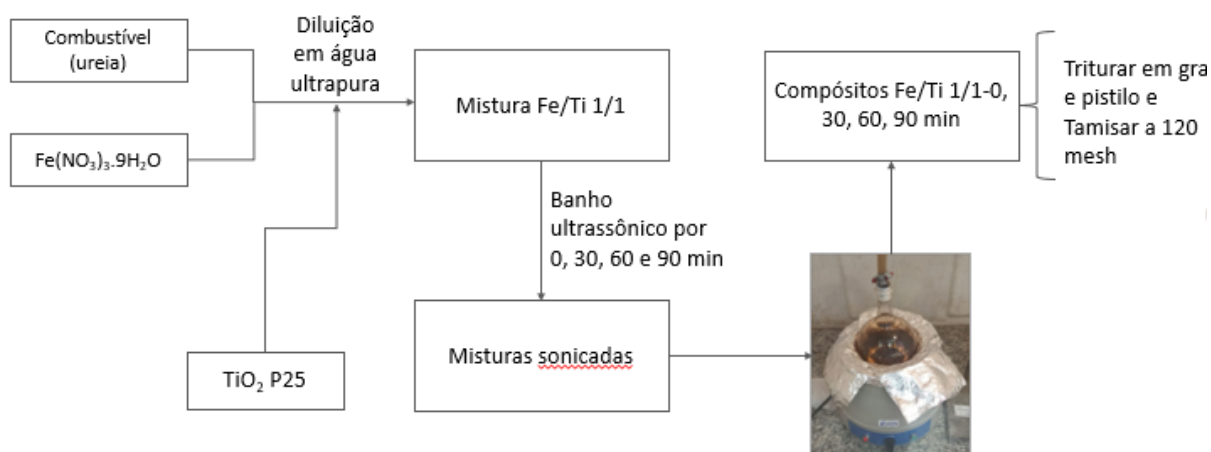
Equação 1: Reação de Combustão em sistema fechado.



Após a dissolução, foi adicionado 1 g de dióxido de titânio (P25) à solução, mantendo a proporção 1/1 Fe/Ti em massa, e a mistura foi levada a uma lavadora ultrassônica, na frequência de 20 kHz, nos intervalos de tempo, 30, 60 e 90 minutos sendo as amostras obtidas identificadas como Fe-Ti(0), Fe-Ti(30), Fe-Ti(60), Fe-Ti(90), para cada tempo respectivo.

A síntese foi feita em um balão de fundo redondo de 500 mL, onde foi colocado o volume de 100 mL da dispersão sonicada. A saída do balão foi tampada com uma rolha acoplada a uma mangueira com extremidade imersa em um béquer com água. O balão foi aquecido por meio de uma manta aquecedora, na temperatura máxima (300 °C segundo o fabricante), até a ignição e mantido sob aquecimento por mais 10 minutos. O sólido formado foi retirado, triturado em gral e pistilo, tamisado a 120 mesh e armazenado em recipiente específico. O esquema de síntese está exposto na figura 11.

Figura 11: Fluxograma de síntese para o teste de sonicação.



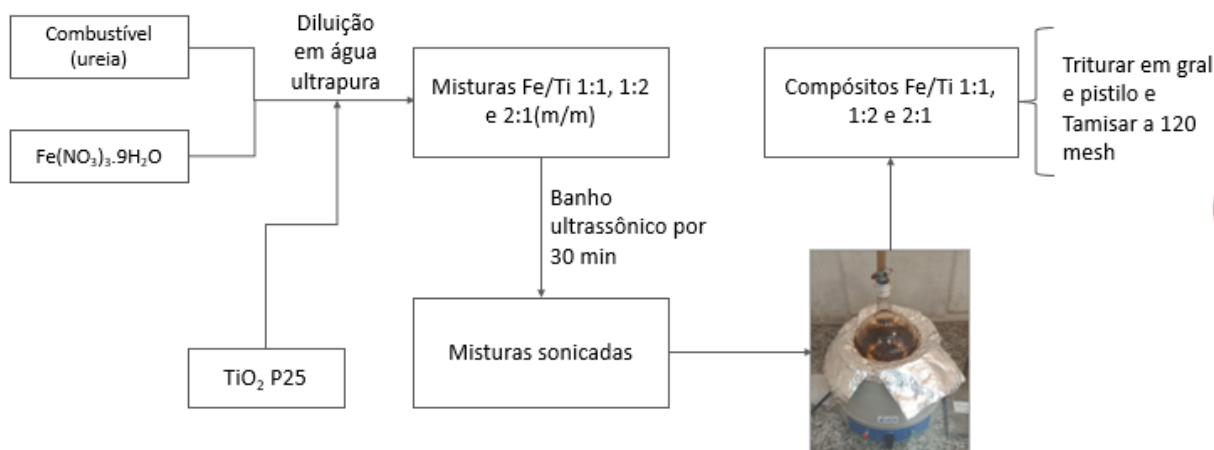
As amostras sintetizadas foram submetidas a testes fotocatalíticos em um reator de vidro encamisado equipado com lâmpada de Mercúrio de 125 W, simulando um sistema em batelada. Os reagentes utilizados foram corantes têxteis usualmente

estudados (azul de metileno, AZ, (70 mg L⁻¹), cristal de violeta, CV, (100 mg L⁻¹) e alaranjado de metila, AM, (50 mg L⁻¹)). As leituras foram feitas num espectrofotômetro UV-Vis nos comprimentos de onda máximos de cada uma das moléculas modelo. foram avaliadas a descoloração das soluções, nos tempos de 0, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 105 e 120 minutos, sendo os 30 primeiros minutos com a luz apagada e sob agitação magnética e o restante do teste sob iluminação. Para a escolha do tempo de sonicação a ser usado na síntese, foi avaliada a atividade fotocatalítica, por meio da constante de velocidade aparente para um mecanismo de pseudo-primeira ordem, que descreve cineticamente o mecanismo de fotocatalise heterogênea.

4.2. Síntese dos compósitos de dióxido de titânio e óxido de ferro

Foram feitos compósitos de óxidos de ferro e dióxido de titânio comercial (P25, Evonik), aplicando proporções de 1/1, 1/2 e 2/1, utilizando o método da combustão em solução descrito no item anterior, com o tempo de sonicação escolhido pós o teste descrito no item 4.1 e na figura 12

Figura 12: Fluxograma de síntese dos compósitos de óxido de ferro e dióxido de titânio.

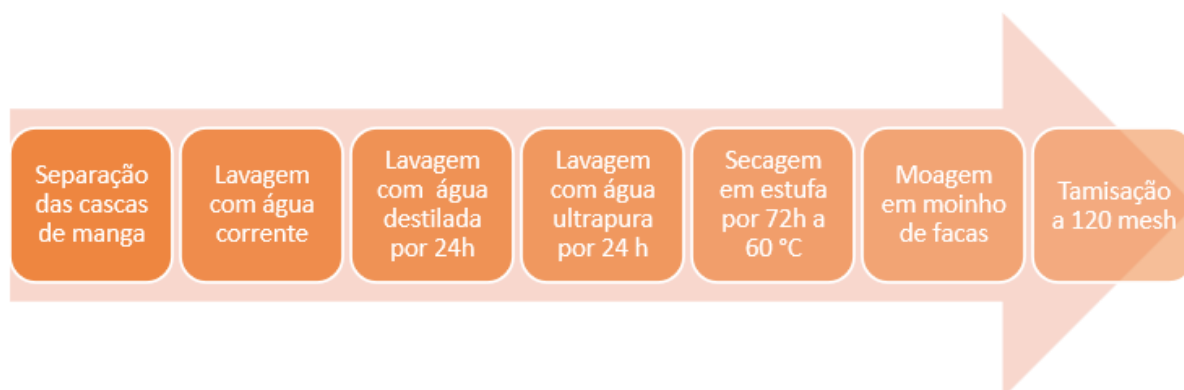


4.3. Tratamento do resíduo de manga

Foram utilizadas cascas de manga (*Mangifera Indica L.* Variedade Itiúba) como biomassa para a síntese dos compósitos posteriores. As cascas da manga foram obtida numa indústria de polpas de fruta da região de Salvador (Polpa União). As cascas foram lavadas em água corrente, para a retirada de impurezas macroscópicas, e, na sequência, uma lavagem com água destilada, por 24h, e lavagem com água ultrapura, também por 24h. Após esse processo, o resíduo foi seco em estufa, a 60

°C, até a massa permanecer constante, moído em moinho de facas e peneirado a 120 mesh. O fluxograma representativo segue na figura 13.

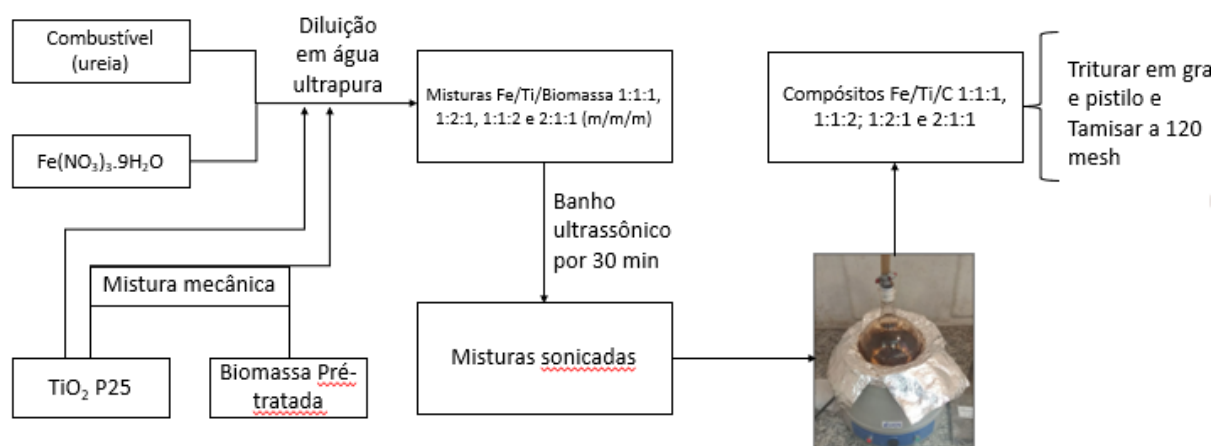
Figura 13: Fluxograma de pré-tratamento das cascas de manga.



4.4. Síntese dos compósitos dióxido de titânio/óxido de ferro/material carbonáceo

Foi feito um procedimento de síntese análogo ao descrito no item 4.2 com a mistura óxido de ferro/P25/Resíduo. Para isso, foi realizada a mistura mecânica do P25 com o resíduo, nas proporções 1/1, 1/2 e 2/1, obtendo-se os compósitos nas proporções em massa de 1/1/1, 1/1/2, 1/2/1 e 2/1/1, conforme a figura 14.

Figura 14: Fluxograma de síntese de compósitos de óxido de ferro, dióxido de titânio e resíduo de manga.



4.5. Caracterizações

4.5.1. Análise Térmica (TG/DTG e DTA)

O perfil térmico dos materiais precursores (resíduo e misturas nitrato/ureia e nitrato/ureia/resíduo) foi analisado por Análise Termogravimétrica e análise térmica

diferencial (TG/DTG e DTA), feito em cadinhos de alumínio, sob fluxo de Nitrogênio, simulando a atmosfera do sistema fechado e ar sintético simulando a atmosfera do sistema aberto, com taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹, até 1000 °C, no caso do resíduo, e 600 °C, no caso das misturas, sob fluxo de gás de 50 mL min⁻¹.

4.5.2. *Difração de Raios X (DRX)*

Foi avaliado o perfil cristalográfico de todas as amostras sintetizadas e do resíduo via Difração de Raios X, com fonte CuK α ($\lambda=1,5406$ Å) e varredura de 10° a 80° no equipamento XRD 6000 da Shimadzu.

4.5.3. *Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)*

A análise do perfil espectroscópico das amostras sintetizadas foi feita por Espectroscopia na região do Infravermelho com transformada de Fourier, utilizando o Método da pastilha de KBr, com varredura de 4000 a 400 cm⁻¹, resolução de 4 cm⁻¹, num equipamento Perkim Elmer – Spectrum 100.

4.5.4. *Espectroscopia UV-Vis com Reflectância Difusa*

Foi avaliado também o perfil de absorção de radiação UV-Vis e o *band gap* das amostras sintetizadas por análise do espectro de reflectância difusa utilizando o aparelho UV-2450 da Shimadzu, com varredura de 200 a 800 nm. O material de referência usada foi o Sulfato de bário anidro.

4.5.5. *Área superficial específica*

A área superficial específica foi determinada pelo método Brunauer-Emmett-Teller (BET) num aparelho Micromeritics ASAP 2020 plus. O pré-tratamento foi feito sob fluxo de nitrogênio, aquecimento inicial a 100 °C por 10 minutos, numa rampa de 10 °C.min⁻¹, e em seguida a 350 °C até estabilização da relação p/p₀.

4.5.6. *Tamanho de partículas (textural)*

Foi utilizado do equipamento PSA (*Particle Size Analyser*) da Anton Paar, que determina o tamanho de partícula pelo método de difração a laser.

Utilizando o modo líquido do PSA para a análise em questão, uma pequena alíquota da amostra foi adicionada à cuba do equipamento contendo água, utilizada como dispersante. Adicionou-se amostra aos poucos até atingir o sinal de obscuração desejado, entre 10% e 20%.

A análise foi configurada no software Kalliope utilizando os seguintes parâmetros:

Velocidade do agitador: 350 rpm

Velocidade da bomba: 300 rpm

Tempo de medição: 1 minuto

Método de Análise: Fraunhofer

Os resultados foram verificados no software do equipamento e o relatório foi exportado.

4.5.7. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS)

A análise da morfologia dos materiais foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em um equipamento marca Tescan, modelo VEGA 3 LMU. Colocou-se as amostras em um suporte metálico (*stub*) cobertas com fita de carbono, e então metalizadas em um equipamento Quorum Technologies, modelo Q150 RES; onde efetuou-se o recobrimento por deposição de ouro metálico. Obteve-se as micrografias nas condições de tensão de aceleração de 10kV e detector de elétrons secundários (*SE* – sigla em inglês).

4.5.8. Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

O tamanho médio, distribuição e morfologia das NPs foram analisados em um microscópio eletrônico de transmissão (TEM) usando um instrumento JEOL 2100F operado com uma voltagem de aceleração de 200 kV e equipado com uma câmera CMOS.

4.5.9. Potencial Isoelétrico

Foi determinado o Potencial de carga zero (*Pcz*) das amostras com a melhor resposta fotocatalítica. O procedimento consiste em pesar 0,02 g da amostra em doze erlenmeyers (0,24 g no total), adicionar em cada um 20 mL de uma solução de NaCl 0,1 mol L⁻¹ e, na sequência, aferir as misturas em pH de 1 a 12. Os 12 erlenmeyers são levados a agitação a 100 rpm por 24 horas, e o pH final é medido.

4.5.10. Magnetização

As propriedades magnéticas das nanopartículas foram medidas utilizando um Sistema de Medição de Propriedades Físicas da Quantum Design (PPMS) no Centro

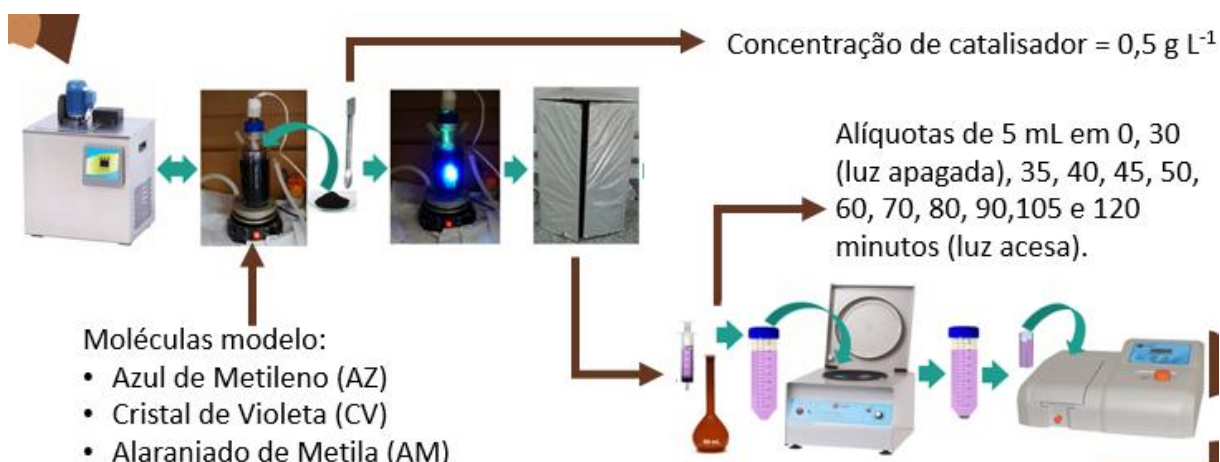
Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), na faixa de temperatura de 3 a 400 K e com campo magnético de ± 90 kOe. A magnetização em função da temperatura foi medida para as quatro amostras usando os protocolos padrão de campo resfriado a zero (ZFC) e campo resfriado (FC) com um campo magnético aplicado de 200 Oe. Os ciclos de histerese foram medidos na faixa de 3 K e 300 K com um campo aplicado de até ± 90 kOe.

4.6. Testes fotocatalíticos

4.6.1. Testes fotocatalíticos em corantes têxteis

Os testes fotocatalíticos foram feitos, com as amostras sintetizadas na concentração de $0,5 \text{ g L}^{-1}$, em um reator artesanal, encamisado, com lâmpada de Mercúrio de 125 W. Os reagentes utilizados foram corantes têxteis usualmente estudados (azul de metileno (70 mg L^{-1}), cristal de violeta (100 mg L^{-1}) e alaranjado de metila (50 mg L^{-1})). As leituras foram feitas num espectrofotômetro UV-Vis nos comprimentos de onda máximos de cada uma das moléculas modelo. foram avaliadas a descoloração das soluções, nos tempos de 0, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 105 e 120 minutos, sendo os 30 primeiros minutos com a luz apagada e sob agitação magnética e o restante do teste sob iluminação. O esquema para esses testes estão expostos na figura 15.

Figura 15: Esquema dos testes fotocatalíticos com corantes têxteis.



4.6.2. Testes fotocatalíticos com mistura de corantes

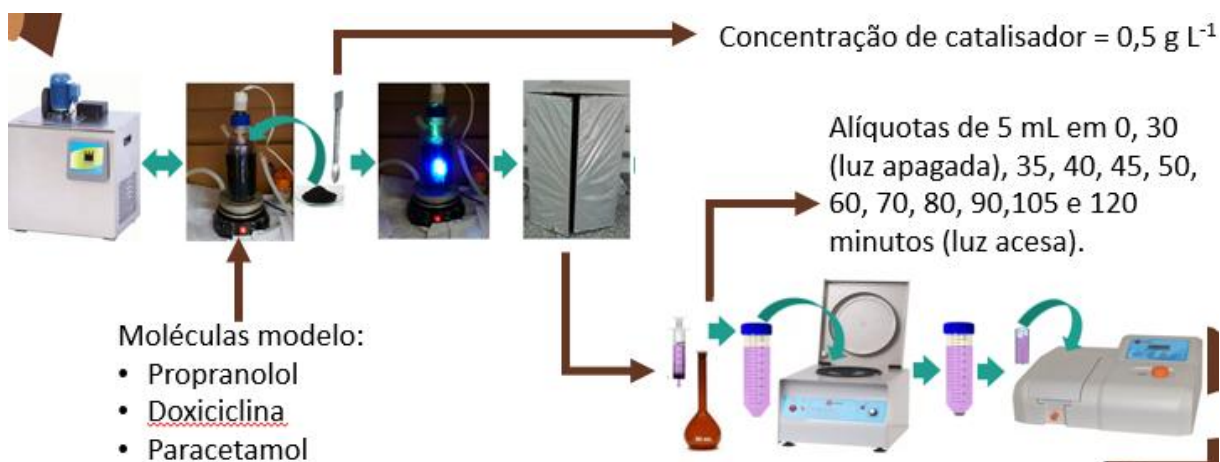
Os testes fotocatalíticos da mistura de corantes foram feitos, com as amostras sintetizadas na concentração de $0,5 \text{ g L}^{-1}$, em um reator artesanal, encamisado, com lâmpada de Mercúrio de 125 W. Os reagentes utilizados foram corantes têxteis usualmente estudados (azul de metileno, cristal de violeta e alaranjado de metila misturados com concentração total de 100 mg L^{-1}). As leituras foram feitas num

espectrofotômetro UV-Vis nos comprimentos de onda máximos de cada uma das moléculas modelo. foram avaliadas a descoloração das soluções, nos tempos de 0, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 105 e 120 minutos, sendo os 30 primeiros minutos com a luz apagada e sob agitação magnética e o restante do teste sob iluminação.

4.6.3. Testes fotocatalíticos com medicamentos

Os testes fotocatalíticos com medicamentos foram feitos, com as amostras sintetizadas na concentração de $0,5 \text{ g L}^{-1}$, em um reator artesanal, encamisado, com lâmpada de Mercúrio de 125 W. Os reagentes utilizados foram o paracetamol, a doxiciclina e o propranolol na concentração de 10 mg L^{-1} . As leituras foram feitas num espectrofotômetro UV-Vis nos comprimentos de onda máximos de cada uma das moléculas modelo. Foram avaliadas a descoloração das soluções, nos tempos de 0, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90, 105 e 120 minutos, sendo os 30 primeiros minutos com a luz apagada e sob agitação magnética e o restante do teste sob iluminação. O esquema para esses testes estão expostos na figura 16.

Figura 16: Esquema dos testes fotocatalíticos com medicamentos.



4.6.4. Testes fotocatalíticos em luz solar natural

Para analisar a atividade dos compósitos sob luz solar, uma solução de 10 mg L^{-1} de cada corante foi utilizada com a mesma concentração de fotocatalisadores. O teste foi feito na localização -12.951614 lat , -38.458997 long , no horário de 10:00 da manhã. A suspensão foi mantida sob agitação num erlenmeyer de 250 mL irradiada por luz solar por um total de 5 horas., após 30 minutos sob agitação no escuro para alcançar o equilíbrio adsorção-dessorção.

4.6.5. Testes fotocatalíticos da mistura de corantes em luz solar natural

Para analisar a atividade dos compósitos sob luz solar, uma solução de 10 mg L^{-1} da mistura dos corantes foi utilizada com a mesma concentração de

fotocatalisadores. O teste foi feito na localização -12.951614 lat, -38.458997 long, em no horário de 10:00 da manhã. A suspensão foi mantida sob agitação num erlenmeyer de 250 mL irradiada por luz solar por um total de 5 horas, após 30 minutos sob agitação no escuro para alcançar o equilíbrio adsorção-dessorção.

4.7. Teste de Inibição de crescimento microbiano

A atividade antibacteriana das amostras sintetizadas foi avaliada pelo método de difusão em ágar. O inóculo de cada microrganismo foi preparado na escala de turbidez 0,5 McFarland. Foram usadas para a avaliação bactérias Gram-positivas (*S. Aureus*) e Gram-negativas (*E. Coli*). Destas suspensões, 200 µL foram aliquotados e vertidos sobre 20 mL de meio de cultivo sólido (Ágar) e espalhadas com o auxílio de alça de Drigalski. Após a inoculação, perfurações foram feitas no meio sólido, com tubo de vidro cilíndrico de 6 mm de diâmetro. Nestes poços foram adicionados 20 µL de suspensões dos sólidos em água ($4000 \mu\text{g mL}^{-1}$) e 15 µL do antibiótico, [gentamicina, para bactérias Gram-negativas ($10 \mu\text{g mL}^{-1}$), benzilpenicilina, para as Gram-positivas ($2000 \mu\text{g mL}^{-1}$)]. As placas foram vedadas e incubadas por 24 horas (37°C). Após esse período, os halos de inibição do crescimento foram medidos com régua milimétrica. O experimento foi feito avaliando-se também o efeito antibacteriano das amostras sob exposição a luz natural por 30 minutos e sem exposição a luz, feitos em duplicata. O esquema está descrito na figura

Figura 17: Esquema dos testes de inibição crescimento microbiano.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Síntese dos compósitos – Avaliação do tempo de sonicação

Pôde-se observar que, as modificações no tempo de sonicação das misturas de síntese não conduziu a modificações visuais durante as reações combustão, bem como a coloração das amostras obtidas, visto que ao expor a amostra a uma vibração ultrassônica há a promoção da quebra das partículas do dióxido de titânio, o que poderia vir a modificar o aspecto dos precursores. Na tabela cinco vemos os resultados desses testes.

Foram avaliadas as porcentagens de descoloração após 120 minutos de procedimento, sendo 30 minutos para alcançar o equilíbrio de adsorção e 90 minutos de iluminação e os resultados foram expostos na tabela 5.

Tabela 5: Resultados dos testes para avaliação do tempo de sonicação na atividade das amostras.

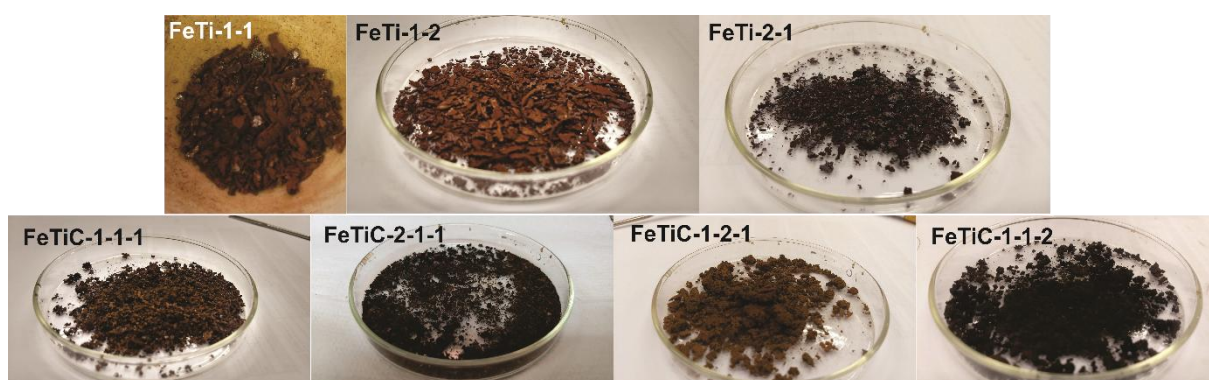
Amostras	AM(%Desc/kapx10³)	CV(%Desc/kapx10³)	AZ(%Desc/kapx10³)
Fe-Ti(0)	34%/4,2	43%/5,1	66%/10,2
Fe-Ti(30)	81%/16,9	85%/18,2	99%/40,2
Fe-Ti(60)	46%/5,8	42%/4,8	53%/6,8
Fe-Ti(90)	51%/6,4	43%/4,9	49%/6,0

Os resultados dos testes preliminares com as amostras sintetizadas, variando o tempo de sonicação, demonstram que o tempo de sonicação ótimo para uma maior porcentagem de descoloração, nos três corantes estudados, foi de 30 minutos, a uma frequência de 20 Hz e temperatura de 25°C. As constantes de velocidade aparente, utilizando o modelo de pseudo-primeira ordem, foram significativamente maiores que as observadas para os sistemas com tempos de sonicação de 60 e 90 minutos, além daquele sistema sem a sonicação. Isso pode estar associado ao fato do tempo utilizado ser necessário para impregnação do nitrato de ferro nos poros do P25, alcançando um equilíbrio de adsorção deste, sem obstrução dos poros posteriormente a combustão, o que pode ter ocorrido em tempos superiores de sonicação. Já sem a sonicação, a quantidade de nitrato de ferro nos poros pode ser insuficiente, visto que se vale apenas da adsorção espontânea do P25, sem ação das ondas ultrassônicas.

5.2. Síntese dos compósitos – Avaliação das proporções de Fe-Ti e Fe-Ti-C(resíduo)

As suspensões precursoras dos compósitos, com diferentes composições, demonstraram características visuais distintas. O mesmo efeito foi observado nas amostras obtidas nas sínteses, como visto na figura 18, o que pode estar associado a mudança da composição.

Figura 18: Imagens das amostras recém-sintetizadas.



5.3. Caracterizações

5.3.1. Análise Térmica

Foi efetuada a análise térmica das precursoras em suspensão aquosa, com massa de cerca de 5 a 10 mg para cada uma das análises, totalizando 7 (Tabela 6). Observou-se que os sete perfis de perda de massa são parecidos, sendo a estabilidade térmica observada por volta de 250 °C, onde se encerra o evento de combustão, como visto na figura 21 e nas curvas diferenciais expostas na figura 20.

Figura 19: Curvas de TG dos precursores dos compósitos.

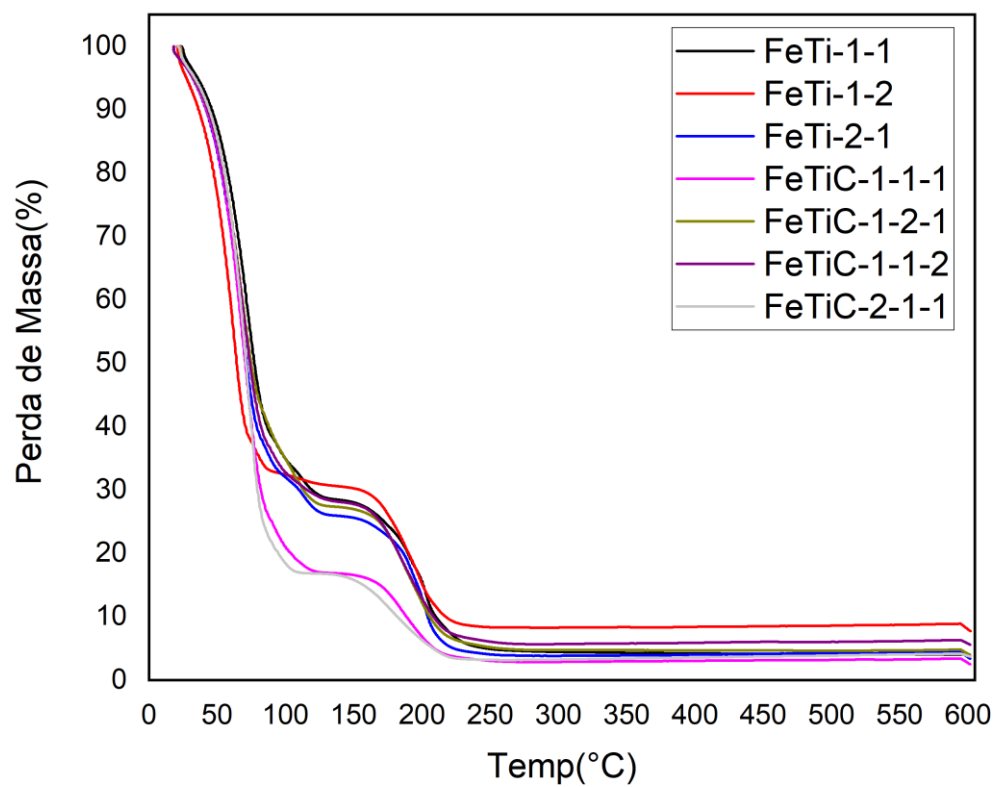
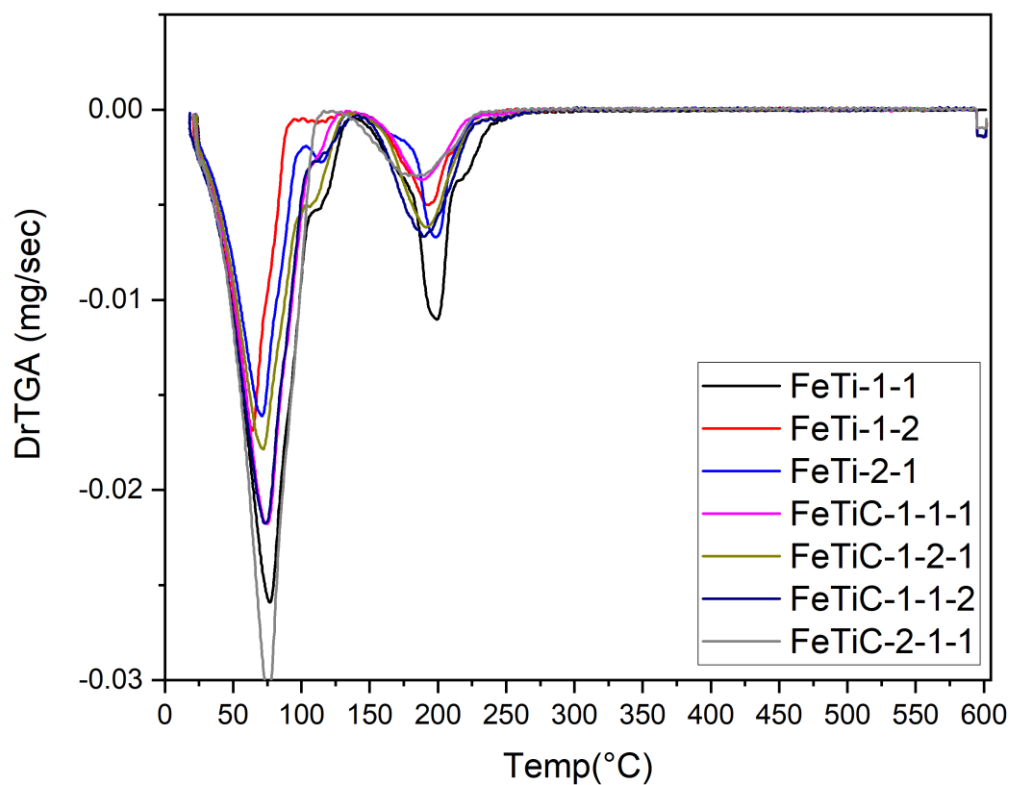
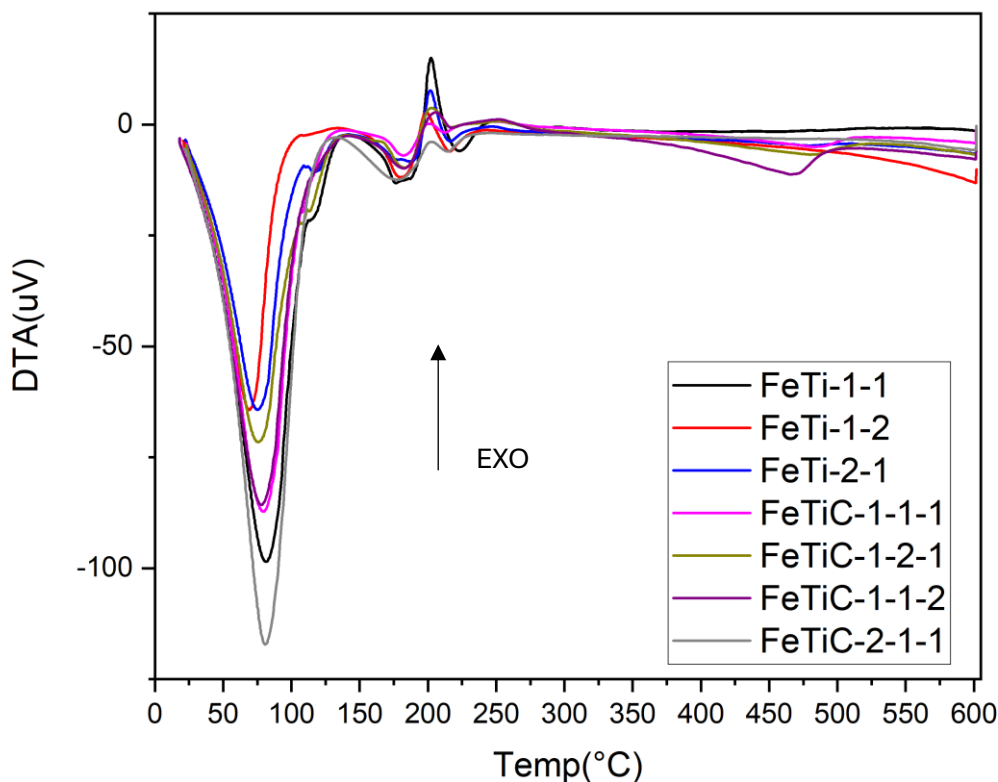


Figura 20: Curvas diferenciais de TG dos precursores dos compósitos.



Observou-se, nas curvas de DTG (Figura 20), dois eventos de perda de massa, sendo o primeiro, oriundo da decomposição dos compostos voláteis, saída da água e do início decomposição da ureia utilizada como combustível, evento que se mostrou sobreposto ao primeiro. O outro evento principal foi relacionado com a reação de combustão e formação dos óxidos.

Figura 21: Curvas de análise térmica diferencial dos precursores das amostras.



As curvas de DTA (Figura 21) mostraram que os eventos ocorridos abaixo de 175 °C foram endotérmicos. O evento da combustão, entre 200 e 250 °C, se mostrou exotérmico, como relatado em outros trabalhos (Ferreira de Castro; Da Guarda Souza, 2022). Na curva de DTA da amostra FeTiC-1-1-2 pode-se observar um evento endotérmico próximo a temperatura de 450 °C, que está associado a mudança estrutural de óxidos de ferro, no caso a magnetita se oxidando a maghemita.

Vale ressaltar que a temperatura de combustão bem como de toda a síntese se encontra abaixo das temperaturas utilizadas nos métodos tradicionais já citados anteriormente. A estabilização das temperaturas logo após a combustão, abaixo de 300 °C, denotam que o método utilizado não precisa de outros tratamentos térmicos a fim de impedir a decomposição do composto, o que torna a síntese feita mais eficiente energeticamente e mais prática em termos de equipamentos utilizados e técnicas posteriores de estabilização química e térmica.

Tabela 6: Perda de massa e temperaturas máximas dos precursores dos compósitos

AMOSTRA	1º EVENTO %MASSA	2º EVENTO %MASSA	3º EVENTO %MASSA	MASSA RESIDUAL
FETI-1-1	80,42%	2,58%	15,43%	0,0124 g
FETI-1-2	65,5%	22,17%	-	0,544 g
FETI-2-1	67,5%	6,04%	21,97%	0,2802 g
FETIC-1-1-1	81,29%	13,92%	-	0,3255 g
FETIC-1-2-1	65,35%	5,55%	22,29%	0,4222 g
FETIC-2-1-1	83,4%	13,17%	-	0,021g
FETIC-1-1-2	70,69%	21,28%	-	0,582 g

5.3.2. Difração de Raios X

Para efetuar a identificação das fases, foi utilizado o software X'Pert Highscore Plus e as fichas cif das fases pseudobrookita, ilmenita, anatase, rutilo, brookita, hematita, magnetita e maghemita, para os materiais sintetizados sem a adição da biomassa, e para os que houve adição, incluiu-se as fichas de carbono amorfo e carbono grafite. Todas as fichas cif foram obtidas no banco de dados do ICSD. Foi efetuada a quantificação e refinamento dos parâmetros de rede utilizando o software MAUD e as fichas cif citadas. Os gráficos de DRX estão expostos nas figuras 22 e 23.

Figura 22: Difratogramas dos materiais baseados em óxido de ferro e dióxido de titânio.

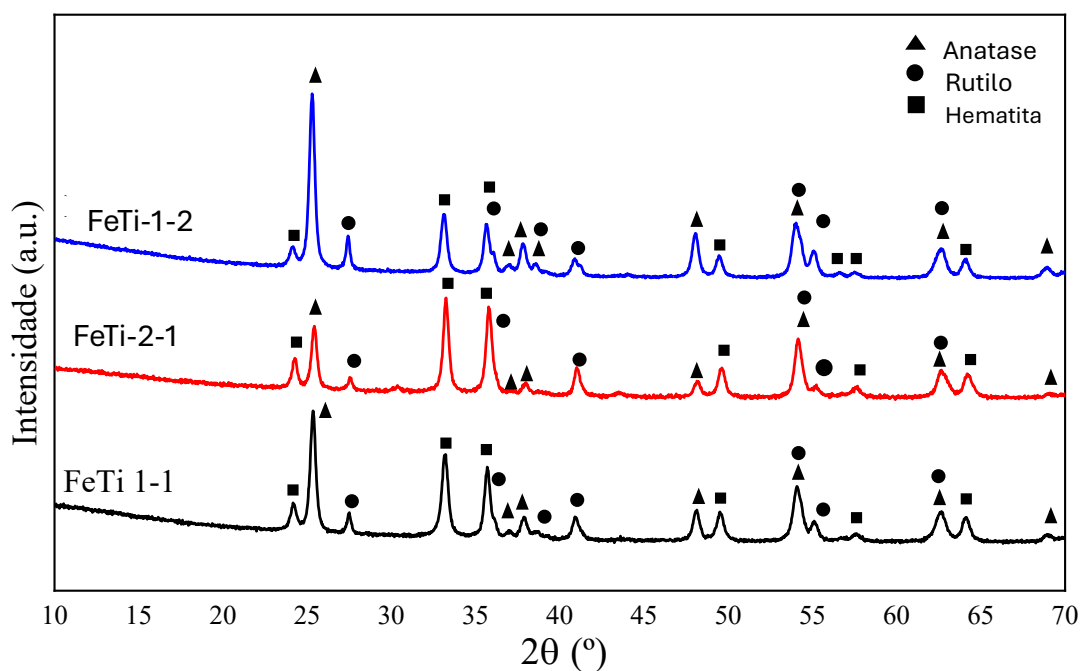
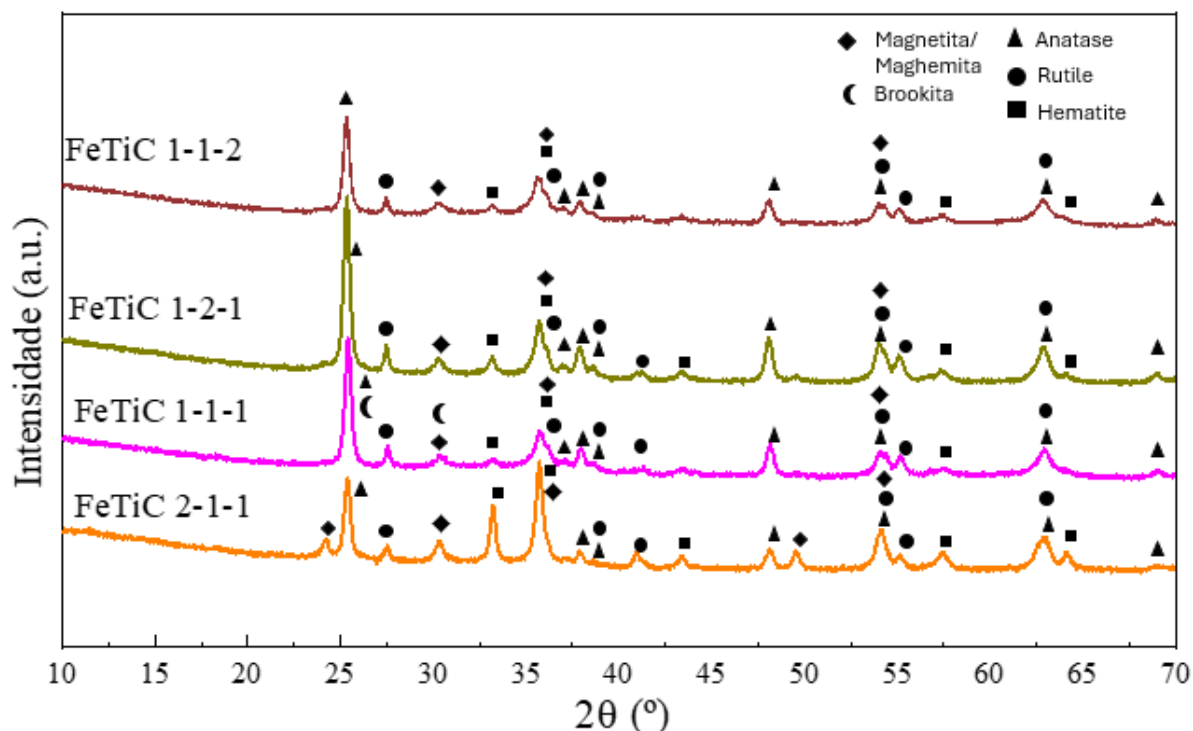


Figura 23: Difratomogramas dos materiais baseados em óxido de ferro e dióxido de titânio e material carbonáceo adicionado.



Os perfis de difração de raios X denotam mistura de fase em todas as amostras. Verificam-se as fases hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), anatase (TiO_2) e rutilo, para as amostras sem adição de resíduo e maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), magnetita (Fe_3O_4) para as amostras com adição de resíduo, de acordo com as fichas 00-033-0664, 00-039-1346, 01-076-0958, 03-065-2448 e 00-021-1276 do ICSD.

Nas amostras baseadas em óxido de ferro e dióxido de titânio, pôde-se notar a manutenção da proporção entre ferro e titânio proposta na síntese. A formação de hematita, majoritariamente nesses materiais como principal fase de óxido de ferro, pode estar relacionado ao efeito de estabilização estrutural proporcionado pelo TiO_2 adicionado à mistura precursora da síntese por combustão em solução. Na síntese de óxido de ferro por combustão em solução, sem a presença de um agente estabilizador estrutural, se verificaria o polimorfismo nos óxidos de ferro, como já visto em trabalhos anteriores (De Castro, 2019; Jain; Adiga; Pai Verneker, 1981; Toniolo et al., 2007).

Os íons Fe^{3+} do nitrato de ferro são adsorvidos a superfície do dióxido de titânio, como um efeito de “âncora”, e posteriormente formando os centros octaédricos da hematita (Nasirian; Bustillo-Lecompte; Mehrvar, 2017).

Nos materiais onde foi adicionado resíduo de manga nas misturas precursoras, houve uma maior complexidade nas fases encontradas. Notou-se que a adição de material carbonáceo provocou a formação de fases mais reduzidas de óxidos de ferro, como a magnetita, que pode ser transformada em maghemita, no catalisador FeTi-1-1-2, bem como aumentou as proporções de rutilo e anatase. Os dois fatos podem estar relacionados ao pico endotérmico encontrados nos curvas de DTA. Especificamente a amostra FeTiC-1-1-1 houve a formação de fases como brookita, e magnetita devido a transformação da anatase e da hematita, respectivamente. A transformação de anatase para rutilo envolve a nucleação e crescimento de cristais de rutilo dentro da matriz de anatase. Defeitos e impurezas na anatase podem atuar como sítios de nucleação para o rutilo, facilitando a transformação. Este efeito pode ser associado, também, às altas temperaturas alcançadas no momento da ignição e a presença da ureia. A energia livre de Gibbs (G) para formação do rutilo é menor que para a anatase em altas temperaturas. Esta diferença de energia livre significa que, com o aumento da temperatura, a formação do rutilo a partir da anatase se torna termodinamicamente mais favorável (Bickley; Gonzalez-Carreno; Palmisano, 1991). A formação de brookita a partir de anatase é menos comum e pode ocorrer sob condições específicas que favorecem esta fase. Termoquimicamente, a brookita é menos estável que o rutilo, mas pode ser mais estável que a anatase em certas condições intermediárias, como temperaturas em torno de 400 a 600°C (An et al., 2017). As quantidades menores de rutilo e brookita encontradas após o refinamento são uma constatação desses fenômenos.

No catalisador FeTiC-1-2-1 notou-se a formação de diversas fases, entre as quais se destacam a anatase e maghemita, como majoritárias. A formação de fases cúbicas de ferro, como a maghemita e magnetita está relacionada a atmosfera redutora criada pela decomposição térmica do resíduo adicionado, como discutido por Da Guarda Souza e colaboradores (2019) (Da Guarda Souza et al., 2020). Esse efeito pode ser estendido aos óxidos de titânio encontrados, não como redução mas como modificação estrutural de anatase a rutilo. Na amostra em questão a fase maghemita é encontrada, pois apesar de ser uma fase cúbica, é formada apenas por íons Fe^{3+} em sítios octaédricos e tetraédricos e vacâncias de oxigênio, demonstrando que houve a redução da hematita a magnetita e posterior oxidação desta a maghemita.

Na amostra FeTiC-1-1-2 vemos um perfil diferente, onde parte da anatase foi transformada em rutilo e praticamente toda a hematita formada pela combustão do nitrato de ferro se transformou em maghemita. A amostra FeTiC-2-1-1 apresenta um equilíbrio na proporção de fases de óxido de ferro, mas ainda em maior quantidade que anatase e rutilo. Os dados da análise quantitativa estão na tabela 7.

Tabela 7: Parâmetros quantitativos de refinamento Rietvelt das amostras sintetizadas.

Amostras	Fases encontradas	Quantificação (%)	Rwp(%)
FeTi-1-1	Anatase	42,06 ± 0,25	1,33
	Rutilo	7,81 ± 0,54	
	Hematita	50,12 ± 0,54	
FeTi-1-2	Anatase	57,85 ± 0,55	2,30
	Rutilo	11,11 ± 0,25	
	Hematita	31,04 ± 0,00	
FeTi-2-1	Anatase	39,66 ± 0,79	1,34
	Rutilo	6,31 ± 0,00	
	Hematita	54,03 ± 1,10	
FeTiC-1-1-1	Anatase	49,03 ± 3,61	1,99
	Rutilo	4,75 ± 0,18	
	Maghemita	5,72 ± 0,26	
	Magnetita	33,23 ± 0,72	
	Brookita	3,65 ± 0,46	
FeTiC-2-1-1	Anatase	28,52 ± 0,36	1,40
	Rutilo	5,92 ± 0,20	
	Maghemita	35,90 ± 0,58	
	Hematita	29,66 ± 0,0	
FeTiC-1-2-1	Anatase	69,61 ± 1,36	3,08
	Maghemita	21,46 ± 1,14	
	Hematita	8,54 ± 0,31	
FeTiC-1-1-2	Anatase	59,93 ± 3,65	1,27
	Rutilo	11,14 ± 0,54	

	Maghemita	24,45 ± 1,74	
	Hematita	4,47 ± 0,00	

O tamanho de cristalito foi calculado por meio da equação de Scherrer, tanto para o pico referente ao Titânio quanto aos óxidos de ferro e estão registrados na Tabela 4.

Equação 2: Equação de Scherrer.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

Tabela 8: Tamanho de cristalito em relação as fases cristalográficas de cada amostra.

Amostra	Picos (°)	D (nm)
FeTi-1-1	25,2606	51
	33,1078	23
FeTi-1-2	25,2531	57
	33,1067	17
FeTi-2-1	25,2332	38
	33,099	33
FeTiC-1-1-1	25,2351	46
	41,798	96
FeTiC-1-2-1	25,2507	46
	35,9841	39
FeTiC-1-1-2	25,2522	42
	36,0117	26
FeTiC-2-1-1	25,24927	43
	35,4084	41

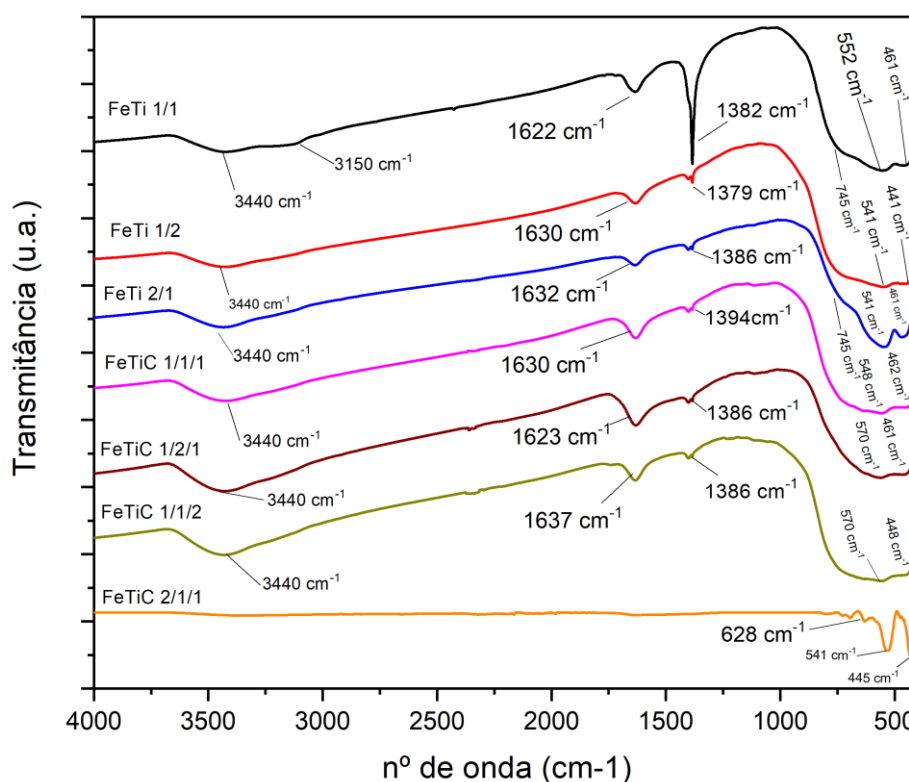
Pode-se notar que a variação do tamanho de cristalito relativo aos óxidos de ferro foi maior que as observadas nos picos relacionados ao dióxido de titânio. Essa modificação variou com a composição de cada um dos sistemas e está relacionada a combustão do precursor. Além disso, pode estar relacionada também a inserção da biomassa, diminuindo a cristalinidade dos compósitos, como observa-se na amostra FeTiC-1-1-1.

5.3.3. Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

Os espectros de FTIR obtidos (Figura 24) demonstram perfis semelhantes entre as amostras sintetizadas e corroboram com as informações obtidas por DRX. Observa-se em todos os espectros uma banda larga, por volta de 3600 cm^{-1} , referente a vibração da ligação O-H de moléculas de água adsorvidas na superfície dos materiais, bem como um sinal em aproximadamente $1650\text{-}1700$, referente a deformação axial da ligação O-H de água. Por volta de 740 cm^{-1} observa-se uma banda larga e forte referente ao estiramento das ligações Ti-O em óxidos de titânio, o que pode estar associado à anatase e ao rutilo presentes nas amostras.

Em todas as amostras percebe-se uma banda em torno de $1350\text{-}1400\text{ cm}^{-1}$ e uma banda fraca e larga em torno de 3150 cm^{-1} . Ambas as bandas são referentes a grupos amino; a primeira, referente à deformação da ligação N-H em aminas e amidas, e a segunda ao alongamento das ligações N-H de amidas. Tais bandas são referentes a queima incompleta do combustível utilizado, a ureia. As bandas em 1380 cm^{-1} também podem estar relacionadas a grupos nitrato que não foram consumidos na reação de combustão (Jahn et al., 2006). Devido a reação de combustão acontecer num intervalo de tempo muito curto, algumas moléculas podem ficar na atmosfera reacional e logo após se agregar na superfície via fisissorção, como detectado nas análises de infravermelho. Abaixo de 650 cm^{-1} observa-se também bandas referentes ao alongamento das ligações Fe-O de hematita (dubleto em $550\text{-}470\text{ cm}^{-1}$) e magnetita/maghemita, no caso do FeTiC-2-1-1, em 630 cm^{-1} . (Zhang et al., 2019)

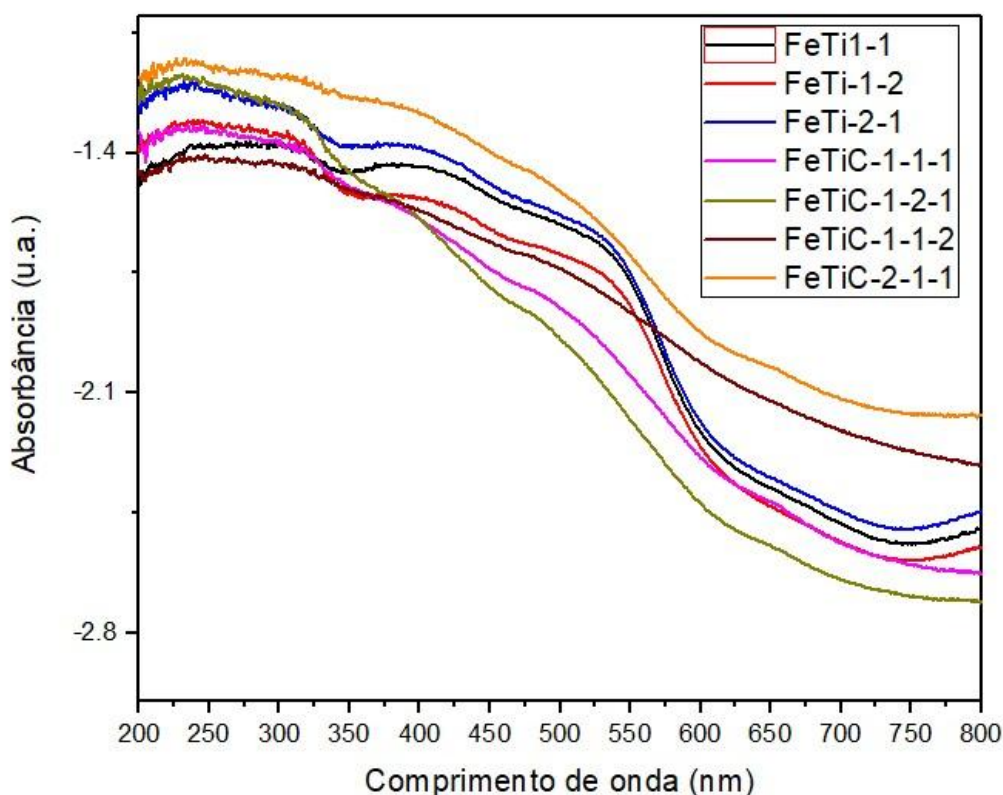
Figura 24: Espectros de FT-IR das amostras sintetizadas.



5.3.4. Espectroscopia UV-Vis e Reflectância Difusa

Os espectro de UV-Vis das amostras (Figura 9) demonstraram absorção máxima nas regiões entre 200-350 nm, em todas as amostras, referentes às transferências de carga entre metal e ligante (Ti-O e Fe-O) (Mohammadikish, 2014) e, 375-550 nm, referentes às transferências de carga entre os metais (Bhavani et al., 2017), em especial nos óxidos de ferro, exceto nas amostras FeTiC-1-1-1 e FeTiC-1-2-1, onde se vê absorções na região entre 475-500 nm, referente a transições do tipo Fe-O-Ti em titanatos (Komaraiah et al., 2019).

Figura 25: Curvas de absorção de radiação UV-Vis das amostras sintetizadas.



Os valores experimentalmente obtidos de *band gap* através do método *tauc* (Equações 3 e 4) das amostras presentes na tabela 5 e na figura 12, corroboram com os dados obtidos nas curvas de Raios-X, onde vemos, na maioria das amostras, duas regiões de reflectância associadas à absorção. O valor de *band gap* é calculado extrapolando-se segmento linear da reta gerada a partir do gráfico de $[(F(R)h\nu)^{1/2}$ (transição indireta) ou $[(F(R)h\nu)^2$ (transição direta) versus energia dos fótons ($h\nu$), admitindo transições diretas e indiretas (Campos et al., 2025; Saleem et al., 2023).

Foram utilizadas as duas formas do método *tauc* visto que as análises estruturais demonstram a presença de múltiplas fases tanto do dióxido de titânio, como a anatase e o rutilo, com *band gap* direto e indireto, respectivamente (Fidalgo; Letichevsky; Santos, 2021; G. et al., 2019), quanto para os óxidos de ferro, onde a hematita, a maghemita e a magnetita têm *band gap* direto, indireto e indireto, respectivamente (Berardi et al., 2022; Yousif et al., 2023).

Equação 3: Equação do método de tauc para band gap direto.

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^2$$

Equação 4: Equação do método de tauc para band gap indireto.

$$\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^{1/2}$$

Figura 11: Curvas do método *tauc* para *band gap* direto.

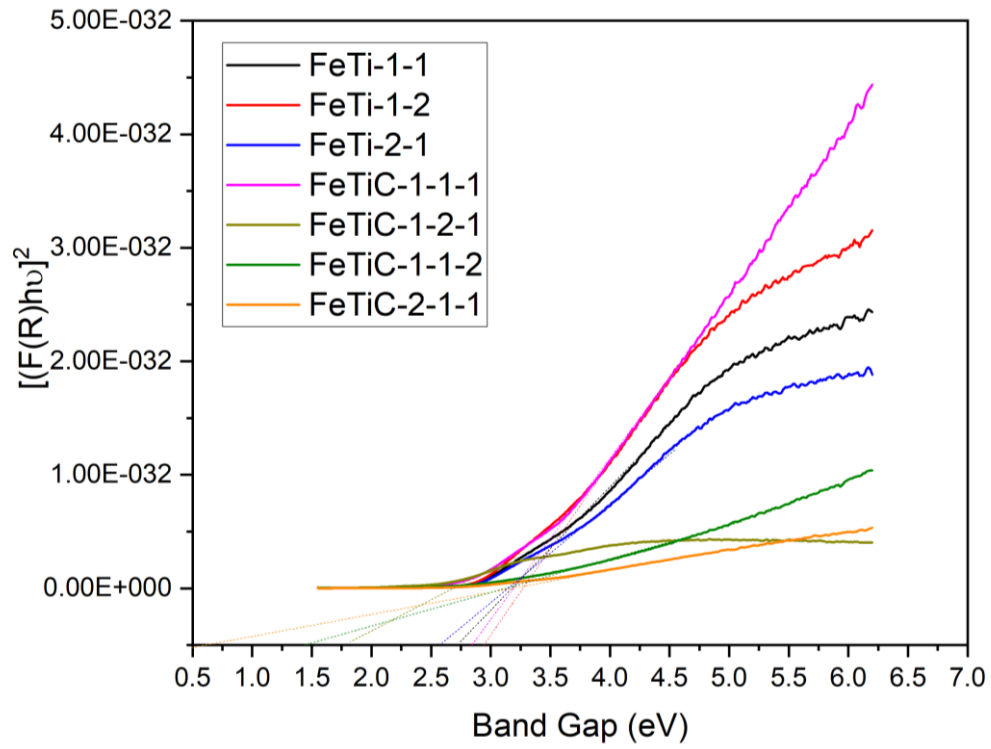
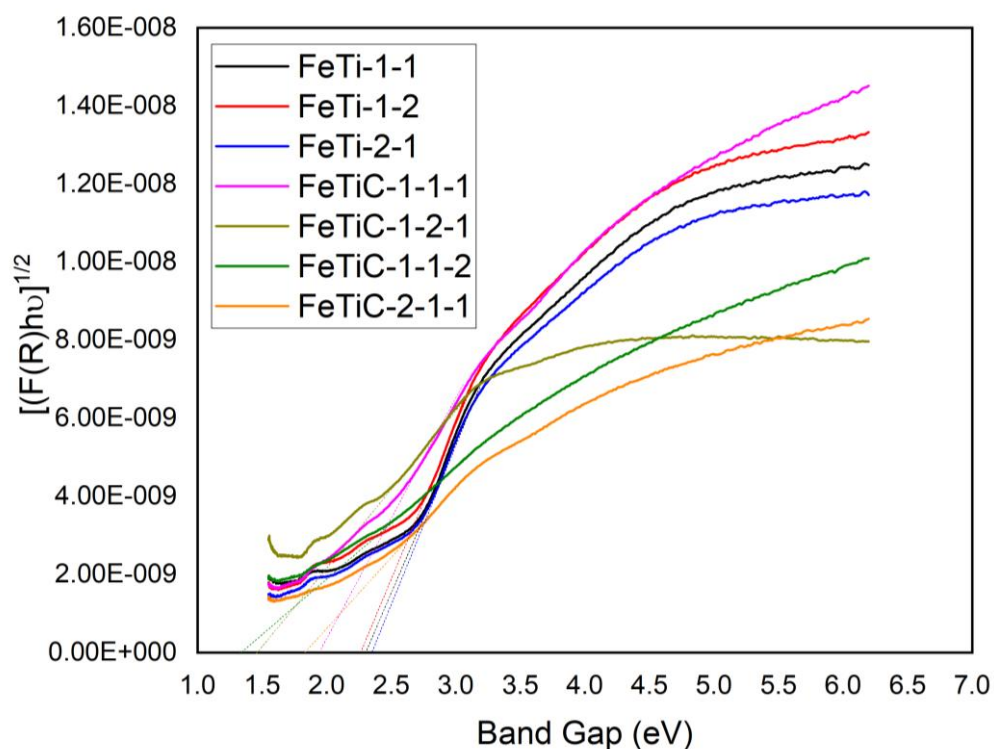
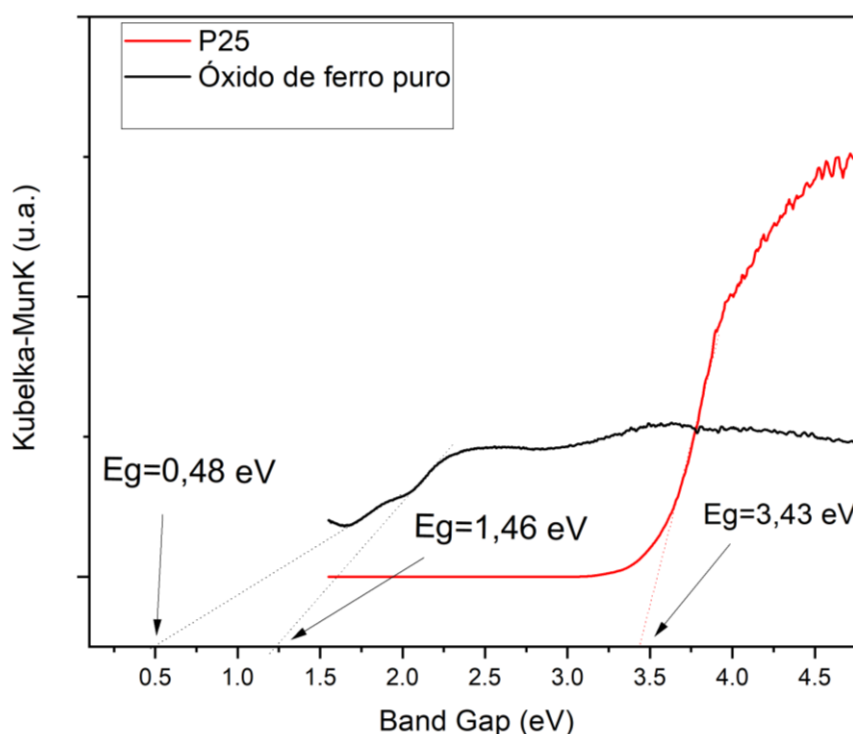


Figura 26: Curvas do método *tauc* para *band gap* indireto.



Tais dados demonstram a presença de dois sistemas de fases equivalentes a semicondutores, indicando a formação de uma heterojunção entre os óxidos de ferro e dióxido de titânio (Wodka et al., 2014). Especialmente se analisarmos os espectros do P25 e do Óxido de ferro sintetizado pelo método da combustão (Figura 27), vemos que há uma diferença significativa, tanto em valores de *band gap* quanto em perfil das curvas observadas.

Figura 27: Curvas de Reflectância difusa dos materiais de referência.



Os valores de *band gap* para óxidos de ferro sintetizados por diversos métodos variam (Deotale; Nandedkar, 2016; Meng et al., 2016; Sołtys-Mróz et al., 2020) e no método de combustão, estão por volta de 1,3 a 1,7 eV (De Castro; Huaman; Da Guarda Souza, 2024; Ferreira de Castro; Da Guarda Souza, 2022). Os valores de *band gap* para o P25 estão em torno de 3,2 a 3,4 eV. Tais dados evidenciam que na síntese aplicada no presente trabalho houve não só uma junção, mas o surgimento de um material com propriedades diferentes dos materiais originalmente conhecidos, agregando características dos precursores. Tal modificação pode ser referente aos fatores discutidos anteriormente, como efeitos de estabilização estrutural, surgimento de bandas intermediárias, que afetaram tanto a superfície quanto o interior da estrutura do catalisador, modificando os valores de energia das bandas envolvidas nos processos eletroquímicos da geração de radicais.

Com relação aos valores de *band gap*, demonstrados na tabela 9 e nas figuras 25 e 26, pode-se observar que os perfis das curvas foram diferentes quando comparamos os dados de *band gap* direto e indireto. As duas formas foram testadas, visto que, de acordo com a estrutura demonstrada nos difratogramas e no FTIR, tem-se uma mistura de fases cujas transições são

diretas (hematita e rutilo) (Fidalgo; Letichevsky; Santos, 2021), e indireta (magnetita, maghemita e anatase) (Berardi et al., 2022; Yousif et al., 2023). Entretanto, os dados obtidos corroboram com a indicação da formação de compósitos com heterojunções, levando-se em consideração os valores obtidos, que estão entre os band gap dos polimorfos de óxido de ferro e dióxido de titânio.

Tabela 9: Valores experimentais de energia de *band gap* das amostras sintetizadas.

Amostras	<i>Band Gap</i> Direto (eV)	<i>Band Gap</i> Indireto (eV)
Fe-Ti-1-1	2,74	2,32
Fe-Ti 1-2	2,96	2,27
Fe-Ti-2-1	2,60	2,35
Fe-Ti-C-1-1-1	2,86	1,97
Fe-Ti-C-1-2-1	1,77	1,50
Fe-Ti-C-2-1-1	0,63	1,82
Fe-Ti-C-1-1-2	1,50	1,31

Os valores de *band gap*, tanto direto quanto indireto, denotam uma tendência, onde quanto menor a proporção em Óxido de ferro, maior o *band gap*. Todos os valores também mostram que a ativação desses fotocatalisadores se dá em menor energia, quando comparada com o material de partida (P25), podendo ser utilizada a radiação no visível, e maior que a energia de band gap de óxido de ferro puro, aumentando o tempo de recombinação eletrônica, aumentando a eficiência do fotocatalisador.

5.3.5. Área Superficial Específica (BET)

Os resultados de área superficial estão demonstrados na tabela 10.

Tabela 10: Área superficial específica experimental pelo método BET.

Amostras	Área superficial específica (m^2g^{-1})
FeTi-1-1	12
FeTi-1-2	45
FeTi-2-1	32
FeTiC-1-1-1	51
FeTiC-1-2-1	54
FeTiC-1-1-2	76
FeTiC-2-1-1	

Nota-se que a inserção do resíduo de manga provocou um aumento na área superficial específica dos materiais, sendo mais proeminente na amostra FeTiC-1-1-2, onde a quantidade de resíduo inserido foi duplicada. Isso pode estar relacionado a diversos fatores, tais como a presença de material carbonáceo poroso fazendo parte do compósito obtido, maior evolução gasosa durante a combustão o que ampliara o volume de poros e aumentaria a área superficial específica, e a presença de mais defeitos na rede cristalina. Tal fato também pode ser corroborado pelas análises dos perfis térmicos da amostra, onde a massa residual é maior, se comparada aos outros compósitos. Tal dado demonstra que o material carbonáceo foi integrado a estrutura do compósito, ou foi utilizado para aumentar a porosidade, volume de poros e área superficial.

Analizando as amostras sem adição de biomassa, nota-se que nas amostras de proporções 1-1 de ferro e titânio, a área superficial é pequena, o que pode indicar a obstrução dos poros do dióxido de titânio pelos óxidos de ferro bem como a sinterização do material devido às altas temperaturas alcançadas na combustão. Visto que a área superficial do P25 é por volta de 45 a 60 $m^2 g^{-1}$ (Suttiaponarnit et al., 2010), a reação de combustão insere o óxido de ferro, de tamanho menor, nos poros do P25, obstruindo-os e consequentemente, diminuindo a área superficial. Nos outros dois materiais, a segregação de poros pode ter ocorrido, especialmente no FeTi-2-1, onde a maior presença de óxidos de ferro, entretanto, o efeito de sinterização pode não ter influência.

5.3.6. Tamanho de partículas dispersas em água

Ao analisar o tamanho de partículas dispersas em água (Tabela 11), pôde-se verificar que não houve alteração significativa com a adição de resíduo na síntese, sendo os tamanhos de partículas das amostras com valores entre 36 e 46 μm . Nesse caso, um menor tamanho de partículas indica uma maior dispersão do sólido em fase líquida, o que pode favorecer o contato na fase de adsorção do processo. O fato de a dispersão favorecer o contato com o adsorvato e consequentemente melhorar a atividade fotocatalítica vai de encontro com a concentração de catalisador utilizada para a reação de degradação, visto que um catalisador com alta dispersão em água precisa de concentrações menores para ser ativo e com boas respostas. Uma maior concentração pode ter efeito de sombreamento, o que viria a diminuir a atividade fotocatalítica do mesmo (Zhao et al., 2014).

Tabela 11: Tamanho de partículas dispersas em meio aquoso.

Amostra	Tamanho de partícula (μm)
Fe-Ti-1-1	36,158 \pm 0,2249
Fe-Ti-1-2	46,951 \pm 1,9716
Fe-Ti-2-1	41,708 \pm 0,2142
Fe-Ti-C-1-1-1	40,285 \pm 1,5847
Fe-Ti-C-1-2-1	31,183 \pm 1,2792
Fe-Ti-C-1-1-2	37,887 \pm 0,12592

5.3.7. Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia de Dispersão de elétrons

As imagens de microscopia das amostras baseadas em óxido de ferro e dióxido de titânio (Figuras 28, 30 e 32) perfis semelhantes em relação a distribuição das partículas, bem como no formato das partículas, majoritariamente poliedrais. Em todos os materiais, percebe-se que as partículas de óxidos de ferro, mais brilhantes devido a irradiação de elétrons, recobrem a superfície do dióxido de titânio, o que se reflete nos valores obtidos no EDS (Figuras 29, 31 e 33), equivalente a proporção mantida na síntese.

Figura 28: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-1-1 em diferentes magnificações.

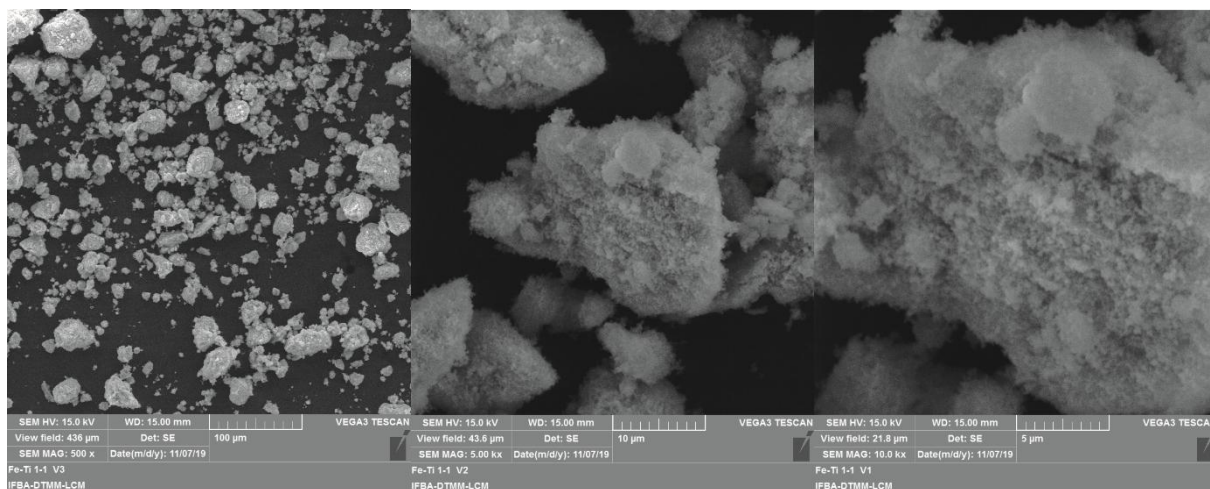


Figura 29: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-1-1.

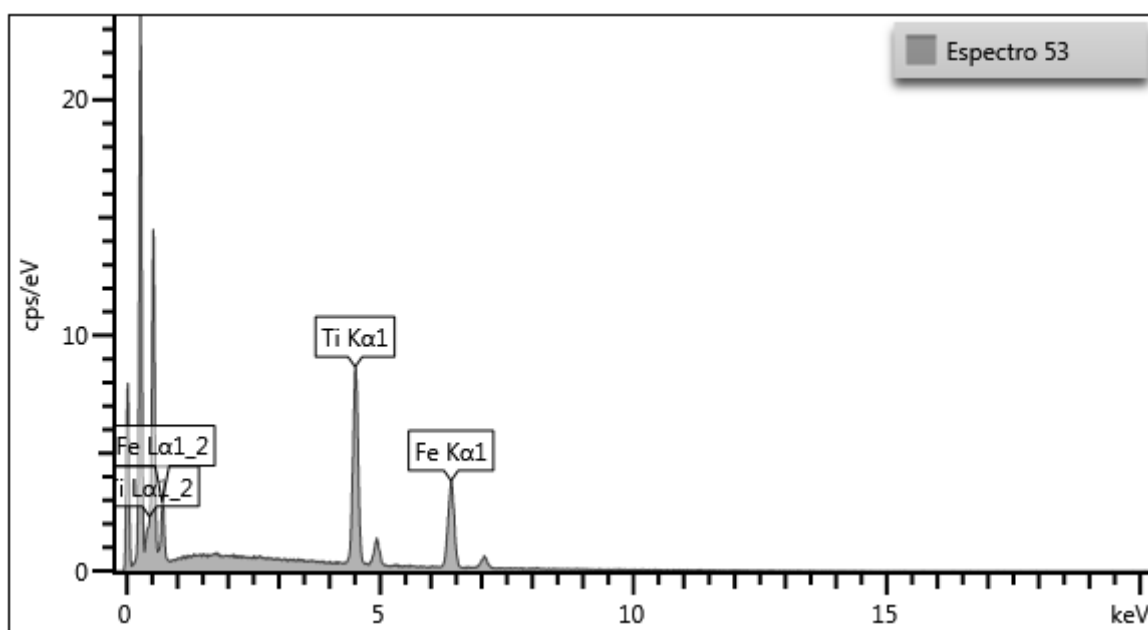


Tabela 12: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-1-1.

Elemento	Wt%
Ti	49.18
Fe	50.82
Total:	100.00

Figura 30: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-1-2 em diferentes magnificações.

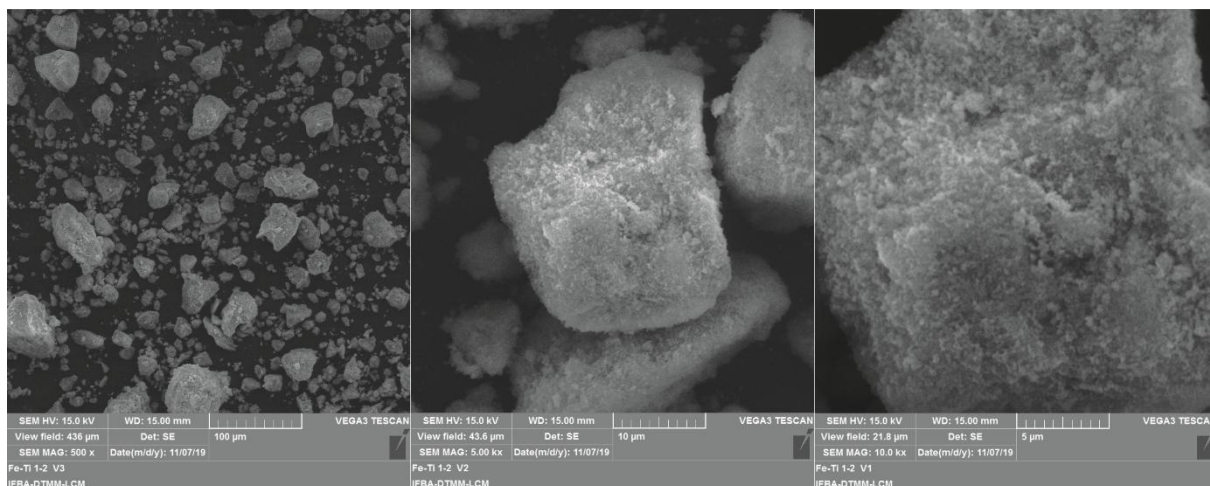


Figura 31: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-1-2.

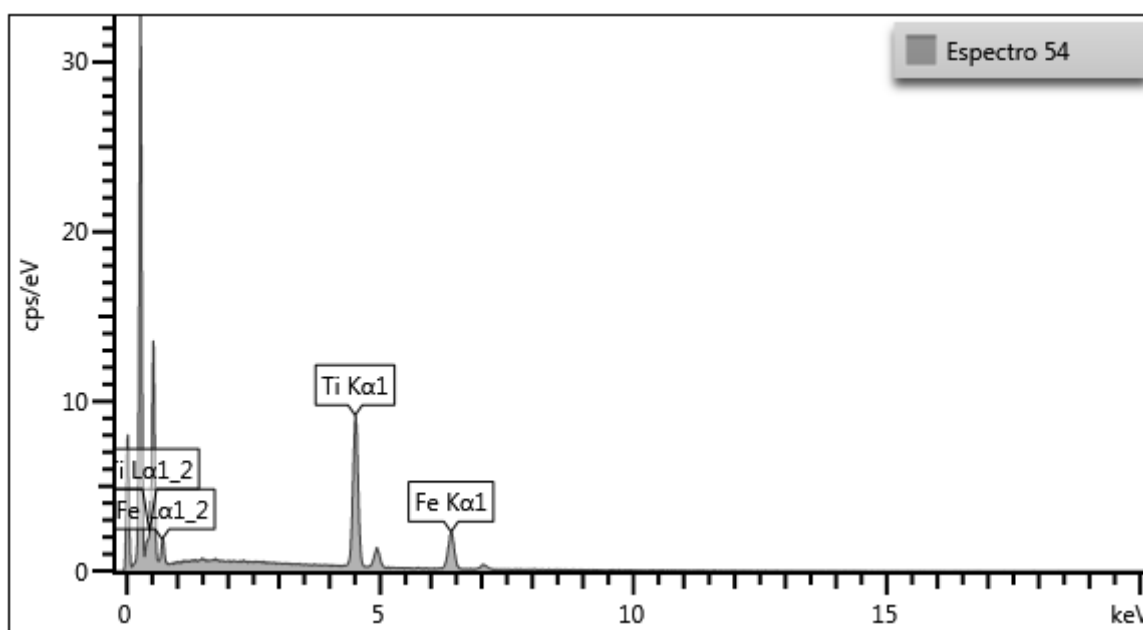


Tabela 13: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-1-2.

Elemento	Wt%
Ti	63.55
Fe	36.45
Total:	100.00

Figura 32: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTi-2-1 em diferentes magnificações.

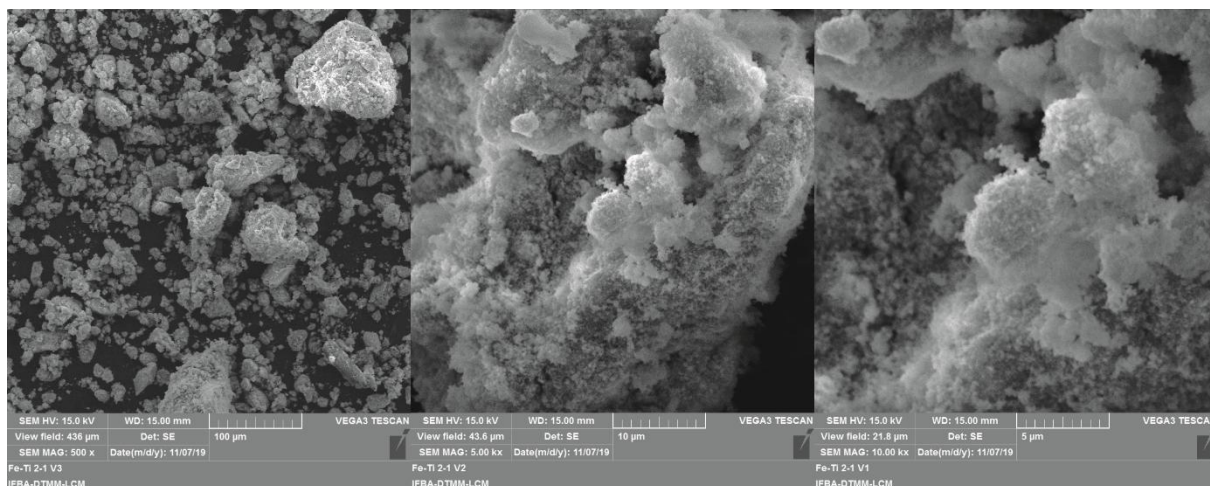


Figura 33: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTi-2-1.

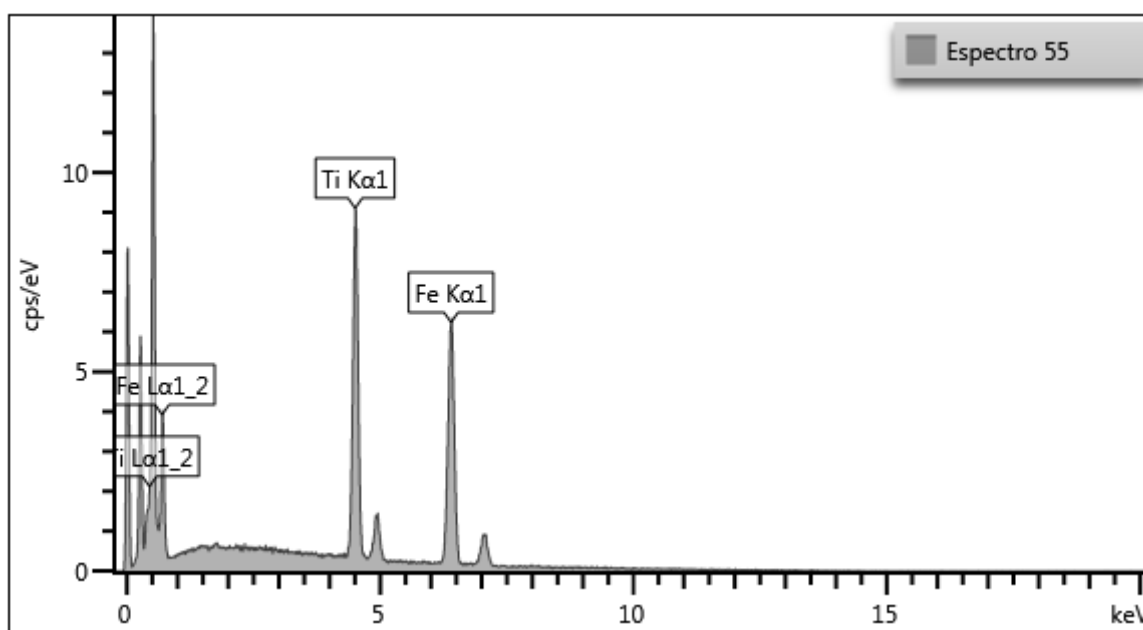


Tabela 14: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTi-2-1.

Elemento	Wt%
Ti	37.20
Fe	62.80
Total:	100.00

Nas amostras com a adição do resíduo de manga (Figuras 34, 36 e 38), o perfil é semelhante, com partículas de tamanho variado, mas bastante

distribuídas. Entretanto, a amostra FeTiC-1-1-1 demonstra um maior recobrimento das partículas pelos óxidos de ferro, com maiores tamanhos e morfologias que variam entre esféricas e alongadas.

Figura 34: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-1-1 em diferentes magnificações.

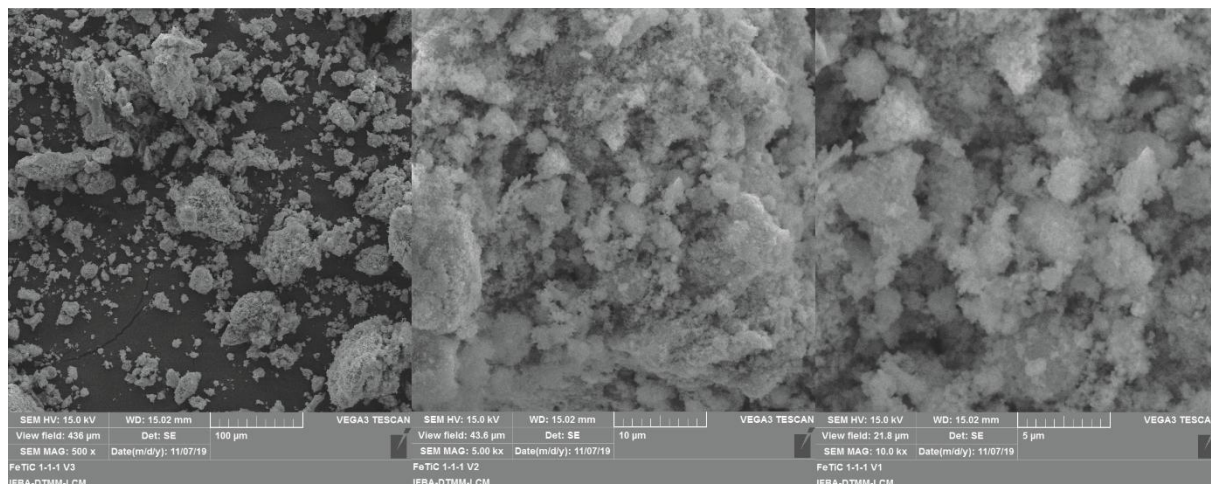


Figura 35: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-1-1.

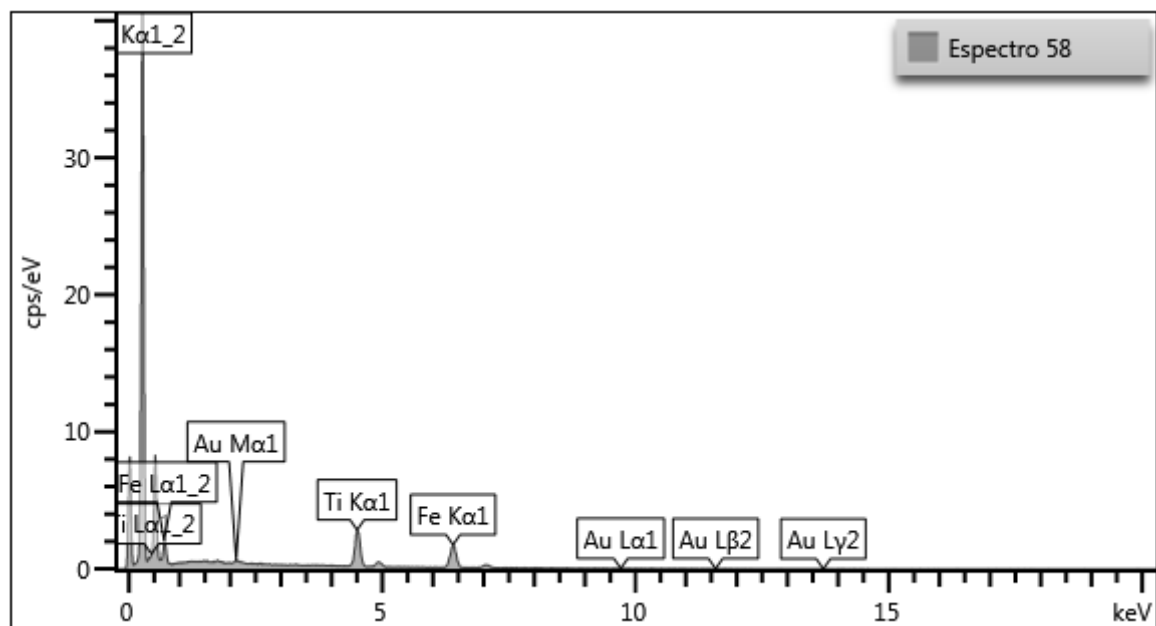


Tabela 15: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-1-1.

Elemento	Wt%
C	72.62
Ti	11.19
Fe	16.19
Total:	100.00

Figura 36: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-2-1 em diferentes magnificações.

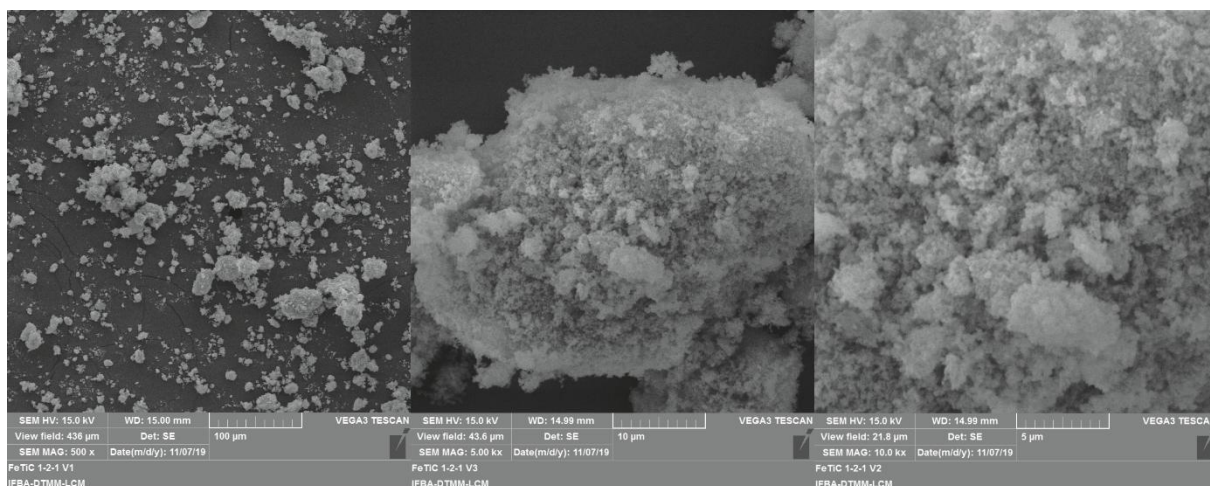


Figura 37: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-2-1.

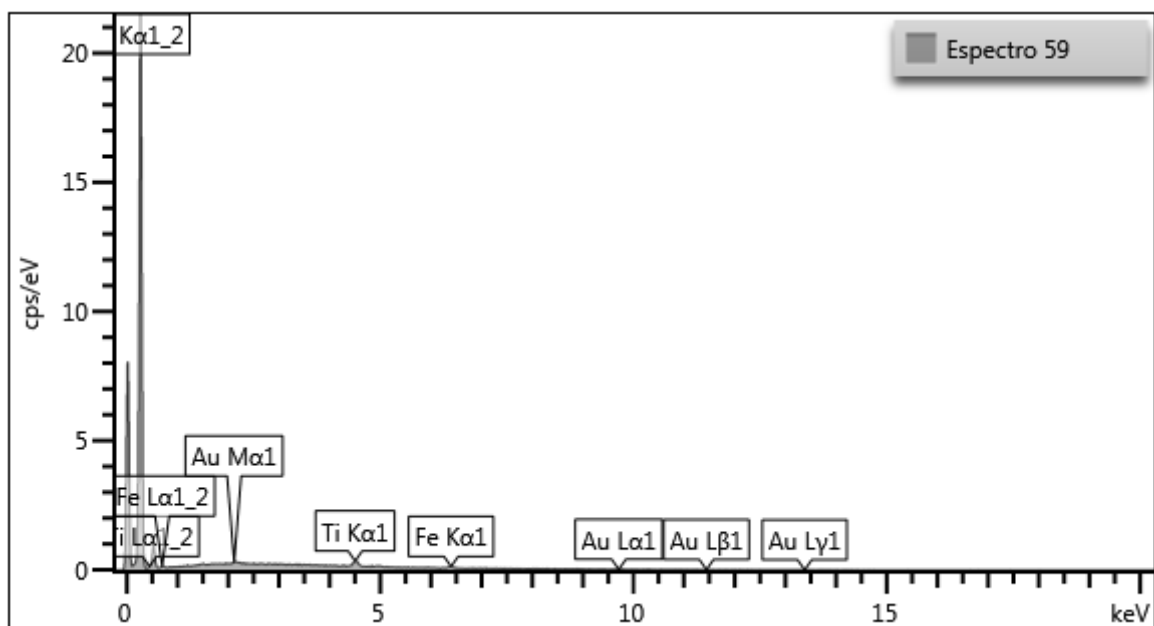


Tabela 16: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-2-1.

Elemento	Wt%
C	96.06
Ti	2.68
Fe	1.26
Total:	100.00

Figura 38: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da amostra FeTiC-1-1-2 em diferentes magnificações.

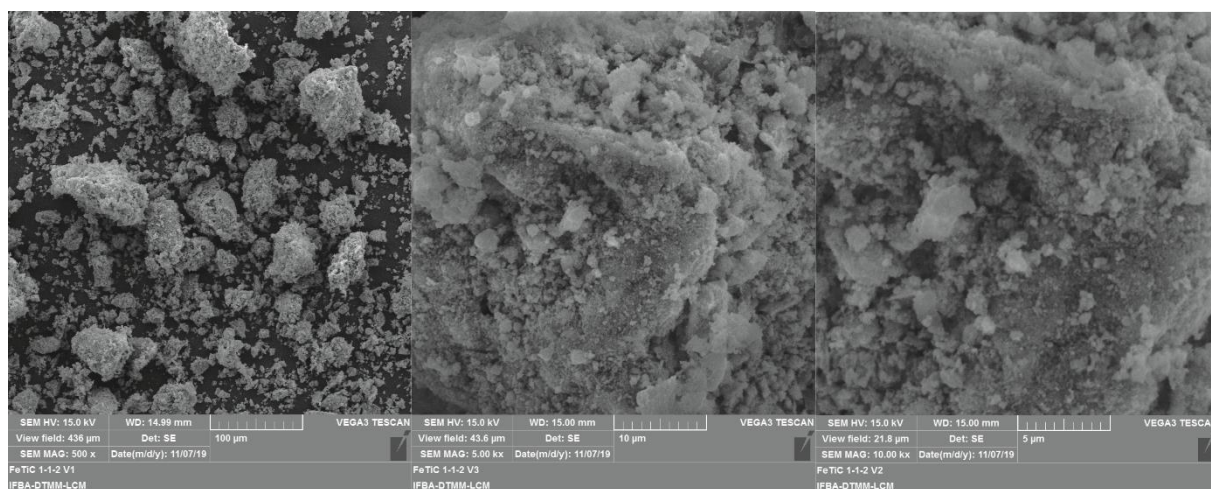


Figura 39: Espectro de dispersão eletrônica da amostra FeTiC-1-1-2.

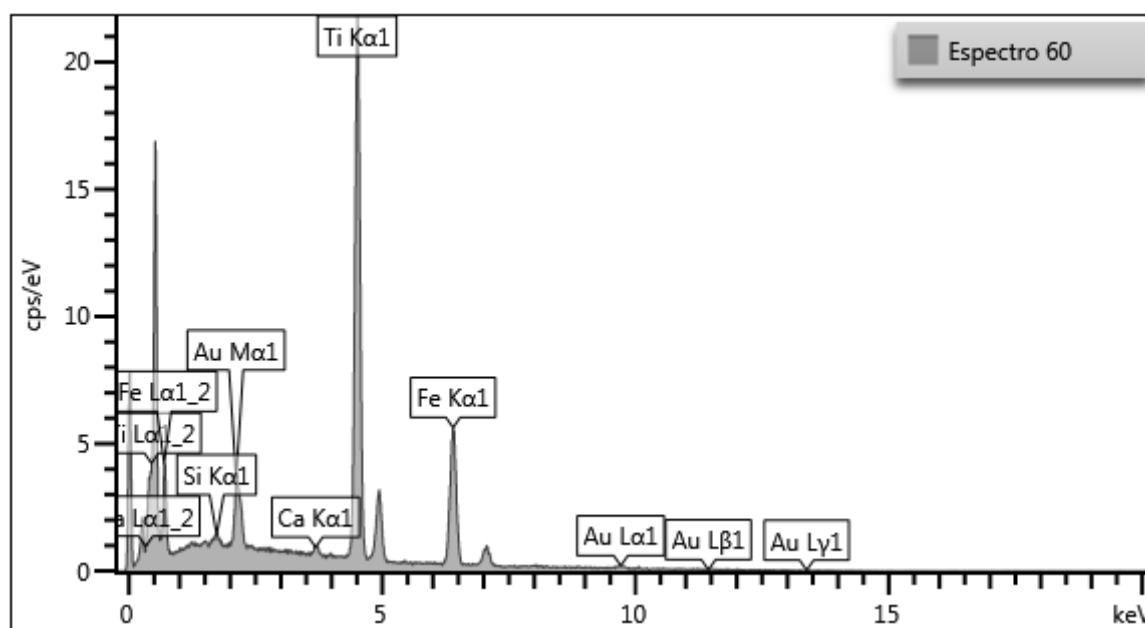


Tabela 17: Proporções em massa dos componentes da amostra FeTiC-1-1-2.

Elemento	Wt%
Si	0.29
Ca	0.66
Ti	61.78
Fe	37.26
Total:	100.00

5.3.8. Microscopia Eletrônica de Transmissão

As imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) e os dados de distribuição de tamanho de partícula estão expostos nas figuras 40 a 46 e na tabela 18. Nota-se que nas amostras sem adição de resíduo, houve uniformidade nas morfologias, sendo as partículas majoritariamente de formato semi-esférico. Houve também uniformidade no tamanho médio de partículas, além de observar-se partículas com maior grau de cristalinidade, onde é visível os planos cristalográficos altamente organizados.

Figura 40: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-1-1.

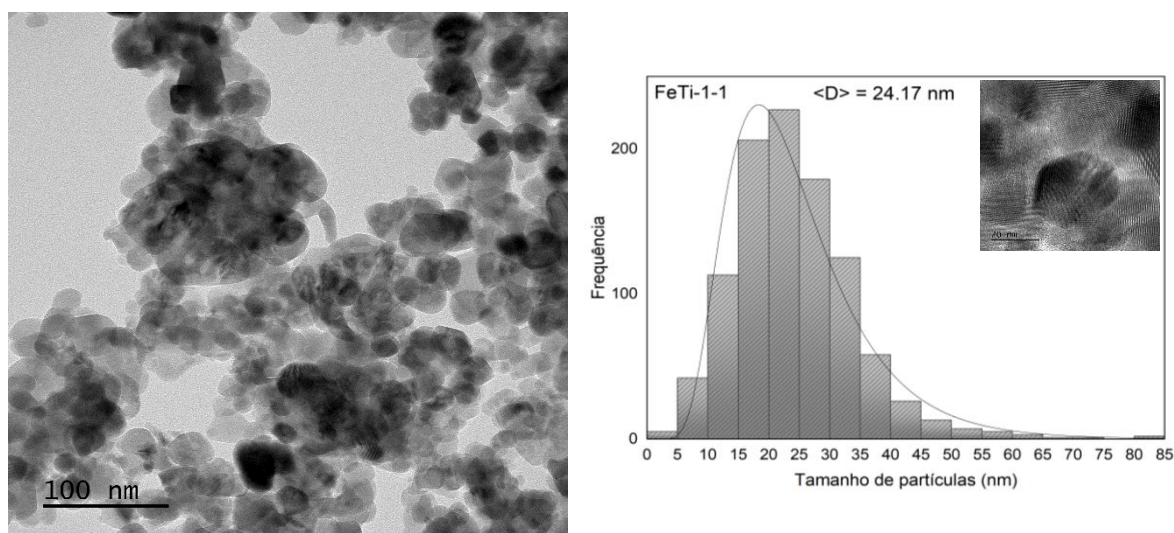


Figura 41: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-1-2.

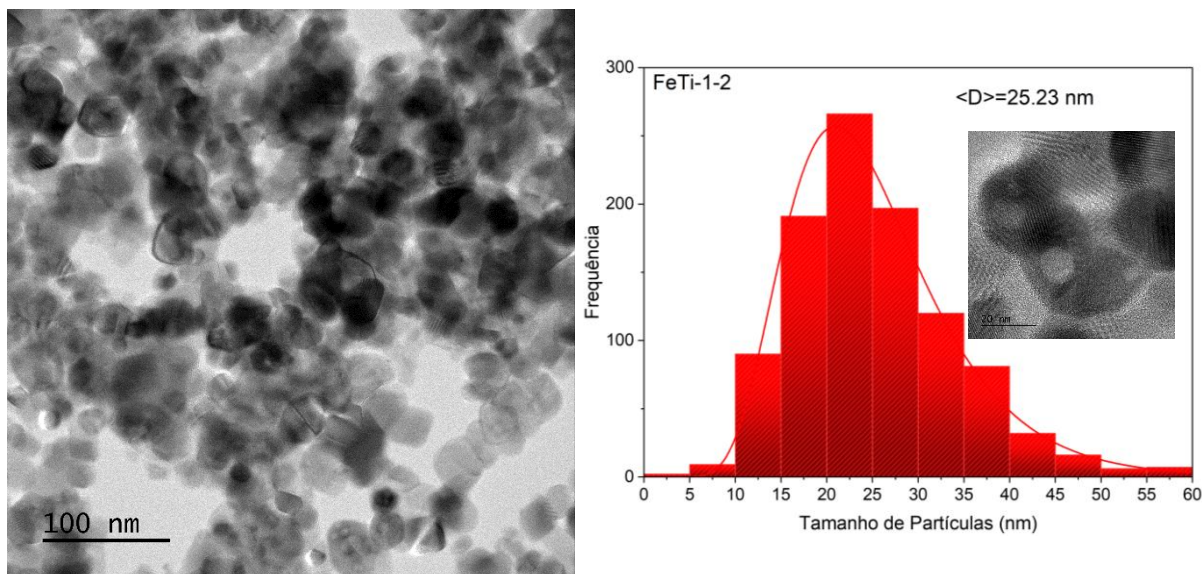
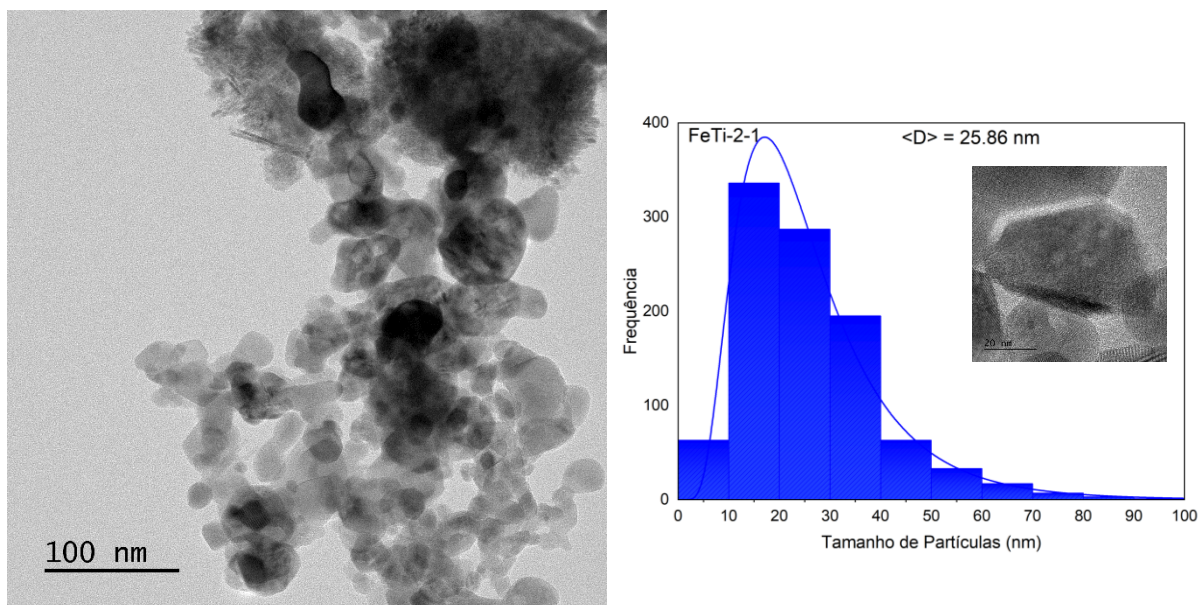


Figura 42: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTi-2-1.



As amostras com adição de resíduo, apesar do tamanho médio estar de acordo com as amostras anteriores, demonstra uma maior heterogeneidade de morfologias, tendo formatos mais hexagonais.

Figura 43: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-1-1.

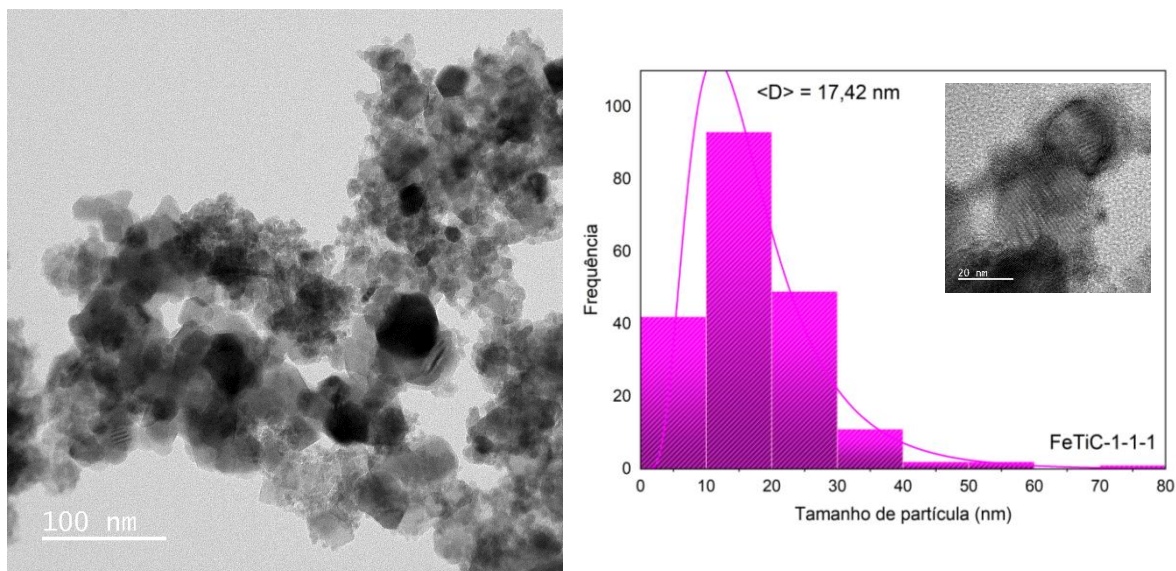


Figura 44: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-2-1-1.

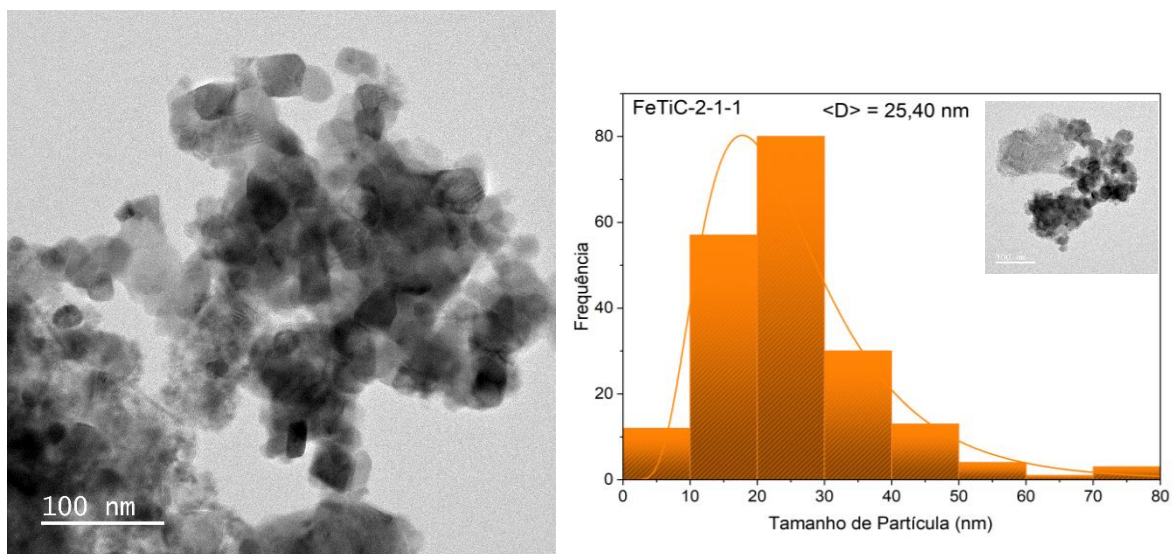


Figura 45: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-2-1.

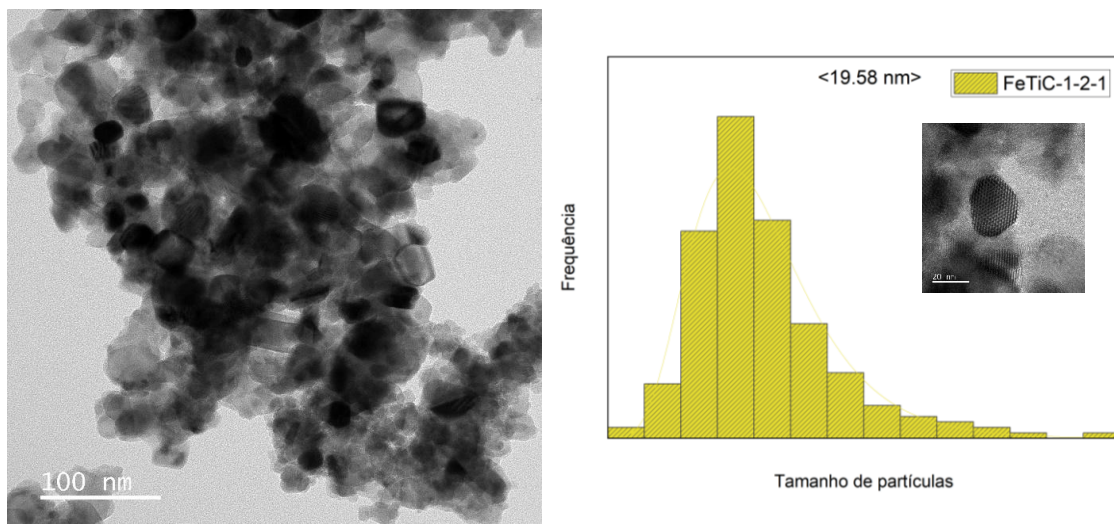
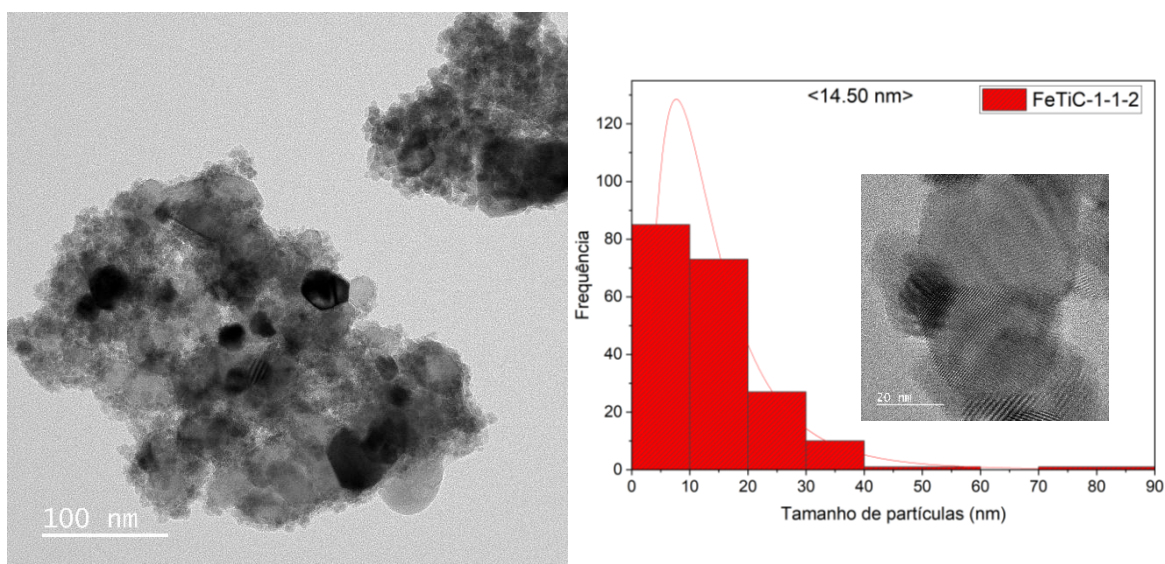


Figura 46: Microscopia eletrônica de Transmissão e distribuição de tamanho de partículas da amostra FeTiC-1-1-2.



Os parâmetros estatísticos demonstrados na tabela 18 denotam também o grau de uniformidade das partículas, tanto sem quanto com adição de resíduo. Apenas um modo de distribuição foi encontrado nas amostras analisadas com alto grau de assimetria.

Vale notar que os dados de tamanho de partícula diferem dos dados de tamanho de cristalito, visto que os parâmetros utilizados na medição do tamanho de cristalito se referem àqueles recolhidos nos difratogramas, levando em conta a largura a meia altura do pico de mais alta intensidade, o que pode ser afetado, por exemplo, pela reflexão dos raios-X, interação entre as fases presentes

representadas em um mesmo pico e, portanto, não têm a mesma precisão de análise de tamanho de partículas pela microscopia eletrônica de transmissão.

Tabela 18: Parâmetros estatísticos das medidas de distribuição de partícula por microscopia.

Amostra	# modos	$\langle D \rangle$ (nm)	D_m (nm)	Δ(nm)	D_s
FeTi-1-1	1	24,17	22,05	9,91	1,14
FeTi-1-2	1	25,23	20,43	8,74	0,78
FeTi-2-1	1	25,86	11,18	13,55	1,29
FeTiC-1-1-1	1	17,42	3,04	9,60	1,82
FeTiC-1-2-1	1	26,13	21,94	9,78	1,53
FeTiC-1-1-2	1	14,50	5,15	10,90	2,78
FeTiC-2-1-1	1	25,40	9,20	12,11	1,34

A amostra com menor tamanho médio foi a FeTiC-1-1-2 e a de maior tamanho foi a FeTiC-1-2-1. Nota-se que a inserção da biomassa teve efeitos distintos quando comparamos cada amostra, sendo aquela com maior quantidade de biomassa a que desenvolveu o menor tamanho de partícula pós síntese. Isso pode estar relacionado a um processo de combustão que competiu com o processo de decomposição térmica dos biocompostos de celulose e lignina, fazendo com que a velocidade de crescimento dos cristais fosse menor.

As análises elementares foram feitas por EDX e estão expostas nas figuras 48 a 50. Foi feito também o mapeamento das proporções atômicas, expostas na figura 47. Nota-se que houve a manutenção das proporções de ferro e titânio, como planejado na síntese. Nota-se também uma distribuição uniforme dos átomos em todas as amostras analisadas.

Figura 47: Mapeamento em EDX das espécies principais nas amostras sem adição de resíduo.

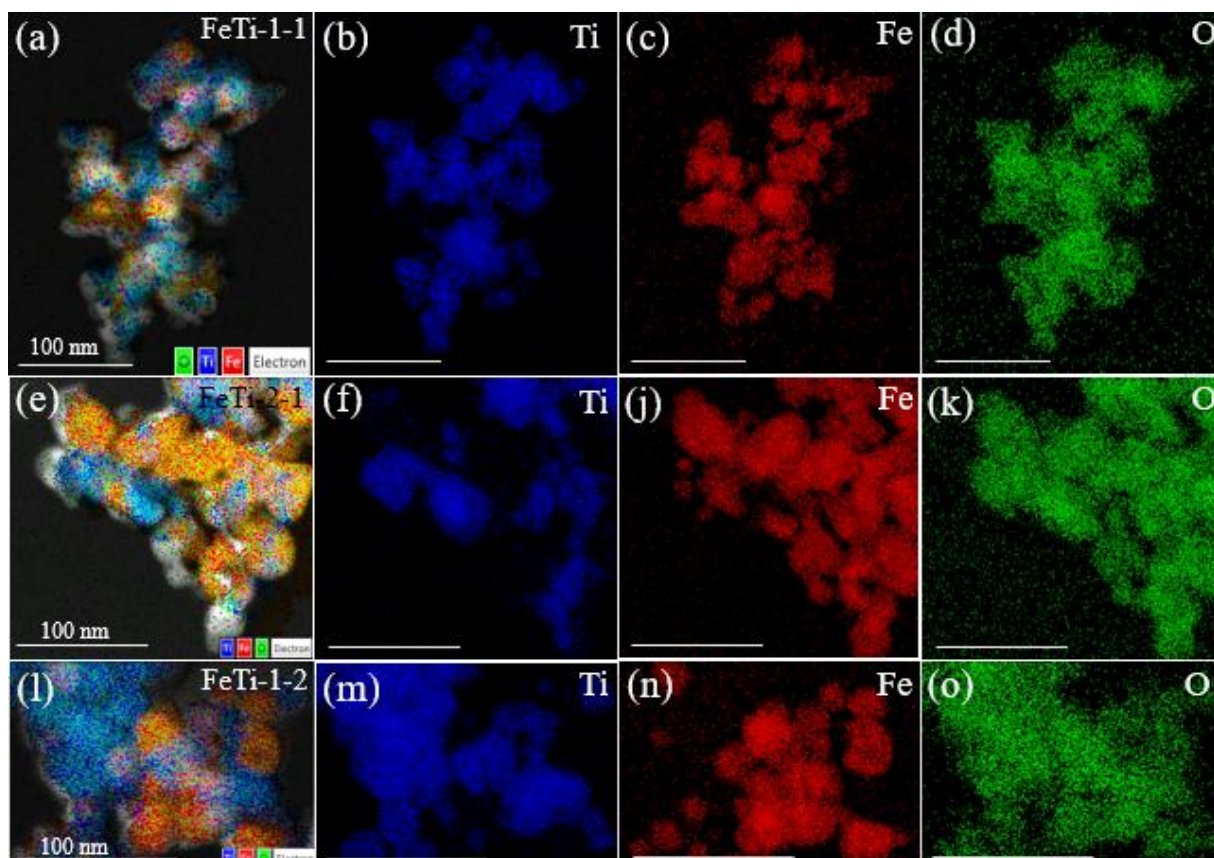


Figura 48: Espectro de EDX da amostra FeTi-1-1.

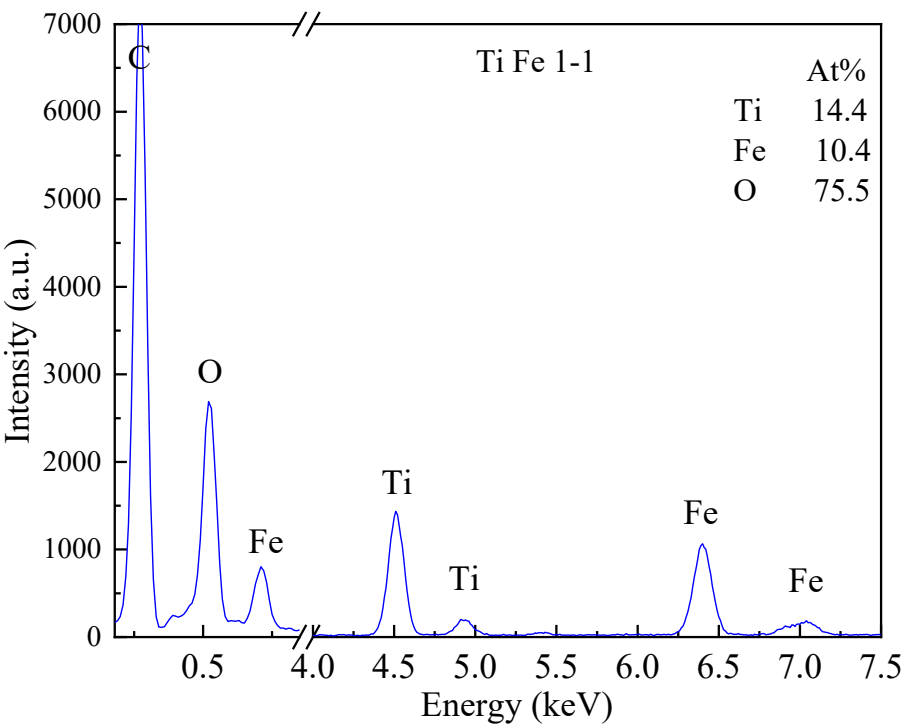


Figura 49: Espectro de EDX da amostra FeTi-1-2.

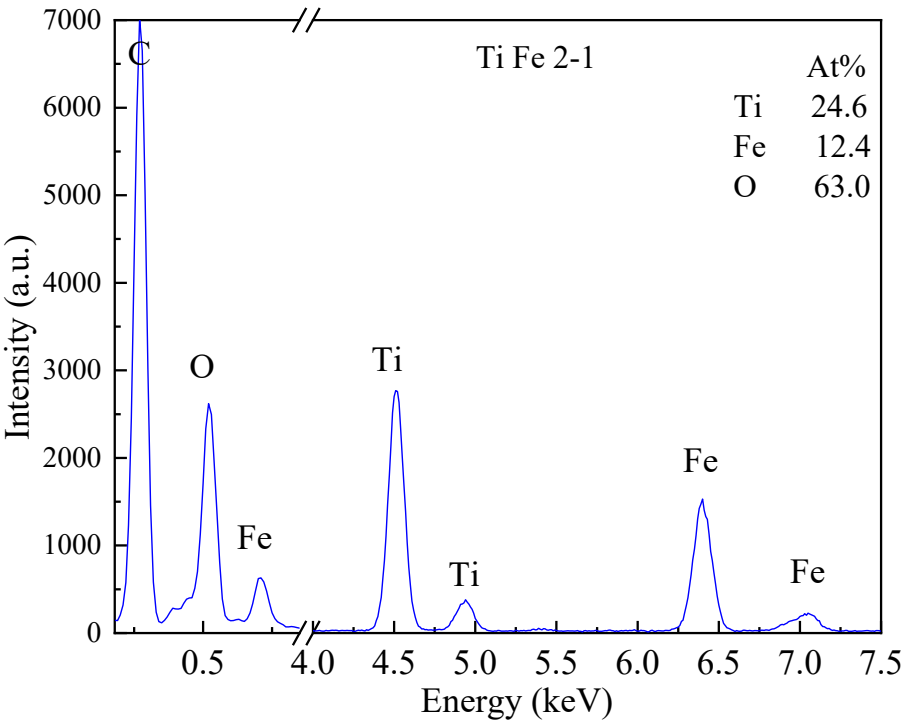
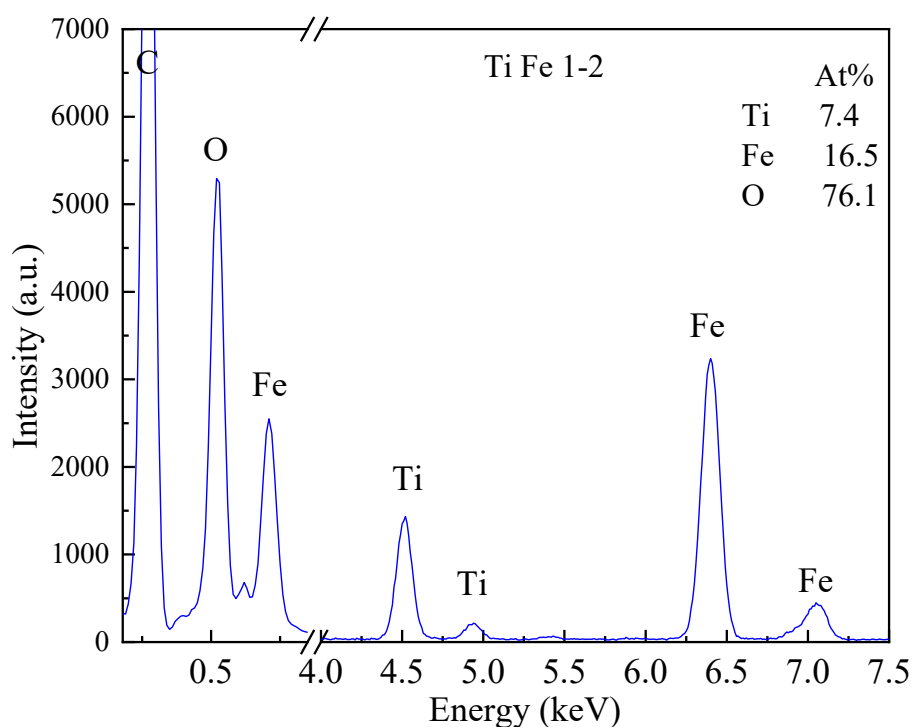


Figura 50: Espectro de EDX da amostra FeTi-2-1.



5.3.9. Potencial de Carga Zero ou ponto isoelétrico

A tabela 19 e a figura 51 expõem os resultados de potencial isoelétrico das amostras.

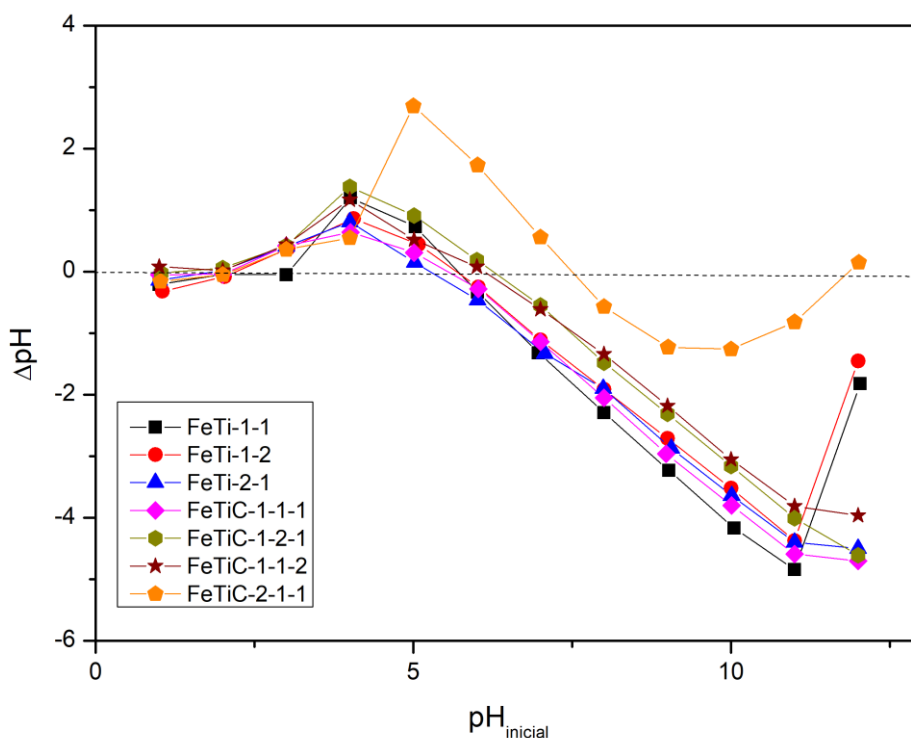
Tabela 19: Valores de potencial isoelétrico das amostras sintetizadas.

Amostra	pH _{Pcz}
FeTi-1-1	5,66
FeTi-1-2	5,65
FeTi-2-1	5,23
FeTiC-1-1-1	5,49
FeTiC-2-1-1	7,46
FeTiC-1-2-1	6,29
FeTiC-1-1-2	6,10

Os resultados de potencial de carga zero demonstram que no pH utilizado nos testes, por volta de 6,5-6,7, a superfície dos materiais sintetizados é

negativamente carregada, prevalecendo os grupos hidroxílicos ligados aos cátions do titânio e do ferro (Pang et al., 2016b), ocorrendo a adsorção de espécie ácidas (H^+) na superfície dos materiais, corroborando com os resultados de FTIR, levando em consideração as bandas de hidroxila (3100 cm^{-1}) e bandas de carboxila (1357 cm^{-1}). Os valores de pH_{pcz} também indicam que a maior quantidade de óxido de ferro na amostra, como na amostra FeTi-2-1, faz com que a superfície tenha mais espécies ácidas, promovendo a maior adsorção de O_2 , para posterior formação de radicais superóxido, $O_2^{\bullet-}$ (AlSalka et al., 2019), como indica o menor valor de pH_{pcz} . Analogamente, a adsorção de água e íons hidroxila é facilitada nos materiais com maior pH_{pcz} , como é observado para a amostra FeTiC-2-1-1, a única com resultado acima de 7,0, o que indica uma superfície levemente carregada negativamente, o que pode ser mais propenso a gerar radicais hidroxila (OH^{\bullet}).

Figura 51: Curva de potencial isoelétrico dos compósitos sintetizadas.



5.3.10. Análise de Magnetização

Foram realizadas medidas de magnetização à temperatura de 300 K e perto do zero absoluto (5 K). As medidas de resfriamento sem campo aplicado (ZFC) e com campo aplicado (FC) também foram realizadas nas sete amostras. Os resultados obtidos estão na tabela 20 e nas imagens 52, 53, 54 e 55.

Tabela 20: Parâmetros de magnetização dos compósitos sintetizados.

Amostra	300 K				5 K			
	Coercitividade - Hc (Oe)	Magnetização de saturação - Ms (emu/g)	Magnetização remanescente - Mr (emu/g)	Mr/Ms	Coercitividade - Hc (Oe)	Magnetização de saturação - Ms (emu/g)	Magnetização remanescente - Mr (emu/g)	Mr/Ms
FeTi-1-1	0,007	0,35	0,31	0,886	0,63	3,42	0,86	0,251
FeTi-1-2	0,01	0,28	0,16	0,571	0,6	0,59	0,32	0,542
FeTi-2-1	0,052	5,12	4,65	0,908	0,44	6,97	5,8	0,832
FeTiC-1-1-1	0,008	12,70	11,61	0,914	0,48	15,48	13,78	0,890
FeTiC-2-1-1	0,051	19,90	19,05	0,957	0,39	22,00	20,81	0,945
FeTiC-1-2-1	0,042	15,15	14,65	0,967	0,41	21,98	20,78	0,945
FeTiC-1-1-2	0,007	14,53	13,31	0,916	0,55	17,01	15,53	0,913

Em baixas temperaturas, notou-se uma tendência de materiais baseados em óxido de ferro, dióxido de titânio e material carbonáceo, de terem tanto magnetização de saturação quanto magnetização remanescente maiores que as amostras sem adição do resíduo. Essa tendência tem relação com as fases formadas de óxido de ferro, corroborando com os dados encontrados nas análises de DRX, onde se encontra a maghemita como fase principal de óxido de ferro. A maghemita tem estrutura de espinélio semelhante a magnetita, mas sem a presença de íons Fe^{2+} na estrutura, dando lugar ao Fe^{3+} , além de vacâncias de oxigênio. A presença de íons de Fe^{3+} em centros geométricos diferentes (octaédrico e tetraédrico) caracterizam sólidos de comportamento ferromagnético, o que é comprovado com os dados de magnetização encontrados (Milam-Guerrero et al., 2021). Adicionalmente, a coercividade de todos os materiais se mostrou baixa, o que demonstra a fraca magnetização natural dos materiais, o que pode ser explicada pela presença de materiais diamagnéticos como o dióxido de titânio. (Životský et al., 2015)

Figura 52: Medidas de magnetização a 5K das amostras sem adição de resíduo.

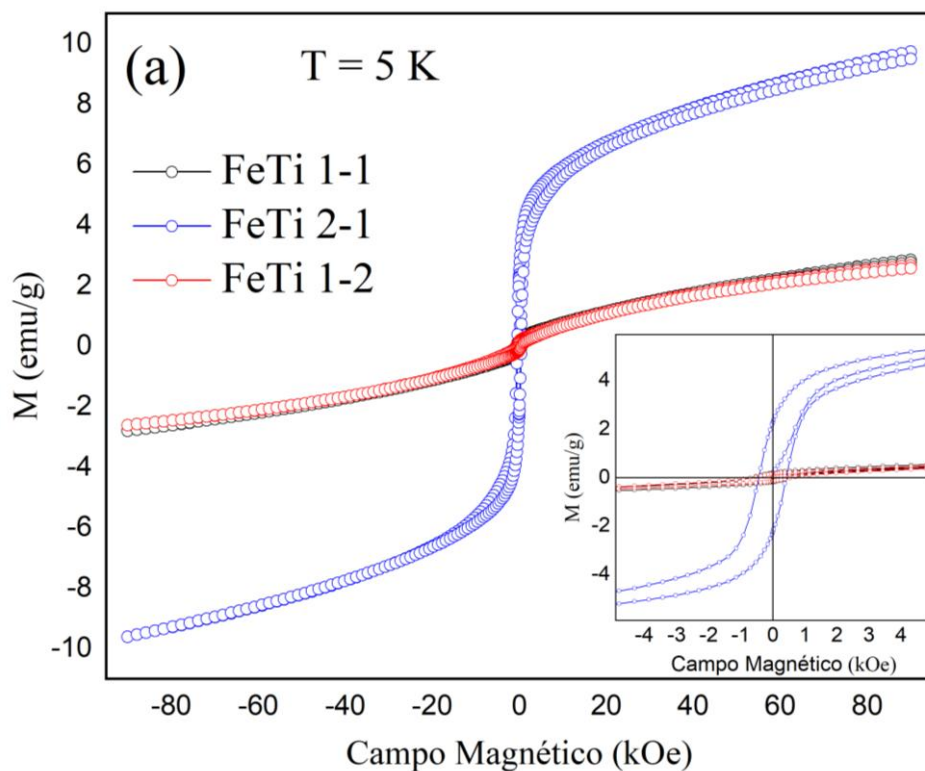


Figura 53: Medidas de magnetização a 5K das amostras com adição de resíduo.

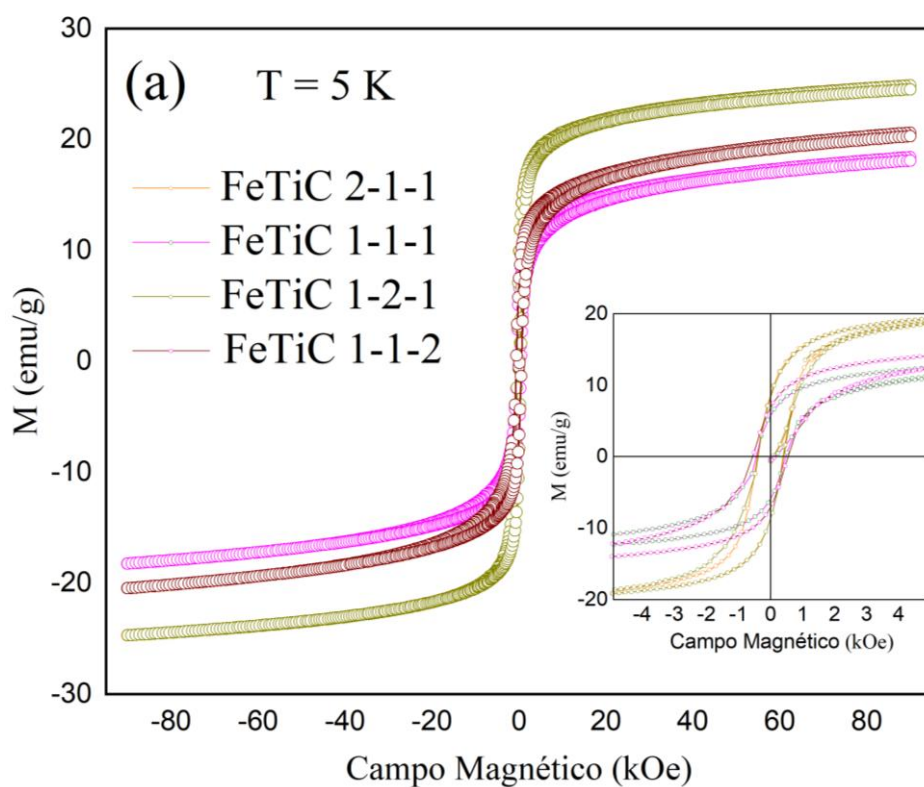


Figura 54: Medidas de magnetização a 300K das amostras sem adição de resíduo.

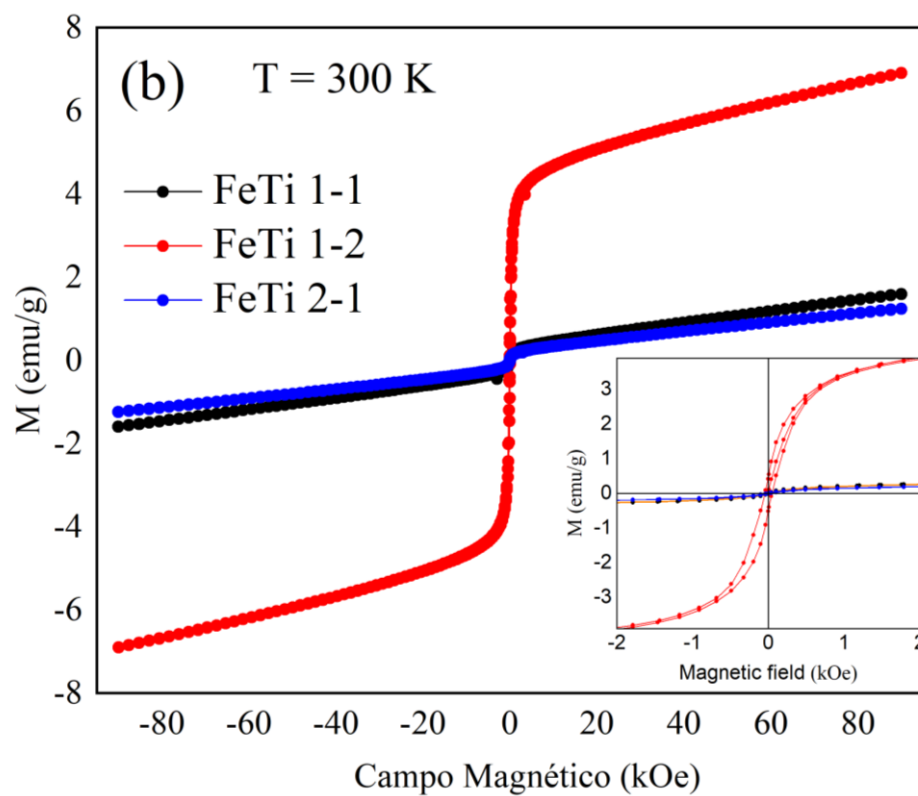
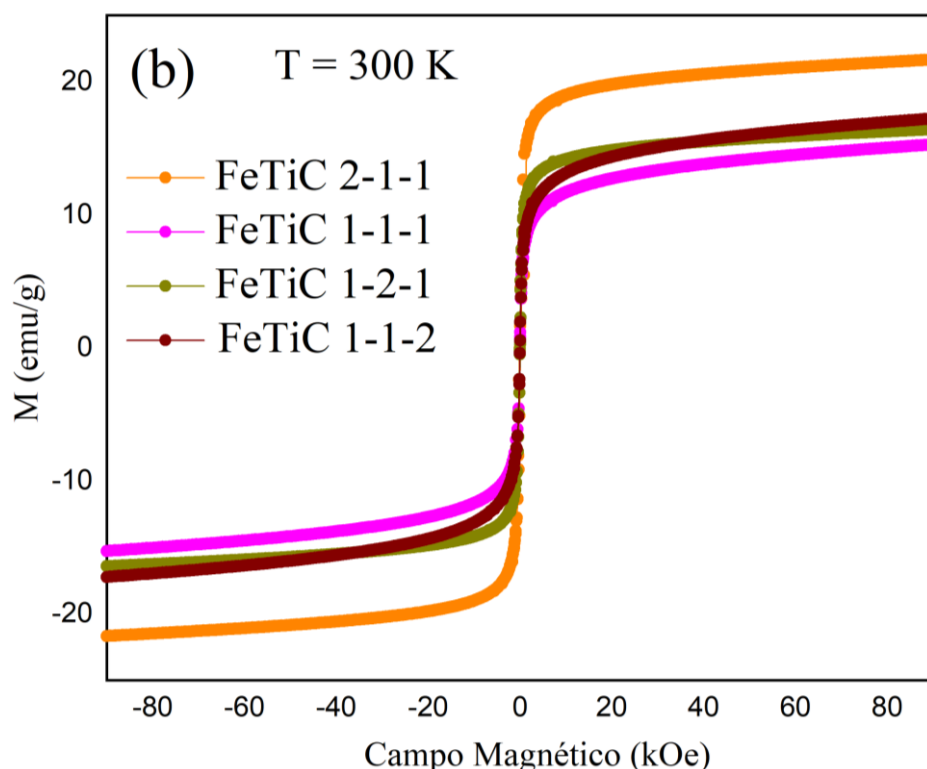


Figura 55: Medidas de magnetização a 300K das amostras com adição de resíduo.



Em temperatura ambiente a tendência também foi semelhante as observadas em temperatura baixa. Os valores das amostras com adição de resíduo foram maiores, que as sem adição. A amostra FeTi-1-2 demonstra maiores valores de magnetização, o que pode estar relacionado aos menores tamanhos de cristalito para os óxidos de ferro. Como a magnetização é dependente de tamanho de partícula e cristalito (Phong et al., 2017), os valores refletem essa relação.

As curvas de magnetização zero-field-cooled (ZFC) e field-cooled (WFC) entre 5 e 400 K com um campo magnético de 200 Oe são apresentadas nas figuras 56 e 57. Para todas as amostras, a curva de magnetização FC em baixas temperaturas permanece quase constante, indicando a presença de fortes interações dipolares entre as nanopartículas (Branquinho, 2014; Correia, 2015). A temperatura de bloqueio está acima de 400 K, já que não foi observado nenhum máximo nas curvas ZFC. Este achado está em concordância com as observações de TEM (Figuras 52 a 55), que revelam principalmente agregados de nanopartículas. A divergência entre as curvas ZFC e WFC evidencia a existência de uma barreira de anisotropia magnética.

Figura 56: Medidas de resfriamento sem campo aplicado (ZFC) e com campo aplicado (WFC) das amostras sem adição de resíduo.

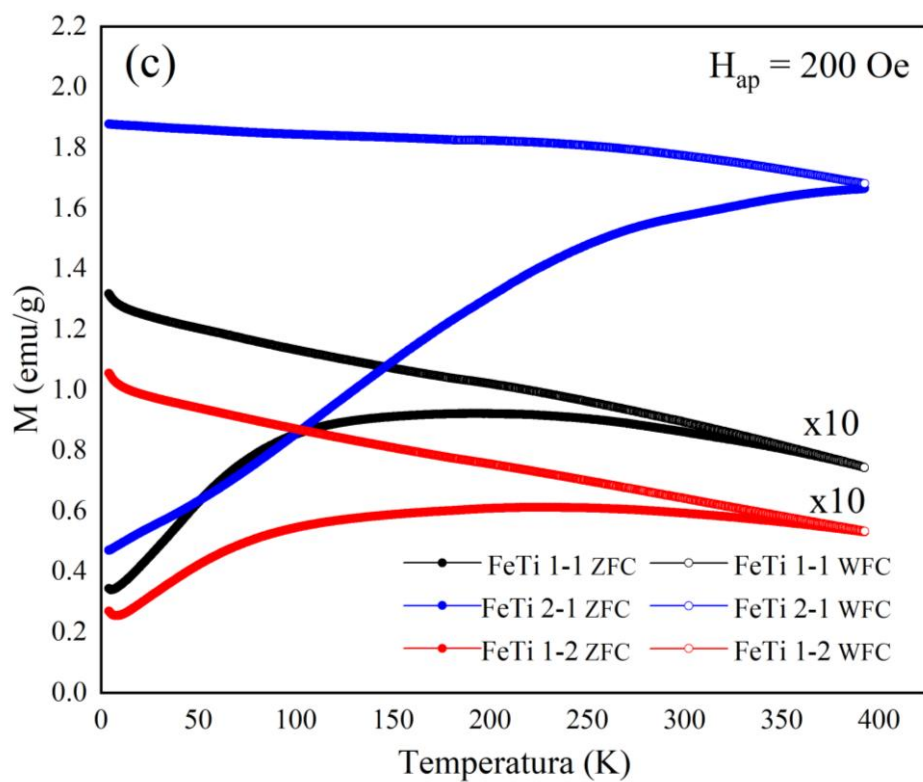
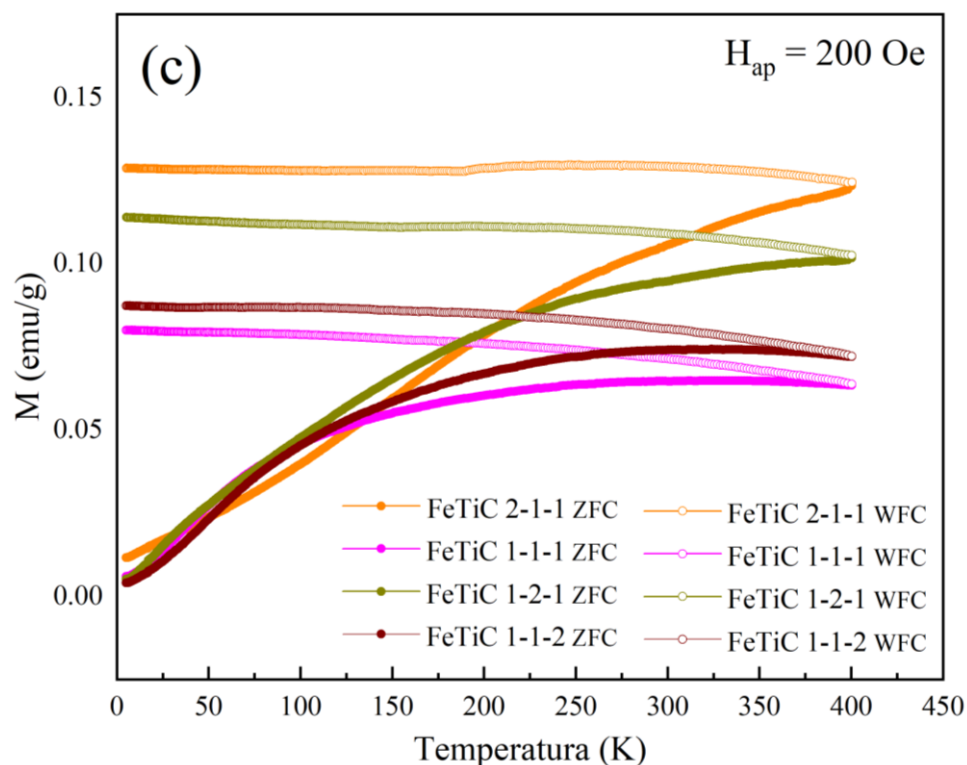


Figura 57: Medidas de resfriamento sem campo aplicado (ZFC) e com campo aplicado (WFC) das amostras com adição de resíduo.



5.4. Testes Fotocatalíticos

5.4.1. Testes fotocatalíticos em corantes têxteis

Foram avaliadas as fotólises dos corantes azul de metileno, cristal de violeta, alaranjado de metila e a mistura dos três anteriores, nas concentrações, 70, 100, 50 e 100 mg L⁻¹, respectivamente. As concentrações estabelecidas foram testadas a fim de alcançar a máxima absortividade molar de cada corante, sem ultrapassar os limites mínimos e máximos da lei de Lambert-Beer. Essa estratégia foi adotada com a finalidade de usar a máxima concentração possível dos corantes, levando a resultados mais condizentes com as cargas reais utilizadas nas indústrias. Os espectros de absorção UV-Vis dos corantes separadamente e em misturas estão na figura 58. A fotólise consiste no mesmo procedimento empregado na fotocatalise, no entanto, sem a presença de catalisador. Na figura 59, temos a descoloração obtida nas concentrações sugeridas.

Figura 58: Espectros de absorção UV-Vis dos corantes e da mistura.

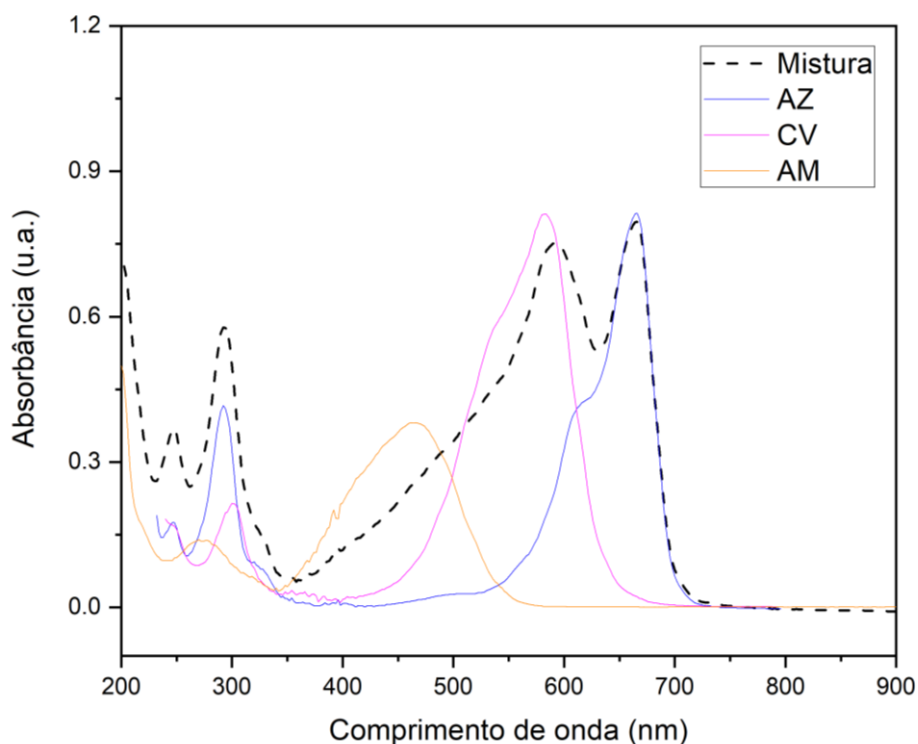
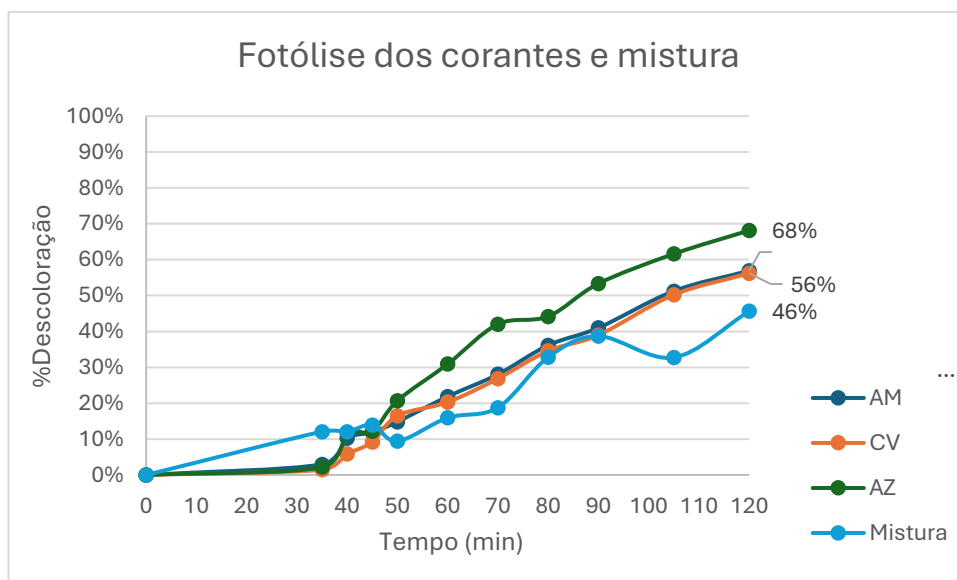


Figura 59: Fotólise dos corantes separadamente e em mistura na proporção 1/1/1.



Observa-se que as fotólises tiveram resultados condizentes com os observados em trabalhos anteriores. Os valores abaixo de 70% de descoloração informam que há degradação pela incidência de luz UV como esperado, entretanto, os corantes não são descoloridos completamente, sendo necessário o uso de fotocatalisadores.

Foram utilizados os fotocatalisadores sintetizados para a descoloração dos corantes, separadamente e numa solução mista, utilizando as mesmas condições reacionais para fim de comparação. Para o cálculo da descoloração, foi utilizado a equação 5 e para avaliar a atividade do catalisador, utilizou-se o modelo de Langmuir-Hinshelwood, característico de reações fotocatalíticas, como descrito na equação 6. Os resultados obtidos estão expostos na tabela 21, abaixo.

Equação 5: Cálculo da descoloração de corantes.

$$\%descoloração = \frac{C_o}{C} \times 100$$

Equação 6: Equação de Langmuir-Hinshelwood.

$$-\ln\left(\frac{C}{C_o}\right) = k_{apt}$$

Tabela 21: Resultados dos testes fotocatalíticos com corantes sob luz UV artificial.

Amostras	AM(%Desc/ K _a × 10 ³)	CV(%Desc/ K _{ap} × 10 ³)	AZ(%Desc/ K _{ap} × 10 ³)	Mistura(%Des c/K _{ap} × 10 ³)
Fe-Ti-1-1	81%/16,9	85%/18,2	99%/40,5	45%/3,1
Fe-Ti 1-2	80%/15,8	39%/4,5	77%/13,4	51%/6,2
Fe-Ti-2-1	32%/3,4	35%/3,9	60%/8,6	46%/5,1
Fe-Ti-C-1-1-1	27%/2,8	35%/3,8	49%/6,3	93%/19,3
Fe-Ti-C-1-2-1	69%/11,8	35%/3,6	52%/6,9	76%/9,1
Fe-Ti-C-2-1-1	47%/6,6	73%/12,1	81%/15,6	47%/15,6
Fe-Ti-C-1-1-2	45%/5,3	31%/3,2	40%/4,7	22%/5,7

Quando avaliamos a descoloração do Alaranjado de metila frente aos catalisadores sintetizados vemos a predominância de maiores atividades em catalisadores com relação mássica maior de dióxido de titânio, em especial, sem adição do resíduo de manga. O dióxido de titânio, visto trabalhos anteriores (Silva et al., 2023) se mostra mais eficiente na descoloração do alaranjado de metila, o que pode estar relacionado à maior energia de band gap do dióxido de titânio, o que mantém por mais tempo a lacuna e o elétron disponíveis para a reação com a molécula do alaranjado, em especial, o grupo azo, cromóforo

dessa espécie. A estabilidade associada a este grupo cromóforo cria uma dificuldade na entrada dos radicais hidroxila e superóxido, que agem como nucleófilos ao serem adicionados na estrutura (Vinu; Akki; Madras, 2010). Como não existem grupos eletrófilos evidentes na molécula, a exemplo de carbocátions, essa entrada é dificultada (Shan et al., 2020). A maior dificuldade na degradação desse corante também pode estar relacionada a interação superficial dificultado por conta da natureza aniônica da molécula que se repele com a superfície dos fotocatalisadores também carregados negativamente.

Na degradação do cristal de violeta vemos uma dificuldade maior em todas as amostras exceto a FeTi-1-1 e a FeTiC-2-1-1. Os resultados sugerem que, análogo ao que ocorreu com o alaranjado de metila, a estabilidade molecular do cristal de violeta, ressaltada pela deslocalização eletrônica ao longo dos anéis aromáticos que compõem a molécula, dificulta a entrada dos radicais para decompor os grupos cromóforos. (Sahoo; Gupta; Pal, 2005; Sissaoui; Budkina; Vauthey, 2023; Sugashini et al., 2022)

Nos sistemas testados com azul de metileno, vemos que mais amostras tem uma melhor eficiência, destacando-se FeTi-1-1, FeTi-1-2 e FeTiC-2-1-1. Apesar de também ter uma certa estabilidade estrutural, o azul de metileno tem um centro eletrófilo localizado no enxofre da estrutura. A centralidade da carga nesse grupo direciona o ataque nucleofílico dos radicais formados pelo catalisador, e consequentemente abrindo essa estrutura e a decompondo (Din et al., 2021).

Na mistura dos corantes, vemos que duas amostras, ambas com adição de biomassa, se destacam na descoloração. Nota-se, nos espectros de absorção completa da mistura (Figura 57), que a região correspondente a máxima absorvidade do alaranjado de metila é a menos pronunciada e que diminui em tempos mais curtos, revelando uma decomposição preferencial desse grupo molecular frente aos do azul de metileno e cristal de violeta. A melhor hipótese para esse comportamento se dá pelo efeito sinérgico entre os cátions, que são as moléculas base, dos corantes azul de metileno e cristal de violeta (Gupta; Pal; Sahoo, 2006).

5.4.2. Testes fotocatalíticos com medicamentos

As amostras foram testadas na fotocatalise de soluções de 20 mg L⁻¹ de padrões de medicamentos de classes diferentes: o propranolol, um

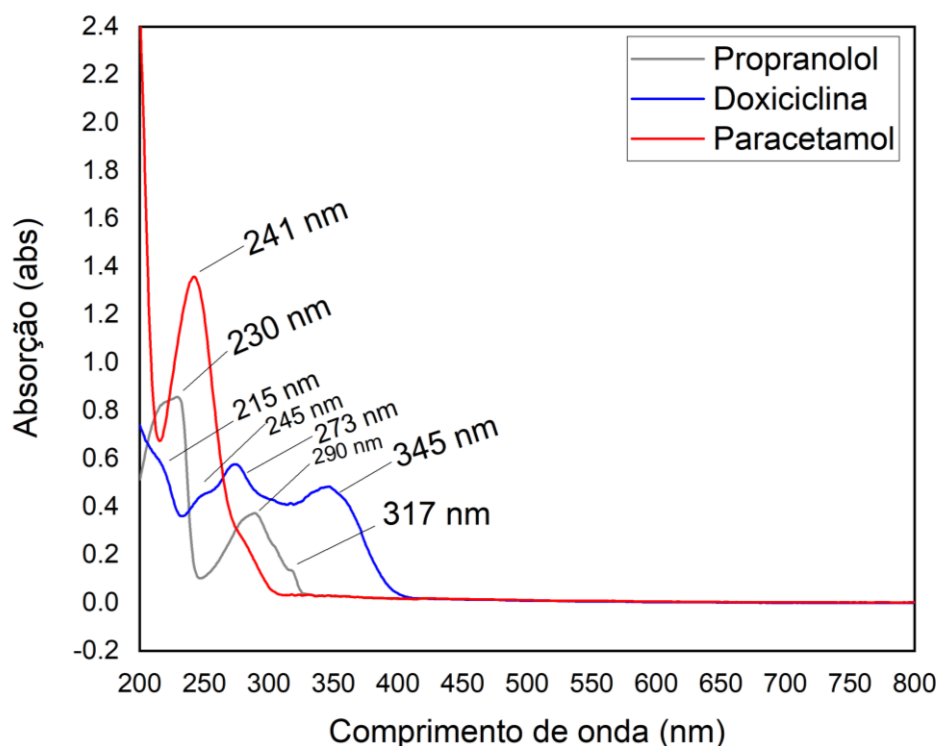
betabloqueador; a doxiciclina, um antibiótico e o paracetamol (acetoaminofenol), um antitérmico e analgésico. Os resultados da fotodegradação estão listados na tabela 22 e nas figuras 60, 61 e 62.

Tabela 22: Resultados dos testes fotocatalíticos utilizando medicamentos sob luz UV artificial.

Amotras	Propranolol		Doxiciclina		Paracetamol	
Fotólise	87%	k_{ap}	90%	k_{ap}	64%	k_{ap}
FeTi-1-1	93%	23,8	88%	24,3	89%	21,9
FeTi-1-2	84%	23,3	92%	25,7	79%	16,2
FeTi-2-1	78%	15,8	94%	25,8	75%	13,2
FeTiC-1-1-1	85%	19,9	83%	18,5	73%	12,9
FeTiC-1-2-1	93%	28,6	91%	24,0	68%	11,0
FeTiC-1-1-2	85%	18,8	88%	13,7	62%	9,4
FeTiC-2-1-1	91%	25,2	95%	25,9	78%	15,0

Uma consideração importante a ser feita é sobre os valores de degradação por fotólise do propranolol e da doxiciclina, considerados altos se comparados com os resultados obtidos com os corantes e com o paracetamol. Com relação ao propranolol, os grupos cromóforos com sinais mais proeminentes são o anel benzênico conjugado, que tem absorção máxima na região de 200 a 250 nm, e a conjugação do grupo éter com o grupo amina e os anéis benzênicos conjugados, com absorção máxima na região de 270 a 290 nm (PAVIA et al., 2011). Tais regiões são as mesmas de máxima emissão da lâmpada de vapor de mercúrio, no valor de 253,7 nm, o que justifica uma maior degradação somente com a fotólise. Uma interpretação semelhante pode ser feita para a doxiciclina, onde os grupos cromóforos advêm do anel benzênico conjugado com as hidroxilas e grupos carbonil, dadas os comprimentos de onda máximo entre 250 e 340 nm (figura 60).

Figura 60: Espectros de absorção UV-Vis dos medicamentos usados como moléculas modelo.



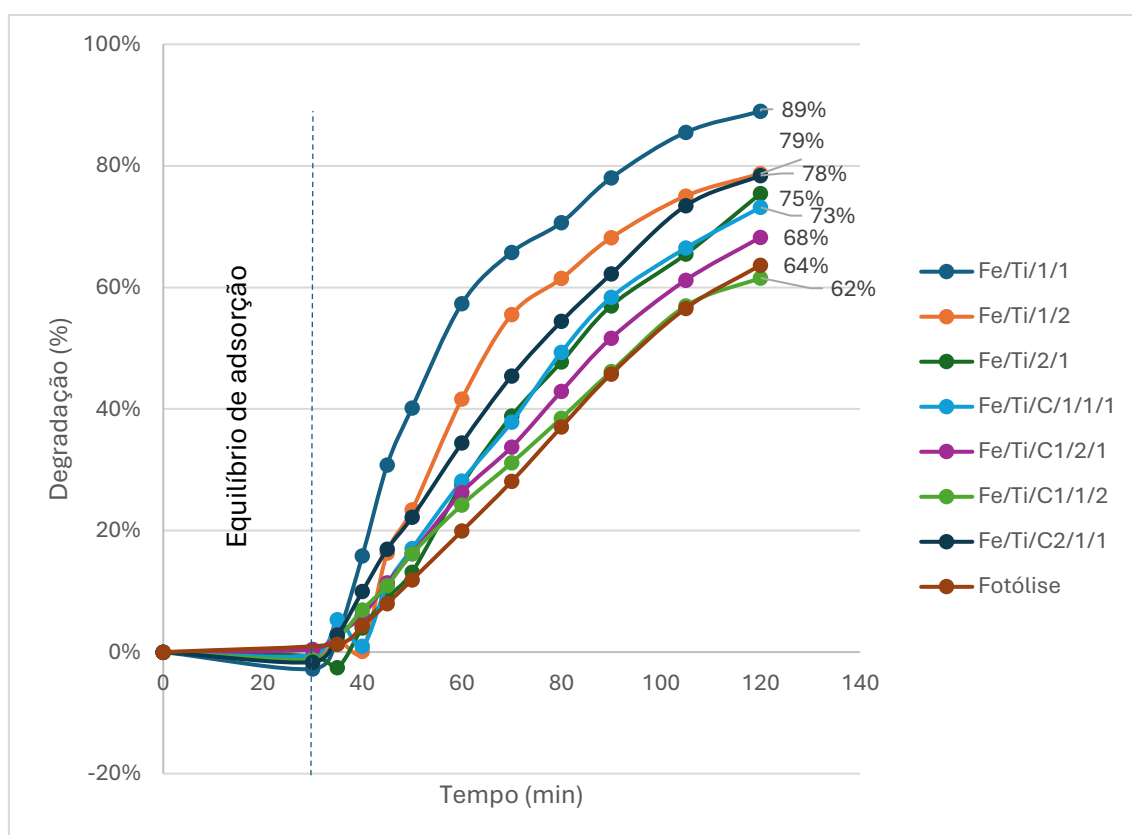
Já no caso do paracetamol, o grupo benzeno dissustituído tem absorção característica na região de 240 nm, que é combinação do anel benzênico mais os grupos amida e hidroxila. A região de absorção máxima é diferente da emissão da lâmpada, que resulta numa menor degradação fotolítica.

Ao analisarmos os resultados de fotocatalise, temos distinções de acordo com cada sistema. No sistema utilizando paracetamol (Figura 61), todas as amostras tiveram degradação acima da fotólise, exceto a FeTiC-1-2-1 e FeTiC-1-1-2, o que pode ser justificado pela conjunção de dois fatores: o efeito de sombreamento, sendo importante avaliar a diminuição da massa de catalisador como alternativa, e o efeito competitivo da absorção da radiação nas regiões máximas tanto da molécula modelo quanto dos fotocatalisadores, na região do UV, o que diminui a quantidade de radicais gerados. A desses radicais nos mostra que nesse sistema a energia absorvida pelos fotocatalisadores não foi suficiente para a geração de radicais oxigenados que degradariam a molécula do paracetamol (Alvarado-Rolon et al., 2021).

Com a adição do fotocatalisador, a absorção de radiação se dá preferencialmente pelo semicondutor para a geração das espécies oxigenadas reativas (ROS), especialmente radicais hidroxila ($\text{OH}\cdot$), e consequentemente,

aumentando a fotoxidação. A degradação do paracetamol se dá pela adição do radical hidroxila no anel benzênico via ataque eletrofílico, e a posterior retirada do grupo carboxil da amida. Posteriores reações ocorrem via reorganização molecular dos intermediários e oxidação dos mesmos até a mineralização (Brillas; Manuel Peralta-Hernández, 2023; Leyva et al., 2018). As demais amostras tiveram desempenho satisfatório, mas um menor valor de descoloração, o que pode estar associado a formação de poucos radicais hidroxila, como também vistos nos resultados com azul de metileno sob luz UV.

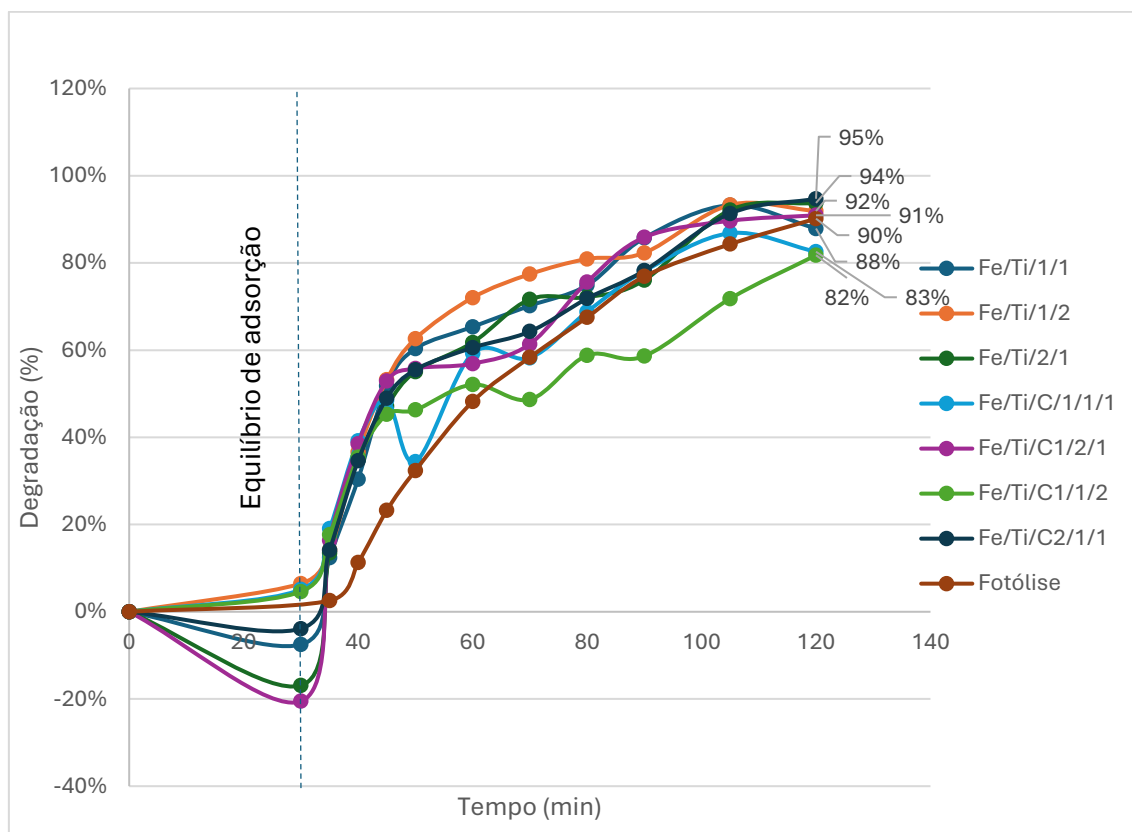
Figura 61: Degradação fotocatalítica do Paracetamol 20 mg L⁻¹.



No sistema contendo a solução de doxiciclina, vemos que as amostras FeTi-1-1, FeTiC-1-1-1 e FeTiC-1-1-2 não tiveram resultados acima da fotólise. O fato em comum que pode explicar esse resultado é a proporção entre óxidos de ferro e dióxido de titânio, que pode acarretar num efeito antagônico a esse sistema, no sentido de diminuir o rendimento quântico. Já os melhores resultados estão com as amostras com maiores proporções de ferro, o que pode ser explicado pelos efeitos de Fenton e Foto-Fenton gerados pela presença de maiores quantidades de óxidos de ferro proporcionalmente.

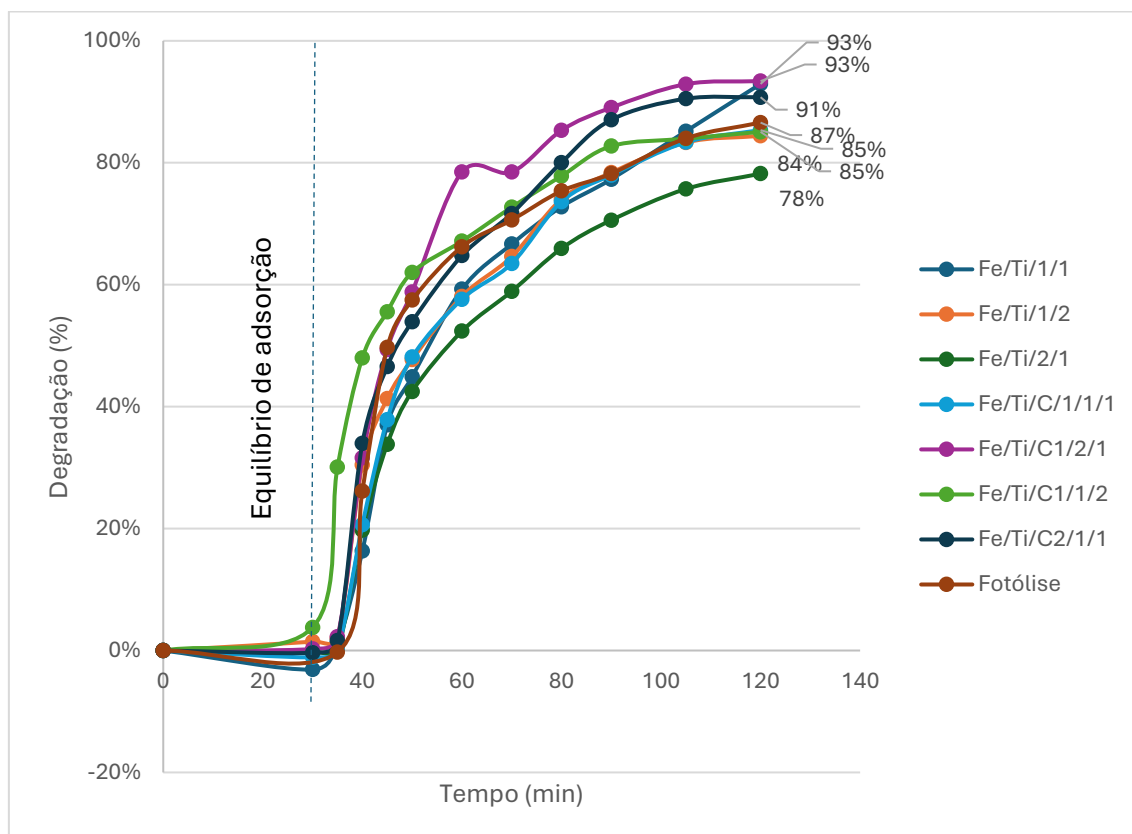
A degradação da molécula da Doxíciclina (Figura 62) pode ser explicada por três possibilidades: o ataque aos anéis aromáticos, inserindo grupos hidroxila; ataque ao grupo amida, por substituição nucleofílica e; ataque ao grupo N-dimetilamina. Tal resultado tem semelhança com os relatados por He e colaboradores para a tetraciclina, medicamento da mesma classe e família da doxíciclina (De Oliveira et al., 2020; He; Kai; Ding, 2021).

Figura 62: Degradação fotocatalítica do Doxíciclina 20 mg L⁻¹.



Já no sistema do Propranolol (Figura 62), os catalisadores FeTi-1-1, FeTiC-1-2-1 e FeTiC-2-1-1 foram os de melhor desempenho, consideravelmente acima da fotólise. Uma possível explicação para esse desempenho é uma maior absorção da radiação UV, aumentando a quantidade de radicais gerados, o que provavelmente não ocorre com outras amostras.

Figura 63: Degradação fotocatalítica do Propranolol 20 mg L⁻¹.



5.5. Fotocatálise sob luz solar natural

Os resultados obtidos com os testes fotocatalíticos utilizando luz solar natural estão dispostos na tabela 23.

Tabela 23: Resultados dos testes fotocatalíticos sob luz solar natural.

		AZ	CV	AM	Mistura
Fotólise	%Desc.	67%	19%	2%	72%
	k_{ob}	6,3	6,3	6,3	4,4
FeTi-1-1	%Desc.	67%	16%	5%	77%
	k_{ob}	10,5	2	2	5,3
FeTi-1-2	%Desc.	98%	0%	4%	25%
	k_{ob}	13,3	0,006	1	1,1
FeTi-2-1	%Desc.	87%	1%	7%	49%
	k_{ob}	7,2	0,001	2	2,4
FeTiC-1-1-1	%Desc.	88%	9%	13%	31%
	k_{ob}	7,1	4	5	1,2
FeTiC-1-2-1	%Desc.	91%	39%	24%	34%
	k_{ob}	8,2	8,2	8,2	8,2
FeTiC-1-1-2	%Desc.	77%	23%	27%	19%
	k_{ob}	5,1	5,1	5,1	5,1
FeTiC-2-1-1	%Desc.	95%	44%	24%	39%
	k_{ob}	10,5	2	1	1,6

Observa-se que os dois sistemas mais viáveis para utilização sob luz solar são o do azul de metileno e da mistura dos 3 corantes, obtendo-se resultados satisfatórios.

Observa-se que a amostra mais viável para utilização sob luz solar no azul de metileno é a FeTi-1-2, entretanto a amostra FeTi-2-1 também se obteve um resultado satisfatório, acima do valor encontrado na fotólise, além das amostras FeTiC, todas com resultados satisfatório, destacando-se a FeTiC-2-1-1. O melhor desempenho da amostra FeTi-1-2 se deve ao baixo band gap, o que possibilita uma maior absorção de radiação na região do visível, além da área superficial maior da amostra, que auxilia na disponibilização do substrato da solução para o ataque das espécies oxidantes. Outro fato importante é a estrutura de casca-núcleo da amostra, que preserva o dióxido de titânio no núcleo, ampliando o tempo de recombinação eletrônica no bulk da estrutura e deixa exposto o óxido de ferro para a resposta maior com a luz visível (Goto; Ogawa, 2015).

5.6. Teste De Inibição De Crescimento De Microorganismos

Os testes de desinfecção foram conduzidos avaliando a inibição de crescimento das bactérias *E. Coli* e *S. aureus* em ágar nutriente. As amostras

foram separadas em dois grupos de iguais condições, exceto que o primeiro grupo foi exposto a luz natural e o outro mantido no escuro. Nas amostras mantidas no escuro não se observou inibição do crescimento de ambas as bactérias, quando comparadas com os controles antibióticos. Já as amostras expostas a luz natural por 30 minutos, observou-se inibição seletiva para bactérias de *E. Coli*, Gram-negativas. Os resultados dos halos de inibição estão demonstrados nas figuras 64 e 65 e na tabela 24.

Figura 64: Teste de inibição de crescimento de bactérias *Gram* positiva (esquerda) e *Gram* negativa (direita) pelas amostras sem adição de resíduo.

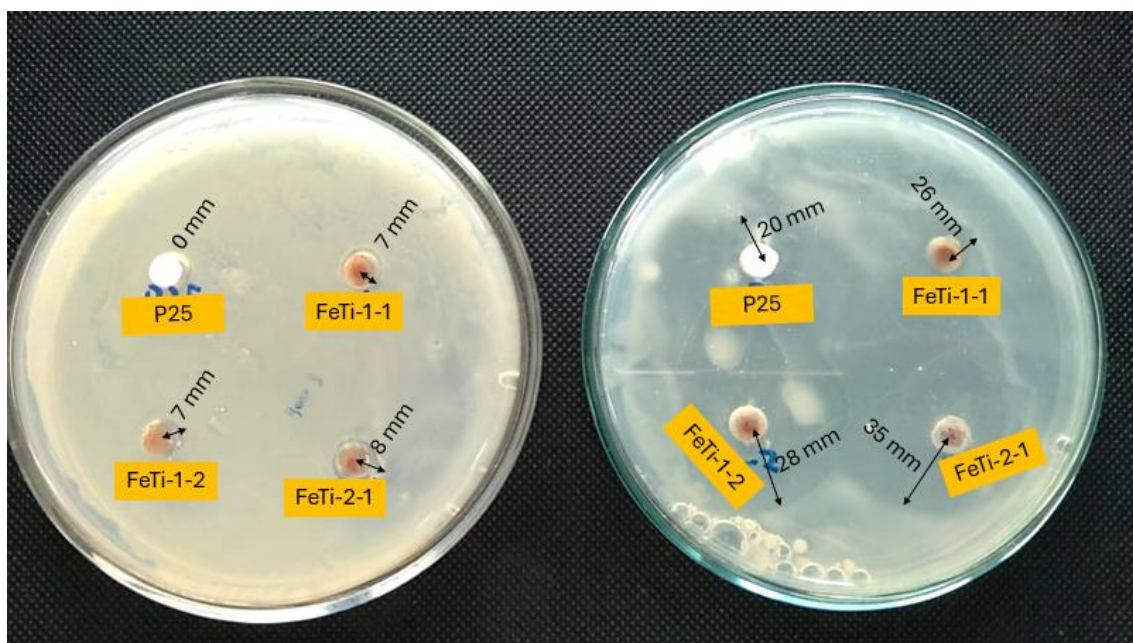


Figura 65: Teste de inibição de crescimento de bactérias *Gram* positiva (esquerda) e *Gram* negativa (direita) pelas amostras com adição de resíduo.

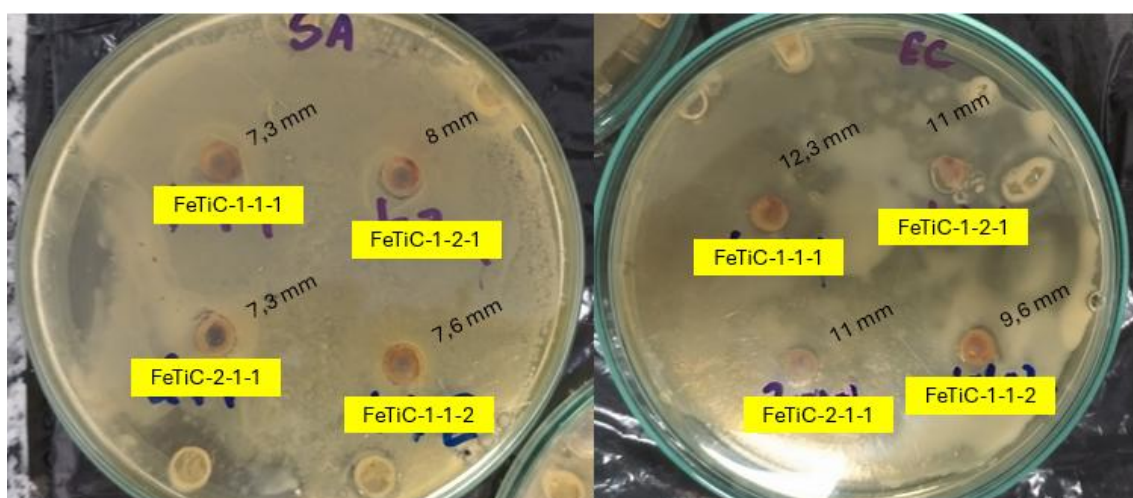


Tabela 24: Halos de inibição de crescimento de microorganismos expostos a luz natural utilizando os compósitos.

Amotras	S. Aureus	E.Coli
P25	0 mm	20 mm
FeTi-1-1	8 mm	26 mm
FeTi-1-2	7 mm	28 mm
FeTi-2-1	7 mm	35 mm
FeTiC-1-1-1	7,3 mm	12,3 mm
FeTiC-1-2-1	8 mm	11 mm
FeTiC-1-1-2	7,6 mm	11 mm
FeTiC-2-1-1	7,3 mm	9,6 mm

Os resultados não satisfatórios (sem atividade inibitória) para as amostras não expostas a luz reforçam como se dá o mecanismo de desinfecção utilizando fotocatalisadores, onde a mesma é caracterizada pela ação de espécies oxigenadas reativas (ROS), como descrito por Reddy e colaboradores (Laxma Reddy et al., 2017). Tais espécies são amplamente geradas pela absorção de radiação eletromagnética. Outras espécies, como a lacuna gerada (h^+) e o elétron excitado (e^-), além de íons metálicos, como o Ti^{4+} , Fe^{3+} e Fe^{2+} , podem participar da reação de abertura da membrana plasmática das bactérias, além do papel da morfologia da partícula (Mukhtar et al., 2021). As partículas do catalisador podem atuar bloqueando a síntese e regeneração da membrana plasmática devido à sua morfologia e tamanho de partículas pequeno. A presença de íons metálicos impede que o mecanismo de bomba de sódio e potássio possa ser feito, impedindo a troca de nutrientes entre a bactéria e o meio externo (Shkodenko; Kassirov; Koshel, 2020). Além disso, a geração de radicais oxigenados reativos como o superóxido, peróxido e hidroxila ($O_2^{\cdot-}$, OOH^{\cdot} e OH^{\cdot} , respectivamente) geram estresse oxidativo, forçando a abertura da membrana plasmática, destruindo a célula, além de atacar as moléculas de DNA (Shkodenko; Kassirov; Koshel, 2020). O resultado dos halos de inibição demonstra que a amostra com maior proporção de óxido de ferro foi mais eficiente na desinfecção. Isso está associado ao fato que óxidos de ferro como a hematita, encontrada nessa amostra como demonstrado pelas análises de XRD, podem vir a absorver luz, fazendo processos de foto-fenton heterogêneo,

gerando mais radicais oxigenados reativos, o que aumenta a eficiência da desinfecção (Peng et al., 2017; Ruales-Lonfat et al., 2015; Shkodenko; Kassirov; Koshel, 2020).

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considera-se que nesse trabalho foi possível sintetizar novos materiais baseados em óxido de ferro, dióxido de titânio além de resíduos de manga, tendo propriedades distintas dos seus materiais precursores através do método de combustão em solução. Tais materiais apresentaram características de compósitos nanoestruturados.

Pode-se notar que o perfil térmico dos precursores sem adição de resíduo apresentou diferenças significativas ao se modificar as proporções de P25 e nitrato de ferro adicionados, como observado nas perdas de massa e nos perfis de DTA apresentados. Tal diferença se reflete diretamente na estrutura cristalina demonstrada nos resultados do DRX, onde a mudança de proporção dos óxidos formados e já presentes se modificou, conforme adição de mais ou menos nitrato de ferro. Ao inserir o resíduo, as modificações térmicas ficam mais evidentes e se refletiram diretamente na estrutura cristalina, apresentando novas fases de óxido de ferro e dióxido de titânio, especialmente na amostra FeTiC-1-1-1, que apresentou a maior variedade de óxidos.

Quando se analisou os espectros de UV-Vis pôde-se notar que a adição do resíduo fez com que os valores das energias de band gap aumentassem, evidenciando a formação de novos compostos com propriedades distintas. O band gap maior pode levar a uma diminuição no tempo de recombinação eletrônica, melhorando as características do catalisador sintetizado em relação ao óxido de ferro puro, e com valores ainda abaixo de 3,0 eV, tendo absorção majoritária de radiação na região de comprimento de onda do visível, tendo eficiência maior que o dióxido de titânio puro. As demais propriedades espectrais analisadas também seguiram a tendência de modificação devido a mudança na proporção e adição de resíduo.

As propriedades texturais e morfológicas analisadas demonstraram como a entrada do resíduo teve impacto, aumentando a área superficial específica das amostras em relação a proporções semelhantes, mas sem adição da biomassa, bem como diminuiu o tamanho relativo das partículas e modificou o formato das mesmas, como demonstrado no MEV e MET.

As características magnéticas das partículas também evidenciam o papel da adição do resíduo como promotor de fases com respostas magnéticas a

aplicação de campo maiores, sendo uma característica positiva do compósito que pode ser facilmente retirado da fase aquosa e reutilizado em outros testes devido ao seu comportamento.

Ao analisarmos as atividades fotocatalíticas em diversas matrizes, observa-se que a amostra FeTi-1-1 é aquela que apresenta melhores resultados, incluindo corantes separadamente e medicamentos, sob luz UV artificial. Entretanto o resultado não é o mesmo ao se misturar os corantes nem ao aplicar iluminação solar natural, onde as amostras FeTi-1-2 e FeTiC-2-1-1 se destacam. Outra conclusão é que a adição do resíduo gerou compósitos mais eficientes sob luz solar do que aqueles onde não houve adição, devido a formação de fases com absorção mais eficiente da luz solar, aumentando seu rendimento quântico.

Os novos materiais também se mostraram eficientes na inibição de crescimento de colônias de bactérias, tanto Gram-positivas quanto Gram-negativas, sendo mais eficientes na inibição do segundo grupo. A utilização de luz solar é essencial para a ativação do material, o que proporciona a liberação de radicais livres que atacam a membrana plasmática dos microorganismos, danificando-os.

7. REFERÊNCIAS

ABDULLAH, Nurul Hidayah *et al.* Solid matrices for fabrication of magnetic iron oxide nanocomposites: Synthesis, properties, and application for the adsorption of heavy metal ions and dyes. **Composites Part B: Engineering**, v. 162, p. 538–568, abr. 2019.

AHMADI, Amir *et al.* Montmorillonite clay/starch/CoFe₂O₄ nanocomposite as a superior functional material for uptake of cationic dye molecules from water and wastewater. **Materials Chemistry and Physics**, v. 284, 15 maio 2022.

ALEGBELEYE, Oluwadara Oluwaseun; SANT'ANA, Anderson S. Manure-borne pathogens as an important source of water contamination: An update on the dynamics of pathogen survival/transport as well as practical risk mitigation strategies. **International Journal of Hygiene and Environmental Health**, v. 227, p. 113524, 1 jun. 2020.

ALSALKA, Yamen *et al.* Iron-based photocatalytic and photoelectrocatalytic nano-structures: Facts, perspectives, and expectations. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 244, p. 1065–1095, maio 2019.

ALVARADO-ROLON, O. *et al.* Kinetic modelling of paracetamol degradation by photocatalysis: Incorporating the competition for photons by the organic molecule and the photocatalyst. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 412, p. 113252, 1 maio 2021.

AN, Xiaoqiang *et al.* Oxygen vacancy mediated construction of anatase/brookite heterophase junctions for high-efficiency photocatalytic hydrogen evolution. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 5, n. 47, p. 24989–24994, 2017.

ANTUNES, Gabriella G. B. *et al.* **Fotodegradação catalítica de solução de cristal violeta em reator piloto descontinuo de escoamento pistonado.** [S.l.: S.n.].

ARAÚJO, Evando S. *et al.* A Review on the Use of Metal Oxide-Based Nanocomposites for the Remediation of Organics-Contaminated Water via Photocatalysis: Fundamentals, Bibliometric Study and Recent Advances. **Toxics**, v. 11, n. 8, p. 658, 1 ago. 2023.

ARSHAD, Aqsa *et al.* Graphene/Fe₃O₄ nanocomposite: Interplay between photo-Fenton type reaction, and carbon purity for the removal of methyl orange. **Ceramics International**, v. 44, n. August 2017, p. 1–0, 2017.

ASIF, Afifa *et al.* Therapeutic potentials of bioactive compounds from mango fruit wastes. **Trends in Food Science & Technology**, v. 53, p. 102–112, jul. 2016.

AYOUB, Samir S. **Paracetamol (acetaminophen): A familiar drug with an unexplained mechanism of action**. TemperatureRoutledge, , 2021.

BERA, Parthasarathi. Solution Combustion Synthesis as a Novel Route to Preparation of Catalysts. **International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis**, v. 28, n. 2, p. 77–109, 2019.

BERARDI, Serena *et al.* Hematite-based photoelectrochemical interfaces for solar fuel production. **Inorganica Chimica Acta**, v. 535, p. 120862, 24 maio 2022.

BERRADI, Mohamed *et al.* Textile finishing dyes and their impact on aquatic environs. **Heliyon**, v. 5, n. 11, p. e02711, 1 nov. 2019.

BEXFIELD, Laura M. *et al.* Hormones and Pharmaceuticals in Groundwater Used As a Source of Drinking Water Across the United States. **Environmental Science & Technology**, v. 53, n. 6, p. 2950–2960, 19 mar. 2019.

BHAVANI, P. *et al.* Manipulation Over Phase Transformation in Iron Oxide Nanoparticles via Calcination Temperature and Their Effect on Magnetic and Dielectric Properties. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 53, n. 9, p. 1–5, 1 set. 2017.

BHOI, Y. P. P.; MISHRA, B. G. G. Single step combustion synthesis, characterization and photocatalytic application of A-Fe₂O₃-Bi₂S₃ heterojunctions for efficient and selective reduction of structurally diverse nitroarenes. **Chemical Engineering Journal**, v. 316, n. January, p. 70–81, maio 2017.

BHOI, Yagna Prakash *et al.* Single step combustion synthesis of novel Fe₂TiO₅/α-Fe₂O₃/TiO₂ ternary photocatalyst with combined double type-II cascade charge migration processes and efficient photocatalytic activity. **Applied Surface Science**, v. 525, p. 146571, set. 2020.

BHOI, Yagna Prakash; MISHRA, Braja G. Synthesis, Characterization, and Photocatalytic Application of Type-II CdS/Bi₂W₂O₉Heterojunction Nanomaterials towards Aerobic Oxidation of Amines to Imines. **European Journal of Inorganic Chemistry**, v. 2018, n. 23, p. 2648–2658, 2018.

BICKLEY, R. I.; GONZALEZ-CARRENO, T.; PALMISANO, L. A study of the interaction between iron(III)oxide and titanium(IV)oxide at elevated temperatures. **Materials Chemistry and Physics**, v. 29, n. 1–4, p. 475–487, set. 1991.

BRANQUINHO, Luis Cesar. **Efeito da interação dipolar magnética na eficiência de aquecimento de nanopartículas: Implicações para magnetohipertermia**. Goiânia: UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS, 2014.

BRASIL. **Política Nacional de Resíduos Sólidos. Lei n. 12.305, de 2 de agosto de 2010. Câmara - Legislação** Brasília, Brasil, 2010.

BRAZ, Vânia Santos; MELCHIOR, Karine; MOREIRA, Cristiano Gallina. Escherichia coli as a Multifaceted Pathogenic and Versatile Bacterium. **Frontiers in Cellular and Infection Microbiology**, v. 10, 21 dez. 2020.

BRILLAS, Enric; MANUEL PERALTA-HERNÁNDEZ, Juan. Removal of paracetamol (acetaminophen) by photocatalysis and photoelectrocatalysis. A critical review. **Separation and Purification Technology**, v. 309, p. 122982, 15 mar. 2023.

BRUNTON, Laurence L. ...; KNOLLMANN, Björn C. ... **Goodman & Gilman's The pharmacological basis of therapeutics**. 14. ed. Nova Iorque: McGraw Hill, 2023.

BYRNE, Ciara; SUBRAMANIAN, Gokulakrishnan; PILLAI, Suresh C. Recent advances in photocatalysis for environmental applications. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 3, p. 3531–3555, ago. 2018a.

BYRNE, Ciara; SUBRAMANIAN, Gokulakrishnan; PILLAI, Suresh C. Recent advances in photocatalysis for environmental applications. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 3, p. 3531–3555, ago. 2018b.

CAMPOS, Rafael Alves *et al.* One-pot synthesis of heterostructures based on S-doped polymeric carbon nitride and carbon dots for enhancing photocatalytic H₂ production. **Molecular Catalysis**, v. 576, p. 114941, 1 abr. 2025.

CAREY, John H.; LAWRENCE, John; TOSINE, Helle M. Photodechlorination of PCB's in the presence of titanium dioxide in aqueous suspensions. **Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology**, v. 16, n. 6, p. 697–701, 31 dez. 1976.

CARLOS, Emanuel *et al.* Solution Combustion Synthesis: Towards a Sustainable Approach for Metal Oxides. **Chemistry – A European Journal**, v. 26, n. 42, p. 9099–9125, 27 jul. 2020.

CARVALHO, M. D. *et al.* Iron oxide nanoparticles: the Influence of synthesis method and size on composition and magnetic properties. **Journal of Solid State Chemistry**, v. 201, p. 144–152, maio 2013.

CARVALHO, M. S. S.; VIRGENS, C. F. F. Effect of alkaline treatment on the fruit peel of *Pachira aquatica* Aubl.: Physico-chemical evaluation and characterization. **Microchemical Journal**, v. 143, p. 410–415, dez. 2018.

CASTRO, João Daniel S.; DAS VIRGENS, Cesário F. Thermal decomposition of *Nephelium lappaceum* L. peel. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 3, 13 maio 2019.

ČELIĆ, Mira *et al.* Pharmaceuticals as chemical markers of wastewater contamination in the vulnerable area of the Ebro Delta (Spain). **Science of The Total Environment**, v. 652, p. 952–963, 20 fev. 2019.

CHANDEKAR, Kamlesh V. *et al.* A facile one-pot flash combustion synthesis of La@ZnO nanoparticles and their characterizations for optoelectronic and

photocatalysis applications. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 395, 15 maio 2020.

CHARUAUD, Lise *et al.* Veterinary pharmaceutical residues in water resources and tap water in an intensive husbandry area in France. **Science of The Total Environment**, v. 664, p. 605–615, 10 maio 2019.

CHERNOVIZ, Pedro Luiz Napoleão. .. **A grande farmacopéia brasileira : formulário e guia médico : um guia das plantas medicinais brasileiras**. 7. ed. [S.l.]: Editora Itatiaia, 1996.

CHIDIAC, Annabelle S. *et al.* **Paracetamol (acetaminophen) overdose and hepatotoxicity: mechanism, treatment, prevention measures, and estimates of burden of disease**. **Expert Opinion on Drug Metabolism and Toxicology** Taylor and Francis Ltd., , 2023.

COLMENARES, Juan Carlos; LUQUE, Rafael. Heterogeneous photocatalytic nanomaterials: prospects and challenges in selective transformations of biomass-derived compounds. **Chem. Soc. Rev.**, v. 43, n. 3, p. 765–778, 2014.

CONAMA. **Resolução n 357, 18 de março de 2005**. **Diário Oficial da União**, 2005.

CONAMA. **Resolução CONAMA 430/2011**. **Diário Oficial da União**, 2011.

CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. **The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses**. 2^a ed. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, 2003.

CORREIA, Marcos João. **ESTUDO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS ATRAVÉS DE SIMULAÇÕES COMPUTACIONAIS**. Florianópolis: UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA, 2015.

COSTA, Tadeu M. S. *et al.* Synthesis, characterization, and photocatalytic activity of Ag₃PO₄/SBA-15 in ciprofloxacin degradation under polychromatic irradiation. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 364, n. June, p. 461–471, set. 2018.

CUI, Qijia *et al.* Diversity and abundance of bacterial pathogens in urban rivers impacted by domestic sewage. **Environmental Pollution**, v. 249, p. 24–35, 1 jun. 2019.

DA GUARDA SOUZA, Marluce Oliveira *et al.* Production and in situ transformation of hematite into magnetite from the thermal decomposition of iron nitrate or goethite mixed with biomass. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 139, n. 3, p. 1731–1739, 5 fev. 2020.

DA GUARDA SOUZA, Marluce Oliveira; REBOUÇAS, Lorena Mota; DE CASTRO, Lucas Malone Ferreira. Characterization and thermal decomposition study of mango residue biomass (*Mangifera indica* L.). **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 139, n. 3, p. 1811–1816, 20 fev. 2020.

DA SILVA, Carine Pereira *et al.* Synthesis of composites and study of the thermal behavior of sugarcane bagasse/iron nitrate mixtures in different proportions. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 131, n. 1, p. 611–620, 14 jan. 2018.

DA SILVA LIMA, Fabiana *et al.* Photodegradation of dyes using electrospun polymeric membranes containing titanium oxide and iron. **Materials Chemistry and Physics**, v. 309, p. 128278, 1 nov. 2023.

DE CASTRO, Lucas Malone Ferreira. **Obtenção de novos materiais baseados em Óxidos de ferro e resíduo de manga pelo método da combustão para Fotocatálise Heterogênea Salvador-Bahia Obtenção de novos materiais baseados em Óxidos de ferro e resíduo de manga pelo método da combustão para Fotoc.** Dissertação—[S.l.]: UNEB, 2019.

DE CASTRO, Lucas Malone Ferreira; HUAMAN, Noemi Raquel Checca; DA GUARDA SOUZA, Marluce Oliveira. Solution Combustion Synthesis of New Composites Based on Iron Oxide and Mango Waste for Heterogeneous Photocatalysis with UV and Solar Radiation. **Waste and Biomass Valorization**, v. 15, n. 9, p. 5175–5190, 19 set. 2024.

DE OLIVEIRA, João Luis S. *et al.* Effect of medium pH on in vitro dissolution of marketed tetracyclines (Tetracycline and doxycycline) solid oral dosage forms in Bahia, Brazil. **Dissolution Technologies**, v. 27, n. 2, p. 32–40, 1 maio 2020.

DEGANELLO, Francesca. Nanomaterials for environmental and energy applications prepared by solution combustion based-methodologies: Role of the fuel. **Materials Today: Proceedings**, v. 4, n. 4, p. 5507–5516, 2017.

DEGANELLO, Francesca; TYAGI, Avesh Kumar. Solution combustion synthesis, energy and environment: Best parameters for better materials. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v. 64, n. 2, p. 23–61, 2018.

DEOTALE, Anjali Jain; NANDEDKAR, R. V. **Correlation between Particle Size, Strain and Band Gap of Iron Oxide Nanoparticles**Recent Advances In Nano Science And Technology. [S.l.: S.n.]. Disponível em: <www.sciencedirect.comwww.materialstoday.com/proceedings>.

DEWIL, Raf *et al.* New perspectives for Advanced Oxidation Processes. **Journal of Environmental Management**, v. 195, p. 93–99, jun. 2017.

DI BELLA, Stefano *et al.* The virulence toolkit of *Staphylococcus aureus*: a comprehensive review of toxin diversity, molecular mechanisms, and clinical implications. **European Journal of Clinical Microbiology & Infectious Diseases**, v. 44, n. 8, p. 1797–1816, 5 ago. 2025.

DIJK, Sas N. *et al.* Mitochondria as target to inhibit proliferation and induce apoptosis of cancer cells: the effects of doxycycline and gemcitabine. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 4363, 9 mar. 2020.

DIN, Muhammad Imran *et al.* **Fundamentals and photocatalysis of methylene blue dye using various nanocatalytic assemblies- a critical review**. **Journal of Cleaner Production**Elsevier Ltd, , 20 maio 2021.

DOMINGUEZ-MEIJIDE, Antonio *et al.* Doxycycline inhibits α -synuclein-associated pathologies in vitro and in vivo. 2021.

ELLEUCH, Lobna *et al.* A new insight into highly contaminated landfill leachate treatment using Kefir grains pre-treatment combined with Ag-doped TiO₂

photocatalytic process. **Journal of Hazardous Materials**, v. 382, n. September 2018, p. 121119, jan. 2020.

EMBRAPA. **Observatório da Manga**. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/en/observatorio-da-manga>>. Acesso em: 4 jan. 2025.

F. VITORETI, Ana Beatriz *et al.* Titanium dioxide application in solar cells. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 4, p. 1481–1510, 1 ago. 2017.

FATHI, H. *et al.* Effect of fuel type on the microstructure and magnetic properties of solution combusted Fe₃O₄ powders. **Ceramics International**, v. 43, n. 10, p. 7448–7453, jul. 2017.

FERREIRA DE CASTRO, Lucas Malone; DA GUARDA SOUZA, Marluce Oliveira. Effects of the addition of mango residue on solution combustion synthesis of iron oxides. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 147, n. 13, p. 7183–7191, 12 jul. 2022.

FERREIRA, Vânia *et al.* Occurrence of Fecal Bacteria and Zoonotic Pathogens in Different Water Bodies: Supporting Water Quality Management. **Water**, v. 14, n. 5, p. 780, 1 mar. 2022.

FIDALGO, Annita; LETICHEVSKY, Sonia; SANTOS, Brunno F. Assessment of TiO₂ band gap from structural parameters using artificial neural networks. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 405, p. 112870, 15 jan. 2021.

FIERASCU, Radu Claudiu *et al.* Phytosynthesis and radiation-assisted methods for obtaining metal nanoparticles. **Journal of Materials Science**, v. 55, n. 5, p. 1915–1932, 28 fev. 2020.

FREO, Ulderico *et al.* **Paracetamol: A review of guideline recommendations.** **Journal of Clinical Medicine** MDPI, , 1 ago. 2021.

FUJISHIMA, Akira; HONDA, Kenichi. Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. **Nature**, v. 238, n. 5358, p. 37–38, 1972.

G., Nagaraj *et al.* Tuning the optical band Gap of pure TiO₂ via photon induced method. **Optik**, v. 179, p. 889–894, 1 fev. 2019.

GAILLARD, Tiphaine; MADAMET, Marylin; PRADINES, Bruno. Tetracyclines in malaria. **Malaria Journal**, v. 14, n. 1, p. 445, 10 dez. 2015.

GANEVA, Iolanda-Veronica *et al.* Effective Removal of Crystal Violet Dye Using Neoteric Magnetic Nanostructures Based on Functionalized Poly(Benzofuran-co-Arylacetic Acid): Investigation of the Adsorption Behaviour and Reusability. **Nanomaterials**, v. 11, n. 3, p. 679, 9 mar. 2021.

GANGULY, Priyanka *et al.* Antimicrobial activity of photocatalysts: Fundamentals, mechanisms, kinetics and recent advances. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 225, n. October 2017, p. 51–75, jun. 2018.

GEURTSSEN, Jeroen *et al.* **Genomics and pathotypes of the many faces of Escherichia coli**. **FEMS Microbiology Reviews** Oxford University Press, , 1 nov. 2022.

GIANNAKIS, Stefanos *et al.* Iron oxide-mediated semiconductor photocatalysis vs. heterogeneous photo-Fenton treatment of viruses in wastewater. Impact of the oxide particle size. **Journal of Hazardous Materials**, v. 339, p. 223–231, 2017a.

GIANNAKIS, Stefanos *et al.* Iron oxide-mediated semiconductor photocatalysis vs. heterogeneous photo-Fenton treatment of viruses in wastewater. Impact of the oxide particle size. **Journal of Hazardous Materials**, v. 339, p. 223–231, 2017b.

GIORDANO, G. **Tratamento e controle de efluentes industriais** Depto de Engenharia Sanitária e do Meio Ambiente, [S.l.: S.n.].

GOMEZ-MARTIN, A. *et al.* Performance improvement in olive stone ' s combustion from a previous carbonization transformation. **Fuel**, v. 228, n. March, p. 254–262, 2018.

GOTO, Takehito; OGAWA, Makoto. Visible-Light-Responsive Photocatalytic Flow Reactor Composed of Titania Film Photosensitized by Metal Complex-Clay Hybrid. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 7, n. 23, p. 12631–12634, 17 jun. 2015.

GUPTA, A. K.; PAL, Anjali; SAHOO, C. Photocatalytic degradation of a mixture of Crystal Violet (Basic Violet 3) and Methyl Red dye in aqueous suspensions using Ag⁺ doped TiO₂. **Dyes and Pigments**, v. 69, n. 3, p. 224–232, 2006.

GUZMÁN-ESQUIVEL, José *et al.* The Impact of Doxycycline as an Adjunctive Therapy on Prostate-Specific Antigen, Quality of Life, and Cognitive Function in Metastatic Prostate Cancer Patients: A Phase II Randomized Controlled Trial. **Pharmaceutics**, v. 17, n. 4, 1 abr. 2025.

HADADIAN, S.; MASOUDPANAH, S. M.; ALAMOLHODA, S. Solution Combustion Synthesis of Fe₃O₄ Powders Using Mixture of CTAB and Citric Acid Fuels. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, v. 32, n. 2, p. 353–360, 12 fev. 2019.

HASHIMOTO, Kazuhito; IRIE, Hiroshi; FUJISHIMA, Akira. TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 44, n. 12, p. 8269–8285, 8 dez. 2005.

HE, Xinghou; KAI, Tianhan; DING, Ping. **Heterojunction photocatalysts for degradation of the tetracycline antibiotic: a review**. **Environmental Chemistry Letters** Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, , 1 dez. 2021.

HENRIQUE, Mariana Alves *et al.* Valorization of an agro-industrial waste, mango seed, by the extraction and characterization of its cellulose nanocrystals. **Journal of Environmental Management**, v. 121, p. 202–209, maio 2013.

HEWER, Thiago L. R. R. *et al.* One-pot green synthesis of cerium oxide-carbon microspheres and their catalytic ozonation activity. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 1, n. 20, p. 6169–6174, 2013.

HEZAM, Abdo *et al.* CeO₂ Nanostructures Enriched with Oxygen Vacancies for Photocatalytic CO₂ Reduction. **ACS Applied Nano Materials**, v. 3, n. 1, p. 138–148, 2020.

HOSSAIN, M. K. *et al.* Solution Combustion Synthesis of Complex Oxide Semiconductors. **International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis**, v. 27, n. 3, p. 129–140, 2018.

HUPA, Mikko; KARLSTRÖM, Oskar; VAINIO, Emil. Biomass combustion technology development - It is all about chemical details. **Proceedings of the Combustion Institute**, v. 36, n. 1, p. 113–134, 2017.

JAESCHKE, Hartmut; RAMACHANDRAN, Anup. Acetaminophen Hepatotoxicity: Paradigm for Understanding Mechanisms of Drug-Induced Liver Injury. **Annual Review of Pathology: Mechanisms of Disease**, v. 19, n. 1, p. 453–478, 24 jan. 2024.

JAGATHESAN, G.; RAJIV, P. Biosynthesis and characterization of iron oxide nanoparticles using Eichhornia crassipes leaf extract and assessing their antibacterial activity. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 13, n. December 2017, p. 90–94, jan. 2018.

JAHN, B. R. *et al.* Mid-infrared Spectroscopic Determination of Soil Nitrate Content. **Biosystems Engineering**, v. 94, n. 4, p. 505–515, ago. 2006.

JAIN, S. R.; ADIGA, K. C.; PAI VERNEKER, V. R. A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixtures. **Combustion and Flame**, v. 40, n. C, p. 71–79, jan. 1981.

JINEESH, P. *et al.* External influences of cactus type composite for hydrogen evolution reaction. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 903, p. 163813, 15 maio 2022.

JURADO, Anna; VÁZQUEZ-SUÑÉ, Enric; PUJADES, Estanislao. Urban Groundwater Contamination by Non-Steroidal Anti-Inflammatory Drugs. **Water**, v. 13, n. 5, p. 720, 6 mar. 2021.

KADIROVA, Zukhra C. *et al.* Fe₂O₃-loaded activated carbon fiber/polymer materials and their photocatalytic activity for methylene blue mineralization by combined heterogeneous-homogeneous photocatalytic processes. **Applied Surface Science**, v. 402, p. 444–455, 2017.

KANAKARAJU, Devagi; GLASS, Beverley D.; OELGEMÖLLER, Michael. Advanced oxidation process-mediated removal of pharmaceuticals from water: A review. **Journal of Environmental Management**, v. 219, p. 189–207, ago. 2018.

KAYABAŞI, Yaren. Methylene blue and its importance in medicine. **Demiroglu Science University Florence Nightingale Journal of Medicine**, v. 6, n. 3, p. 136–145, 22 dez. 2020.

KHAN, Idrees *et al.* Review on Methylene Blue: Its Properties, Uses, Toxicity and Photodegradation. **Water**, v. 14, n. 2, p. 242, 14 jan. 2022.

KISHOR, Roop *et al.* Ecotoxicological and health concerns of persistent coloring pollutants of textile industry wastewater and treatment approaches for environmental safety. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 2, p. 105012, 1 abr. 2021.

KOMARAIHAH, Durgam *et al.* Structural, optical and photoluminescence studies of sol-gel synthesized pure and iron doped TiO₂ photocatalysts. **Ceramics International**, v. 45, n. 18, p. 25060–25068, 15 dez. 2019.

KUMAR, Abhinandan *et al.* Phenolic compounds degradation: Insight into the role and evidence of oxygen vacancy defects engineering on nanomaterials. **Science of The Total Environment**, v. 800, p. 149410, 15 dez. 2021.

KUMAR, Sandeep *et al.* Point-of-Care Strategies for Detection of Waterborne Pathogens. **Sensors**, v. 19, n. 20, p. 4476, 16 out. 2019.

KUSUMLATA *et al.* Sustainable Solutions: Reviewing the Future of Textile Dye Contaminant Removal with Emerging Biological Treatments. **Limnological Review**, v. 24, n. 2, p. 126–149, 3 abr. 2024.

LAXMA REDDY, P. Venkata *et al.* **TiO₂-based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: A review.** **Environmental Research Academic Press Inc.**, , 2017.

LEYVA, Elisa *et al.* A Review on Chemical Advanced Oxidation Processes for Pharmaceuticals with Paracetamol as a Model Compound. Reaction Conditions, Intermediates and Total Mechanism. **Current Organic Chemistry**, v. 22, n. 1, p. 2–17, 20 fev. 2018.

LI, Yesheng *et al.* Enhanced photocatalytic performance of tungsten oxide through tuning exposed facets and introducing oxygen vacancies. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 708, p. 358–366, 2017.

LIBERATTI, Vanessa Rocha *et al.* Fotocatálise do azul de metileno na presença de óxido de bismuto sob irradiação de luz UV e solar. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 35, n. 1, p. 55, 2014.

LIMA, Geronimo L. *et al.* Single Step Synthesis of Magnetic Materials Derived from Biomass Residues. **Waste and Biomass Valorization**, v. 12, n. 2, p. 1039–1050, 18 fev. 2021.

MADUBUONU, Ngozi *et al.* Biosynthesis of iron oxide nanoparticles via a composite of Psidium guajava-Moringa oleifera and their antibacterial and photocatalytic study. **Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology**, v. 199, n. July, p. 111601, out. 2019.

MALLICK, D. *et al.* Si/SiC ceramics from wood of Indian dicotyledonous mango tree. **Ceramics International**, v. 33, n. 7, p. 1217–1222, set. 2007.

MARCELINO, Rafela Brito Portela; *et al.* TENDÊNCIAS E DESAFIOS NA APLICAÇÃO DE EFLUENTES INDUSTRIAIS NÃO PARA O TRATAMENTO DE TECNOLOGIAS AVANÇADAS BIODEGRADÁVEIS: atuação do grupo de pesquisas POA Control da UFMG. **Revista UFMG, Belo Horizonte**, v. 20, n. 2, p. 358–383, 2013.

MAZIVILA, Sarmento J. *et al.* A review on advanced oxidation processes: From classical to new perspectives coupled to two- and multi-way calibration

strategies to monitor degradation of contaminants in environmental samples. **Trends in Environmental Analytical Chemistry**, v. 24, p. e00072, 1 out. 2019.

MCGILL, Mitchell R.; HINSON, Jack A. **The development and hepatotoxicity of acetaminophen: reviewing over a century of progress. Drug Metabolism Reviews** Taylor and Francis Ltd., , 1 out. 2020.

MENG, Yu *et al.* When Density Functional Approximations Meet Iron Oxides. **Journal of Chemical Theory and Computation**, v. 12, n. 10, p. 5132–5144, 11 out. 2016.

METHNENI, Nosra *et al.* Persistent organic and inorganic pollutants in the effluents from the textile dyeing industries: Ecotoxicology appraisal via a battery of biotests. **Environmental Research**, v. 196, p. 110956, 1 maio 2021.

MICHAEL, Tran; KONCAGUL, Engin; CONNOR, Richard. **Água e Emprego: Fatos e números Relatório Mundial das Nações Unidas sobre Desenvolvimento de Recursos Hídricos 2016**. Brasília: [S.n.].

MIKLOS, David B. *et al.* Evaluation of advanced oxidation processes for water and wastewater treatment – A critical review. **Water Research**, v. 139, p. 118–131, ago. 2018.

MILAM-GUERRERO, JoAnna *et al.* Canting of the Magnetic Moments on the Octahedral Site of an Iron Oxide Garnet in Response to Diamagnetic Cation Substitution. **Inorganic Chemistry**, v. 60, n. 9, p. 6249–6254, 3 maio 2021.

MOHAMMADIKISH, Maryam. Hydrothermal synthesis, characterization and optical properties of ellipsoid shape α -Fe₂O₃ nanocrystals. **Ceramics International**, v. 40, n. 1 PART B, p. 1351–1358, 2014.

MOURA, Flávia C. C.; RIOS, Regiane D. F.; GALVÃO, Breno R. L. Emerging contaminants removal by granular activated carbon obtained from residual Macauba biomass. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 25, n. 26, p. 26482–26492, 2018.

MT MADIGAN *et al.* **Brock Biology of Microorganisms**. 16. ed. Nova Iorque: Pearson, 2021.

MUKASYAN, Alexander S.; EPSTEIN, Paul; DINKA, Peter. Solution combustion synthesis of nanomaterials. **Proceedings of the Combustion Institute**, v. 31 II, p. 1789–1795, 2007.

MUKHTAR, Faisal *et al.* Dual S-scheme heterojunction ZnO–V₂O₅–WO₃ nanocomposite with enhanced photocatalytic and antimicrobial activity. **Materials Chemistry and Physics**, v. 263, p. 124372, 15 abr. 2021.

MUNUSAMY, Kuppusamy; SOMANI, Rajesh S.; BAJAJ, Hari C. Breakthrough adsorption studies of mixed gases on mango (*Mangifera indica* L.) seed shell derived activated carbon extrudes. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 3, n. 4, p. 2750–2759, 2015.

MURRAY, Patrick R. .. **Medical Microbiology**. 9. ed. Filadélfia: Elsevier, 2020.

NASCIMENTO, Sidnei Souza *et al.* SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE COMPOSTOS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO E SEMENTE DE MANGA PARA FOTOCATÁLISE / SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIOXIDE AND MANGO SEED COMPOSITES FOR HETEROGENOUS PHOTOCATALYSIS. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 12, p. 99210–99222, 2020.

NASIRIAN, Mohsen; BUSTILLO-LECOMPTE, Ciro Fernando; MEHRVAR, Mehrab. Photocatalytic efficiency of Fe₂O₃/TiO₂ for the degradation of typical dyes in textile industries: Effects of calcination temperature and UV-assisted thermal synthesis. **Journal of Environmental Management**, v. 196, p. 487–498, 2017.

NATIONS, United; NATIONS, United. **Água E Mudança Climática: Fatos e Dados**. [S.l.: S.n.].

NICA, Ionela Cristina *et al.* Interaction of new-developed tio₂-based photocatalytic nanoparticles with pathogenic microorganisms and human dermal and pulmonary fibroblasts. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 18, n. 2, 1 fev. 2017.

NOTÍCIAS ABRAFRUTAS. **Brasil bate recorde de receita e exportação com manga produzida no Nordeste**. Disponível em: <<https://abrafrutas.org/2024/03/brasil-bate-recorde-de-receita-e-exportacao-com-manga-produzida-no-nordeste/#:~:text=Brasil%20bate%20recorde%20de%20receita%20e%20exporta%C3%A7%C3%A3o%20com%20manga%20produzida%20no%20Nordeste,-Not%C3%ADcias%20Abrafrutas&text=Em%202023%2C%20a%20manga%20brasileira,em%20rela%C3%A7%C3%A3o%20ao%20ano%20anterior.>>. Acesso em: 4 jan. 2025.

NOVITSKAYA, Ekaterina *et al.* A review of solution combustion synthesis: an analysis of parameters controlling powder characteristics. **International Materials Reviews**, v. 66, n. 3, p. 188–214, 3 abr. 2021.

OHTANI, Bunsho *et al.* Solar photocatalysis: A green technology for E. coli contaminated water disinfection. Effect of concentration and different types of suspended catalyst. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, v. 276, p. 31–40, fev. 2014.

OLIVEIRA, Luiz C. A. *et al.* Activated carbon/iron oxide magnetic composites for the adsorption of contaminants in water. **Carbon**, v. 40, n. 12, p. 2177–2183, 2002.

OLIVEIRA, Luiz C. A.; FABRIS, José D.; PEREIRA, Márcio C. Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: uma revisão. **Química Nova**, v. 36, n. 1, p. 123–130, 2013.

PADAYATCHEE, Samantha *et al.* Solution Combustion Synthesis for Various Applications: A Review of the Mixed-Fuel Approach. **Fluids**, v. 10, n. 4, p. 82, 25 mar. 2025.

PANG, Yean Ling *et al.* Research progress on iron oxide-based magnetic materials: Synthesis techniques and photocatalytic applications. **Ceramics International**, v. 42, n. 1, p. 9–34, 2016a.

PANG, Yean Ling *et al.* Synthesis, characteristics and sonocatalytic activities of calcined γ -Fe₂O₃ and TiO₂ nanotubes/ γ -Fe₂O₃ magnetic catalysts in the

degradation of Orange G. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 29, p. 317–327, 2016b.

PANIAGUA, Cleiseano *et al.* Matrix Effects on the Degradation of Gemfibrozil, Hydrochlorothiazide, and Naproxen by Heterogeneous Photocatalysis. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 31, n. 6, p. 1161–1169, 2020a.

PANIAGUA, Cleiseano *et al.* Matrix Effects on the Degradation of Gemfibrozil, Hydrochlorothiazide, and Naproxen by Heterogeneous Photocatalysis. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 31, n. 6, p. 1161–1169, 2020b.

PATEL, Manvendra *et al.* Pharmaceuticals of Emerging Concern in Aquatic Systems: Chemistry, Occurrence, Effects, and Removal Methods. **Chemical Reviews**, v. 119, n. 6, p. 3510–3673, 27 mar. 2019.

PAVIA, DONALD L. *et al.* **Introdução a espectroscopia**. 4. ed. Bellingham: Cengage Learning, 2011. v. Único

PENG, Xingxing *et al.* Bacterial disinfection in a sunlight/visible-light-driven photocatalytic reactor by recyclable natural magnetic sphalerite. **Chemosphere**, v. 166, p. 521–527, 1 jan. 2017.

PEREIRA, Antonio G. B. *et al.* Recent advances on composite hydrogels designed for the remediation of dye-contaminated water and wastewater: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 284, p. 124703, 15 fev. 2021.

PEYRIERE, Hélène *et al.* Doxycycline in the management of sexually transmitted infections. **Journal of Antimicrobial Chemotherapy**, v. 73, n. 3, p. 553–563, 22 nov. 2017.

PHONG, P. T. *et al.* Iron Oxide Nanoparticles: Tunable Size Synthesis and Analysis in Terms of the Core–Shell Structure and Mixed Coercive Model. **Journal of Electronic Materials**, v. 46, n. 4, p. 2533–2539, 8 abr. 2017.

PIACENTINI, Marcello *et al.* Doxycycline: An option in the treatment of ulcerated oral lesions? **Journal of Clinical Pharmacy and Therapeutics**, v. 44, n. 6, p. 838–843, 10 dez. 2019.

Propranolol hydrochloride. . [S.l.: S.n.]. Disponível em:
<http://www.cctoxconsulting.a.se/23_propranolol.pdf>.

PULIKKATHUMBAYIL, Muhammed Junais; GOVINDARAJ, G. Unusual combination of conduction and dielectric relaxations in nanocrystalline α -Fe₂O₃. **Materials Letters**, v. 264, p. 127314, abr. 2020.

PUTRI, Khoiria Nur Atika; KEEREERAK, Adisak; CHINPA, Watchanida. Novel cellulose-based biosorbent from lemongrass leaf combined with cellulose acetate for adsorption of crystal violet. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 156, p. 762–772, 1 ago. 2020.

RAFIQ, Asma *et al.* Photocatalytic degradation of dyes using semiconductor photocatalysts to clean industrial water pollution. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 97, p. 111–128, 25 maio 2021.

REN, Lin *et al.* Recent Advances in Propranolol Hydrochloride Formulations for the Treatment of Infantile Hemangiomas. **Drug Design, Development and Therapy**, v. Volume 19, p. 1163–1183, fev. 2025.

REN, Yan-yu *et al.* Bio-synthesis of silver nanoparticles with antibacterial activity. **Materials Chemistry and Physics**, v. 235, n. June, p. 121746, set. 2019.

RICHARDSON, Susan D.; KIMURA, Susana Y. Water Analysis: Emerging Contaminants and Current Issues. **Analytical Chemistry**, v. 92, n. 1, p. 473–505, 7 jan. 2020.

RICHIARDI, Lisa *et al.* Are Indicator Microorganisms Predictive of Pathogens in Water? **Water**, v. 15, n. 16, p. 2964, 17 ago. 2023.

RODRÍGUEZ, Eva M. *et al.* Photocatalytic degradation of organics in water in the presence of iron oxides: Effects of pH and light source. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 102, n. 3–4, p. 572–583, 2011.

RUALES-LONFAT, C. *et al.* Iron oxides semiconductors are efficient for solar water disinfection: A comparison with photo-Fenton processes at neutral pH. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 166–167, p. 497–508, 1 maio 2015.

SAHOO, C.; GUPTA, A. K.; PAL, Anjali. Photocatalytic degradation of Crystal Violet (C.I. Basic Violet 3) on silver ion doped TiO₂. **Dyes and Pigments**, v. 66, n. 3, p. 189–196, set. 2005.

SALEEM, Shahroz *et al.* Analysis and characterization of opto-electronic properties of iron oxide (Fe₂O₃) with transition metals (Co, Ni) for the use in the photodetector application. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 25, p. 6150–6166, 1 jul. 2023.

SARKAR, Tamal *et al.* Hydrophilic , fluorescent and superparamagnetic iron oxide-carbon composite nanoparticles. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 514, n. November 2016, p. 218–225, 2017.

SAUTHIER, Maria Celeste da Silva *et al.* Screening of *Mangifera indica* L. functional content using PCA and neural networks (ANN). **Food Chemistry**, n. December 2017, p. 0–1, 2018.

SHAN, Rui *et al.* Photocatalytic degradation of methyl orange by Ag/TiO₂/biochar composite catalysts in aqueous solutions. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 114, p. 105088, 1 ago. 2020.

SHEKOOHIYAN, Sakine *et al.* A novel CuO/Fe₂O₃/ZnO composite for visible-light assisted photocatalytic oxidation of Bisphenol A: Kinetics, degradation pathways, and toxicity elimination. **Separation and Purification Technology**, v. 242, p. 116821, jul. 2020.

SHKODENKO, Liubov; KASSIROV, Ilia; KOSHEL, Elena. **Metal oxide nanoparticles against bacterial biofilms: Perspectives and limitations. Microorganisms** MDPI AG, , 1 out. 2020.

SILVA, Fernanda Sales *et al.* Study of the thermal decomposition of mixtures sugarcane bagasse/titanium dioxide. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 148, n. 1, p. 37–47, 12 jan. 2023.

SIMMONS, Jason D.; HAWN, Thomas R. Remodeling the matrix: doxycycline modulates tuberculosis immunopathology. **Journal of Clinical Investigation**, v. 131, n. 15, 2 ago. 2021.

SINAR MASHURI, Salma Izati *et al.* Photocatalysis for Organic Wastewater Treatment: From the Basis to Current Challenges for Society. **Catalysts**, v. 10, n. 11, p. 1260, 30 out. 2020.

SISSAOUI, Jihad; BUDKINA, Darya S.; VAUTHEY, Eric. Torsional Disorder, Symmetry Breaking, and the Crystal Violet Shoulder Controversy. **Journal of Physical Chemistry Letters**, v. 14, n. 24, p. 5602–5606, 22 jun. 2023.

SOLTYŚ-MRÓZ, Monika *et al.* Band gap engineering of nanotubular Fe₂O₃-TiO₂ photoanodes by wet impregnation. **Applied Surface Science**, v. 517, p. 146195, 1 jul. 2020.

SPECCHIA, S. *et al.* Solution combustion synthesis for preparation of structured catalysts: A mini-review on process intensification for energy applications and pollution control. **International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis**, v. 26, n. 3, p. 166–186, 2017.

SRIKANTH, B. *et al.* Recent advancements in supporting materials for immobilised photocatalytic applications in waste water treatment. **Journal of Environmental Management**, v. 200, p. 60–78, set. 2017.

SU, Chunming. Environmental implications and applications of engineered nanoscale magnetite and its hybrid nanocomposites: A review of recent literature. **Journal of Hazardous Materials**, v. 322, p. 48–84, 2017.

SUBASH, B. *et al.* Highly Efficient, Solar Active, and Reusable Photocatalyst: Zr-Loaded Ag – ZnO for Reactive Red 120 Dye Degradation with Synergistic Effect and Dye-Sensitized Mechanism. **Langmuir**, v. 29, p. 939–949, 2013.

SUGASHINI, S. *et al.* Nanochitosan/carboxymethyl cellulose/TiO₂ biocomposite for visible-light-induced photocatalytic degradation of crystal violet dye. **Environmental Research**, v. 204, 1 mar. 2022.

SUTTIPONPARNIT, Komkrit *et al.* Role of Surface Area, Primary Particle Size, and Crystal Phase on Titanium Dioxide Nanoparticle Dispersion Properties. **Nanoscale Research Letters**, v. 6, n. 1, p. 27, 3 set. 2010.

SWOBODA, Jonathan G. *et al.* Wall Teichoic Acid Function, Biosynthesis, and Inhibition. **ChemBioChem**, v. 11, n. 1, p. 35–45, 4 jan. 2010.

TONIOLO, Juliano *et al.* Synthesis by the solution combustion process and magnetic properties of iron oxide (Fe₃O₄ and α -Fe₂O₃) particles. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 13, p. 4785–4791, 18 jun. 2007.

TOUAITIA, Rahima *et al.* Staphylococcus aureus: A Review of the Pathogenesis and Virulence Mechanisms. **Antibiotics**, v. 14, n. 5, p. 470, 6 maio 2025.

TRUPPI, Alessandra *et al.* Visible-Light-Active TiO₂-Based Hybrid Nanocatalysts for Environmental Applications. **Catalysts**, v. 7, n. 12, p. 100, 25 mar. 2017.

TSANG, Chi Him A. *et al.* Titanium oxide based photocatalytic materials development and their role of in the air pollutants degradation: Overview and forecast. **Environment International**, v. 125, n. December 2018, p. 200–228, abr. 2019.

UNESCO; UN-WATER. **United Nations World Water Development Report 2020: Water and Climate Change** United Nations World Water Development Report 2020: Water and Climate Change. Paris: [S.n.].

VASANTHARAJ, Seerangaraj *et al.* Biosynthesis of iron oxide nanoparticles using leaf extract of Ruellia tuberosa: Antimicrobial properties and their applications in photocatalytic degradation. **Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology**, v. 192, n. December 2018, p. 74–82, mar. 2019.

VINAYAGAM, M. *et al.* Photocatalytic degradation of orange G dye using ZnO/biomass activated carbon nanocomposite. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 3, p. 3726–3734, jun. 2018.

VINU, R.; AKKI, Spurti U.; MADRAS, Giridhar. Investigation of dye functional group on the photocatalytic degradation of dyes by nano-TiO₂. **Journal of Hazardous Materials**, v. 176, n. 1–3, p. 765–773, 15 abr. 2010.

WANG, Jin *et al.* Recent advances in metal halide perovskite photocatalysts: Properties, synthesis and applications. **Journal of Energy Chemistry**, v. 54, p. 770–785, 1 mar. 2021.

WANG, Yajun *et al.* Visible light driven type II heterostructures and their enhanced photocatalysis properties: a review. **Nanoscale**, v. 5, n. 18, p. 8326, 2013.

WILKINSON, John L. *et al.* Pharmaceutical pollution of the world's rivers. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 119, n. 8, 22 fev. 2022.

WODKA, Dawid *et al.* Photocatalytic activity of titanium dioxide modified by Fe₂O₃ nanoparticles. **Applied Surface Science**, v. 319, n. 1, p. 173–180, nov. 2014.

WU, Lijuan *et al.* Study on the adsorption properties of methyl orange by natural one-dimensional nano-mineral materials with different structures. **Scientific Reports**, v. 11, n. 1, p. 10640, 20 maio 2021.

XUE, Huijing; THAIVALAPPIL, Abhirami; CAO, Kan. **The potentials of methylene blue as an anti-aging drug**. **CellsMDPI**, , 1 dez. 2021.

YANG, Lu *et al.* Photocatalyst efficiencies in concrete technology: The effect of photocatalyst placement. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 222, n. October 2017, p. 200–208, 2018.

YINGKAMHAENG, Naiyasit; SUKYAI, Prakit. The potential of mango peel utilization for cellulose extraction by hydrothermal pretreatment. *In*: 2014.

YOUSIF, Nwar *et al.* A review of Structure, Properties, and Chemical Synthesis of Magnetite Nanoparticles. **Journal of Applied Sciences and Nanotechnology**, v. 3, n. 2, p. 18–31, 1 jun. 2023.

ZHANG, Jinjun *et al.* Fabrication of carbon quantum dots/TiO₂/Fe₂O₃ composites and enhancement of photocatalytic activity under visible light. **Chemical Physics Letters**, v. 730, n. May, p. 391–398, 2019.

ZHAO, Cen *et al.* UV and visible light activated TiO₂ photocatalysis of 6-hydroxymethyl uracil, a model compound for the potent cyanotoxin cylindrospermopsin. **Catalysis Today**, v. 224, p. 70–76, abr. 2014.

ŽIVOTSKÝ, Ondřej *et al.* Magnetically Modified TiO₂ Powders – Microstructure and Magnetic Properties. **Physics Procedia**, v. 75, p. 1450–1457, 2015.

APÊNDICES

Lista de apêndices

Figura Apêndice 1: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-1-1.	113
Figura Apêndice 2: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-1-1.	113
Figura Apêndice 3: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-1-2.	114
Figura Apêndice 4: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-1-2.	114
Figura Apêndice 5: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-2-1.	115
Figura Apêndice 6: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-2-1.	115
Figura Apêndice 7: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-1-1.	116
Figura Apêndice 8: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-1-1.	116
Figura Apêndice 9: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-2-1.	117
Figura Apêndice 10: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-2-1.	117
Figura Apêndice 11: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-1-2.	118
Figura Apêndice 12: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-1-2.	118
Figura Apêndice 13: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-2-1-1.	119
Figura Apêndice 14: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-2-1-1.	119
Figura Apêndice 15: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-1-1.	120
Figura Apêndice 16: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-1-2.	120
Figura Apêndice 17: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-2-1.	121
Figura Apêndice 18: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-1-1.	121
Figura Apêndice 19: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-2-1.	122
Figura Apêndice 20: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-1-2.	122
Figura Apêndice 21: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-2-1-1.	123
Figura Apêndice 22: Alíquotas de fotocatalise do corante AZ com a amostra FeTi-1-1.	124
Figura Apêndice 23: Alíquotas de fotocatalise do corante CV com a amostra FeTi-1-1.	124
Figura Apêndice 24: Sistema fotocatalítico sob luz solar.	124

Apêndice A: Curvas de TG/DTA e TG/DTG dos precursores das amostras.

Figura Apêndice 1: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-1-1.

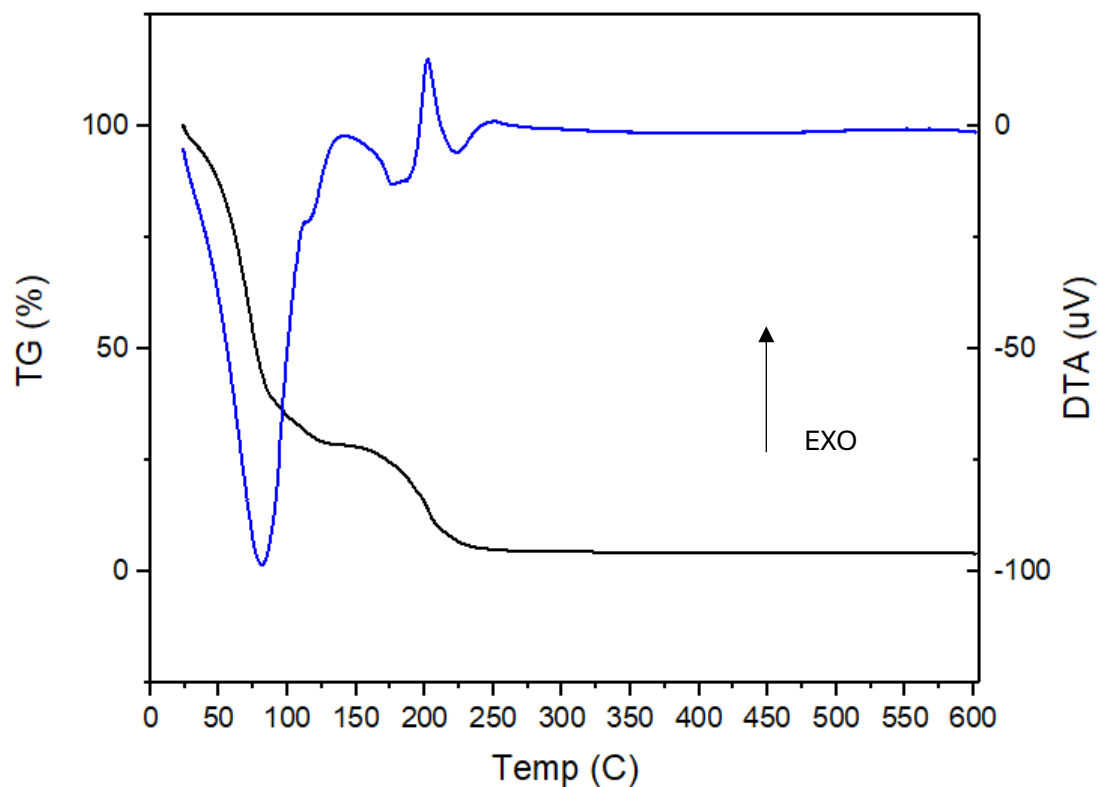


Figura Apêndice 2: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-1-1.

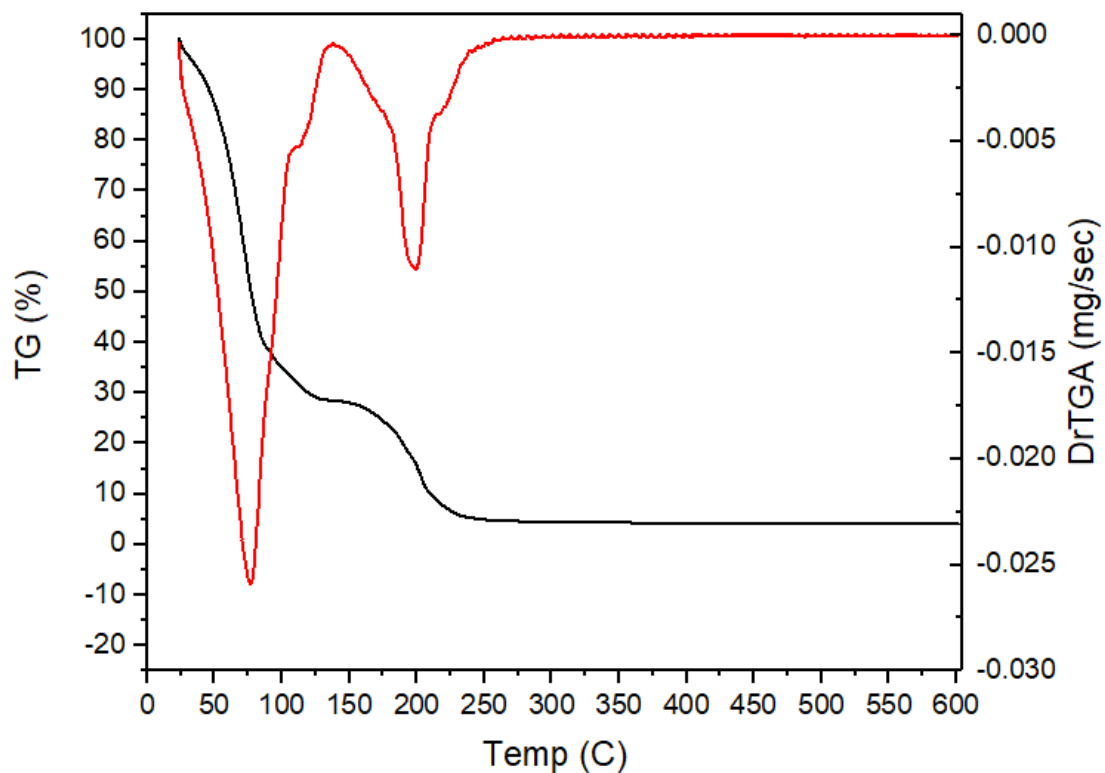


Figura Apêndice 3: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-1-2.

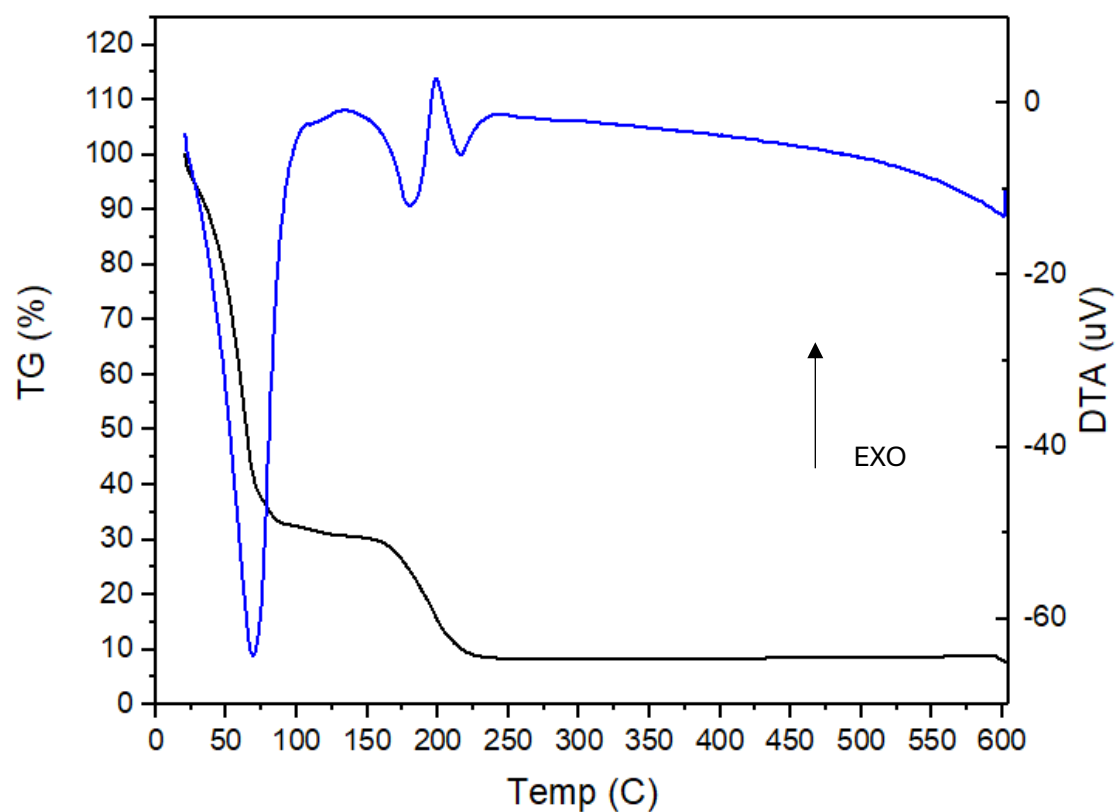


Figura Apêndice 4: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-1-2.

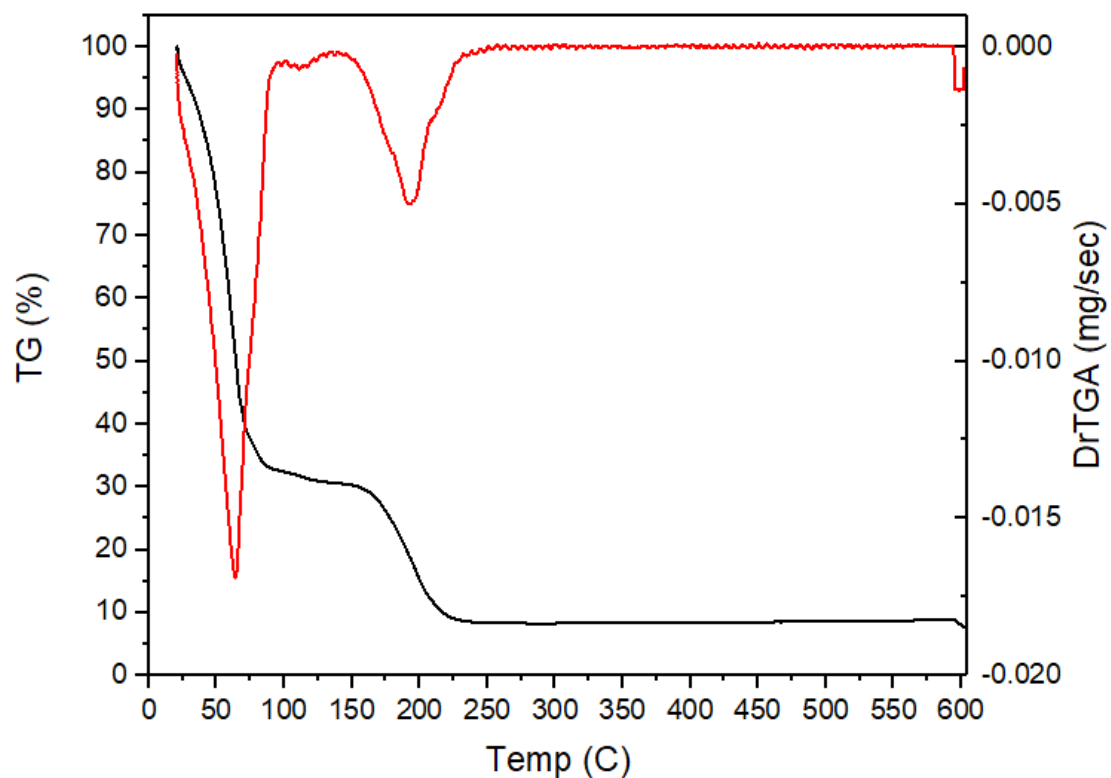


Figura Apêndice 5: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTi-2-1.

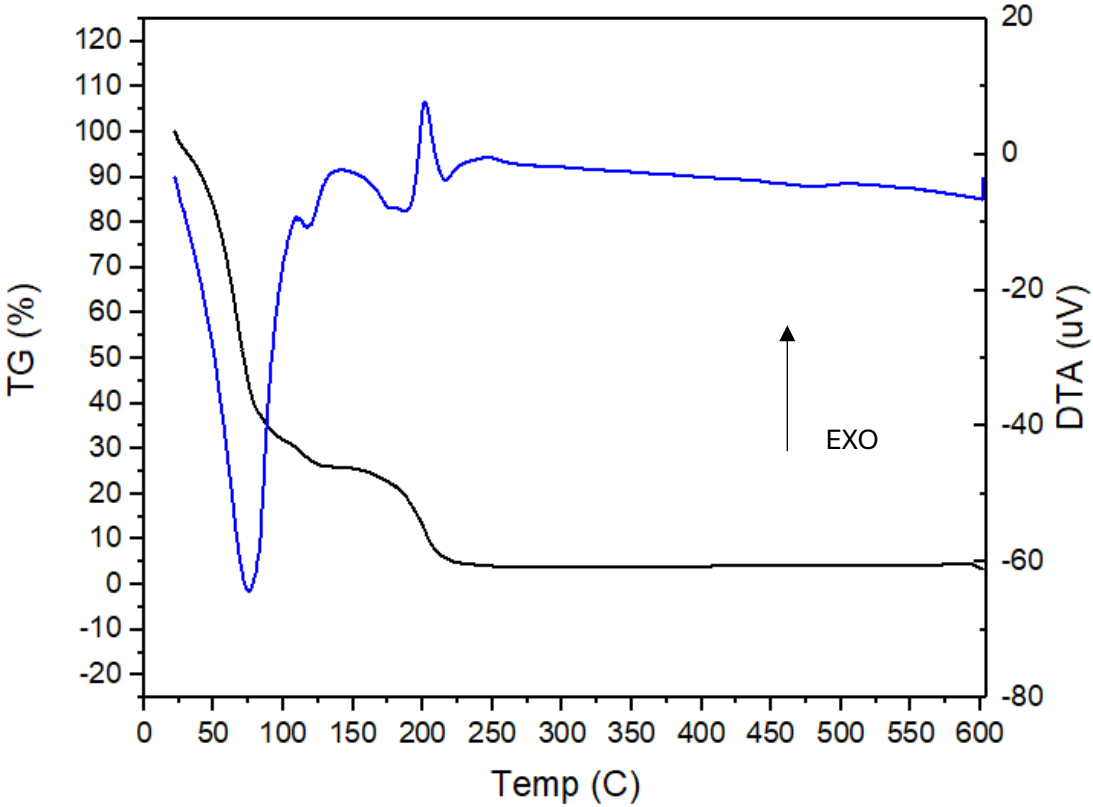


Figura Apêndice 6: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTi-2-1.

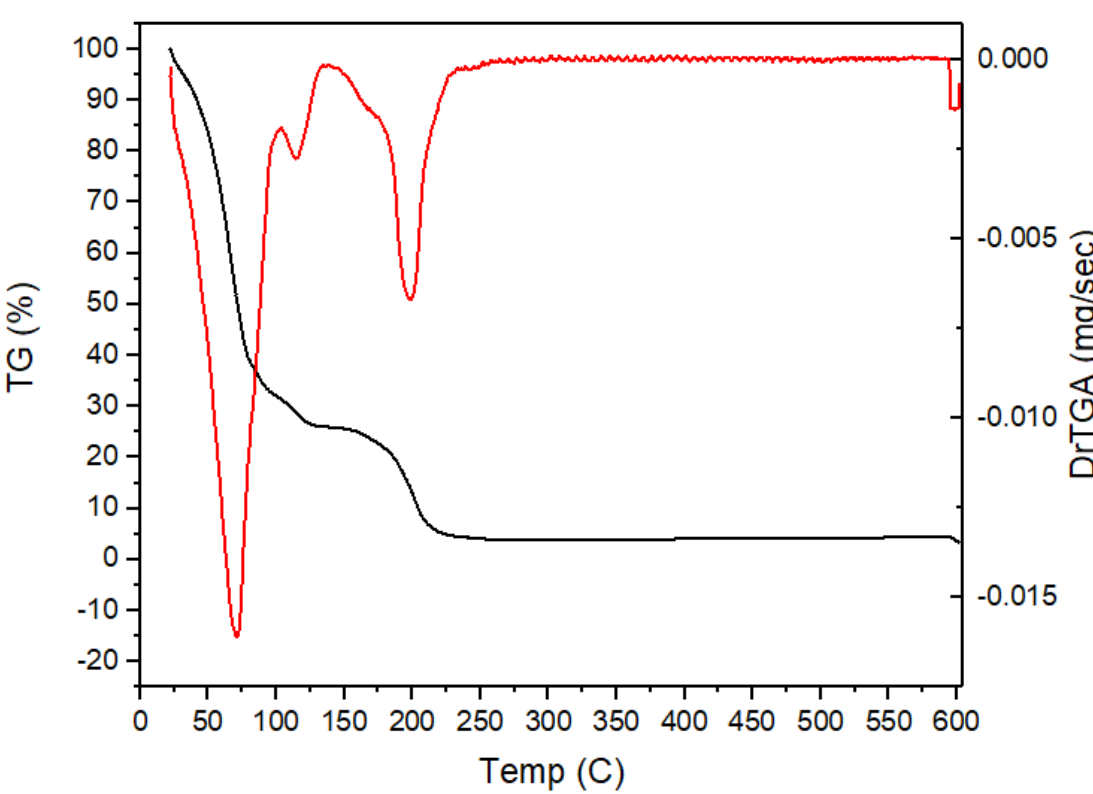


Figura Apêndice 7: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-1-1.

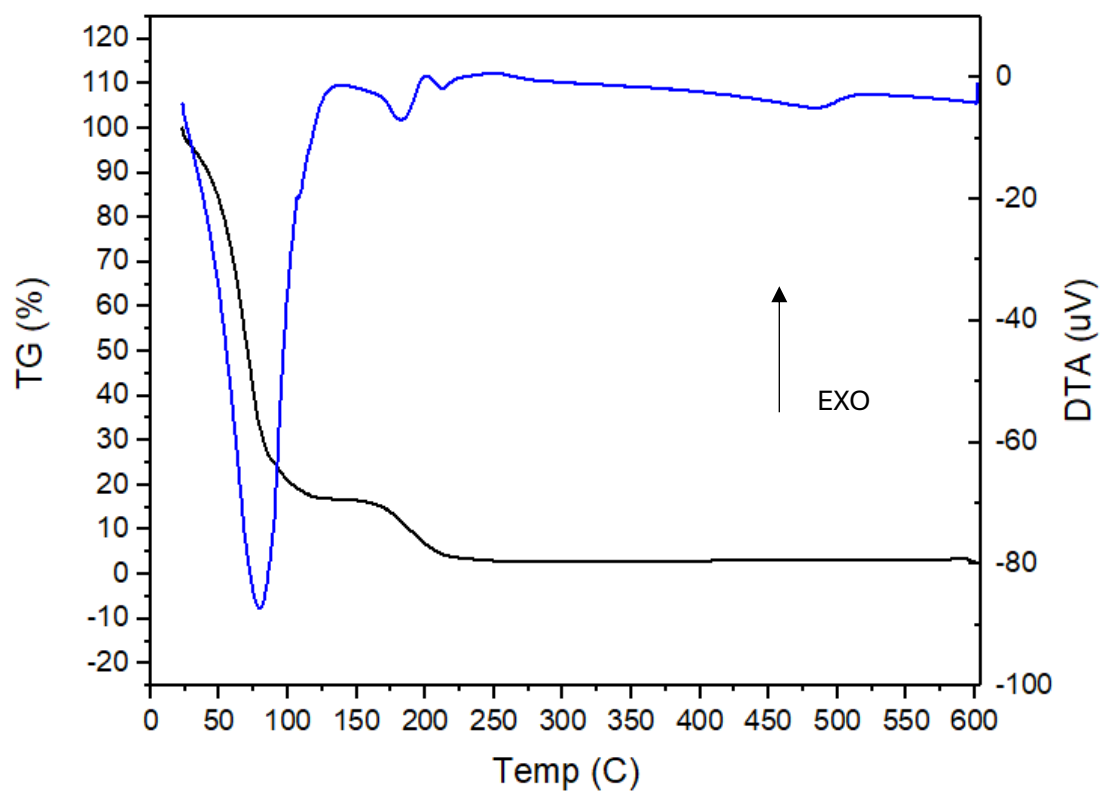


Figura Apêndice 8: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-1-1.

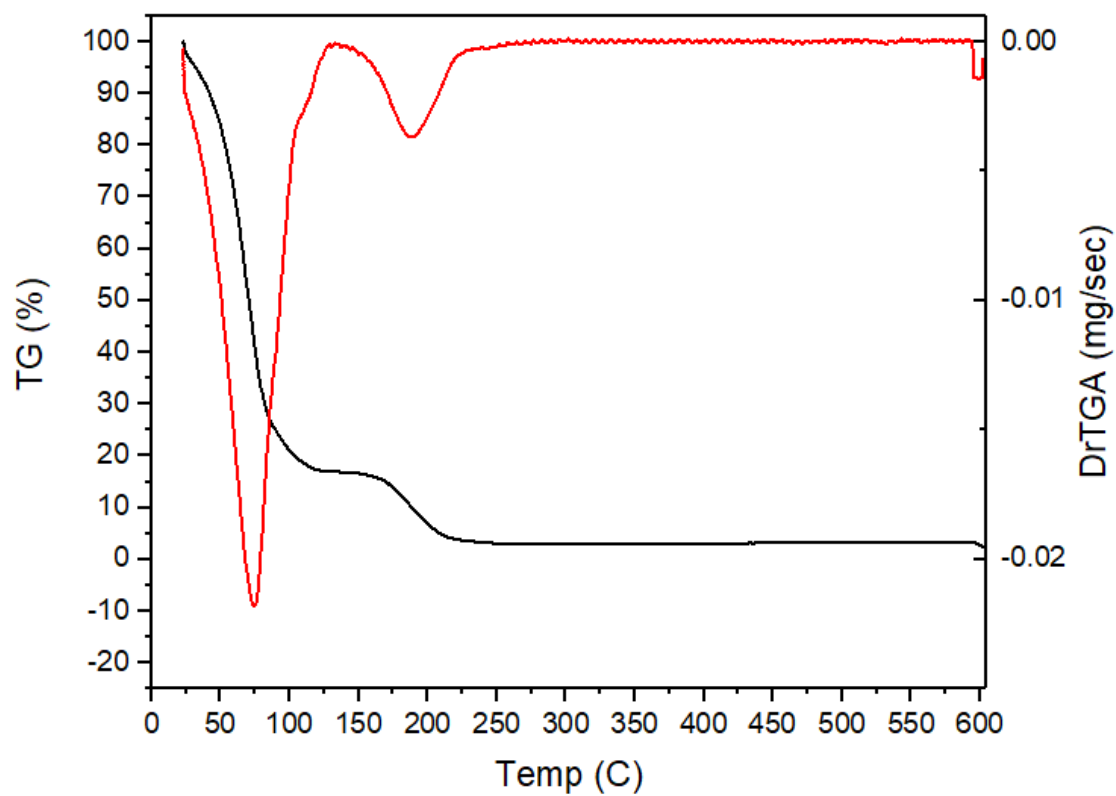


Figura Apêndice 9: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-2-1.

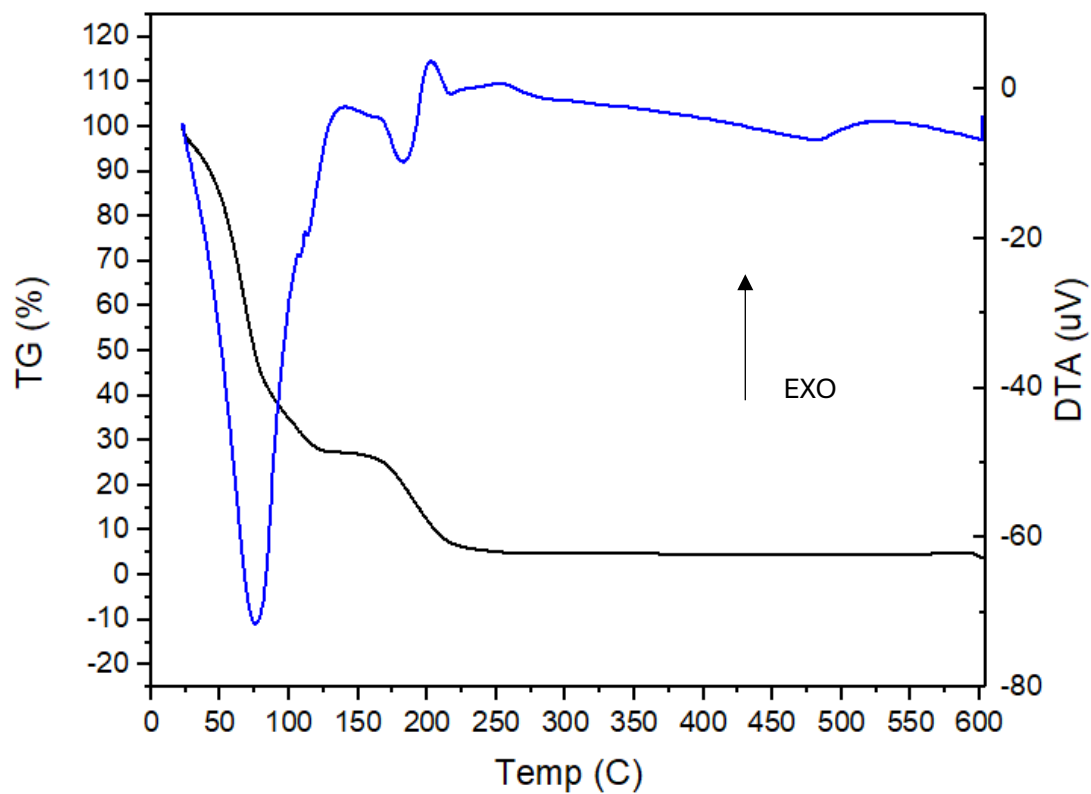


Figura Apêndice 10: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-2-1.

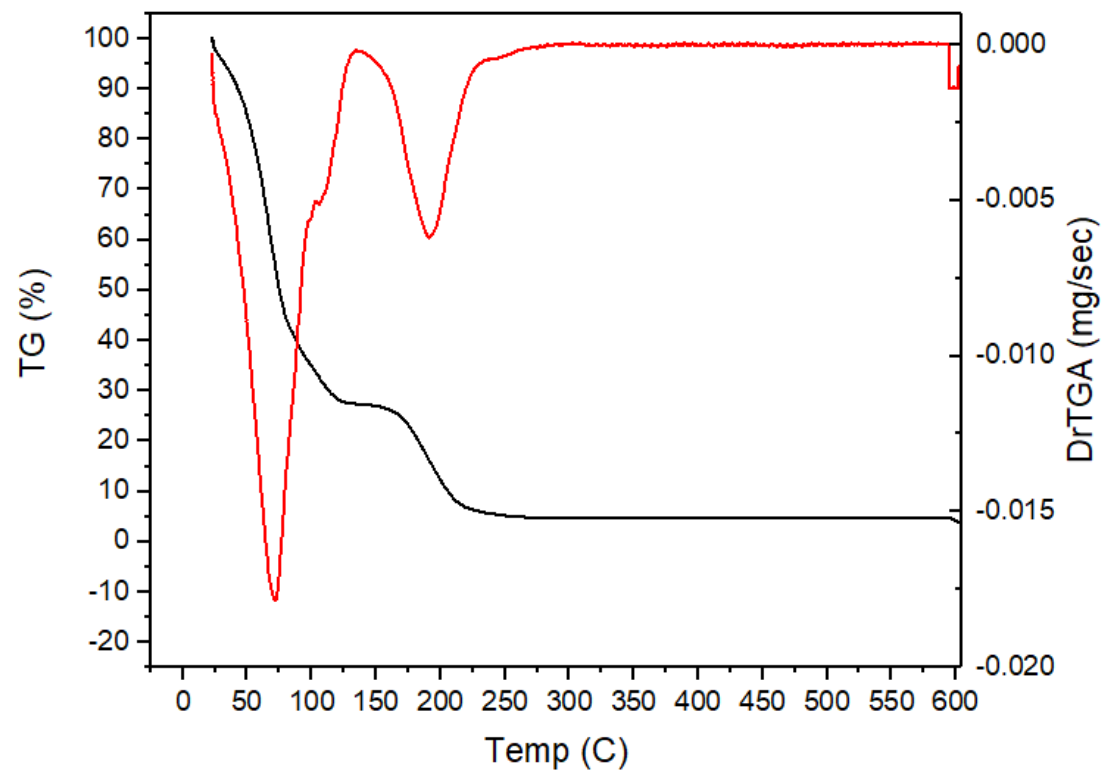


Figura Apêndice 11: Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-1-1-2.

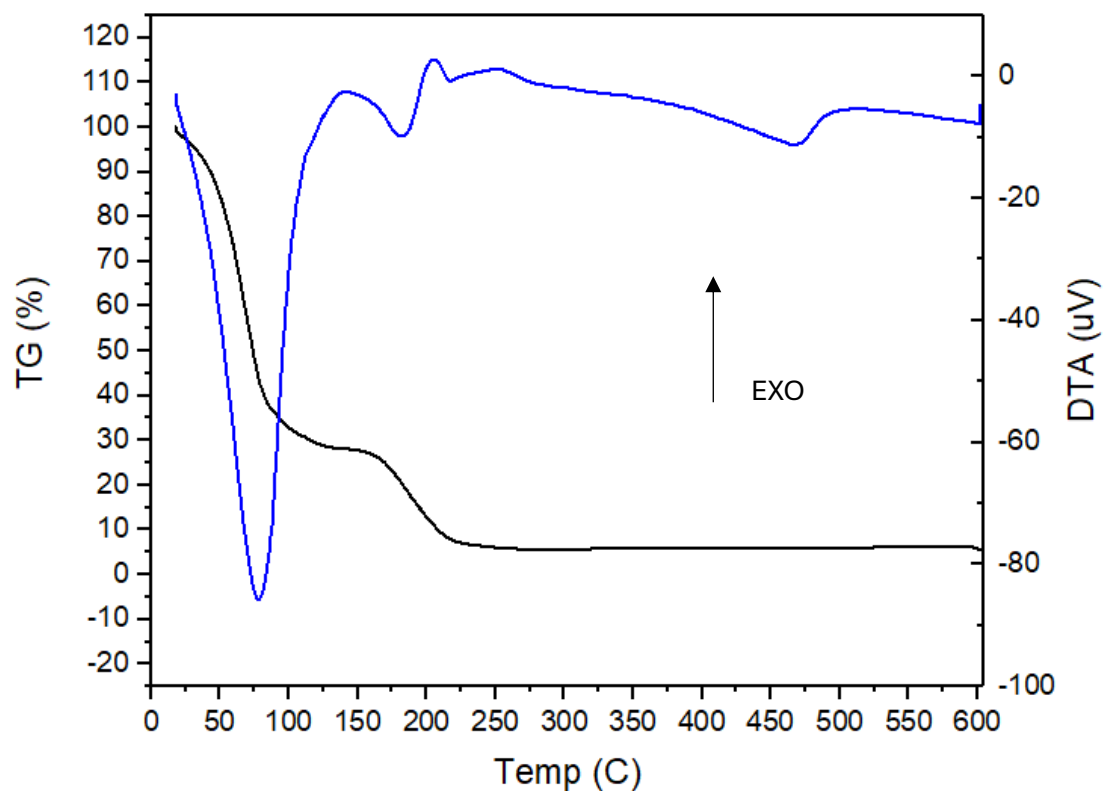


Figura Apêndice 12: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-1-1-2.

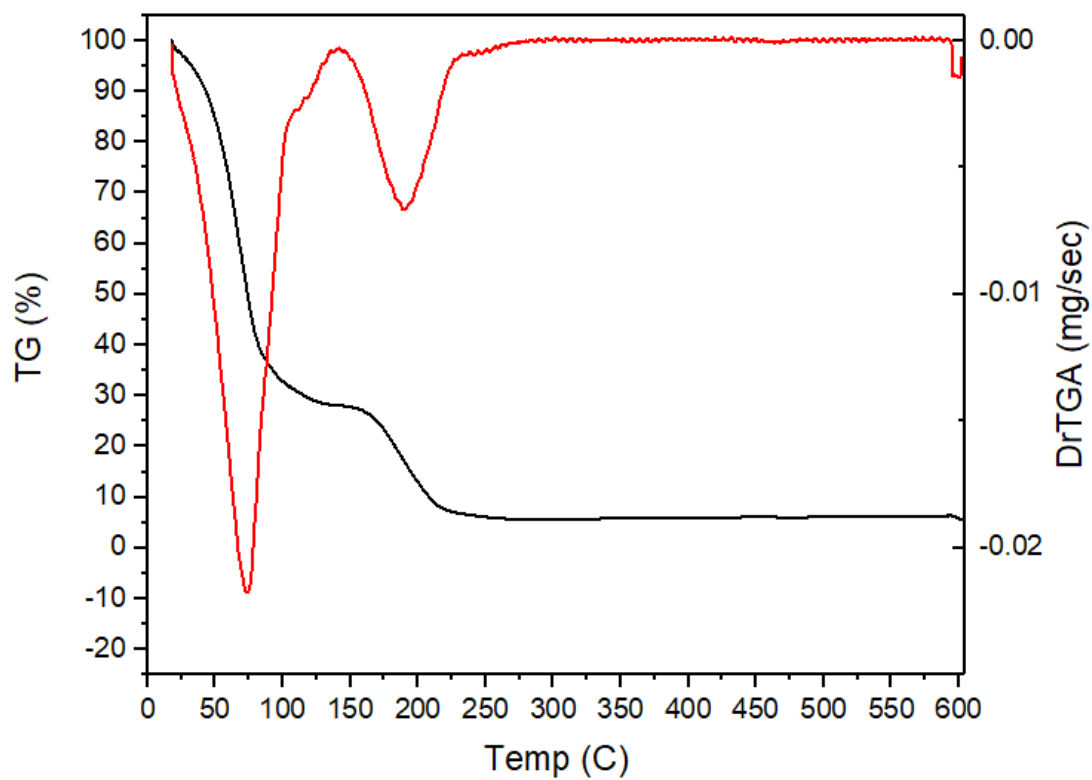


Figura Apêndice 13:Curvas de TG e DTA da Amostra FeTiC-2-1-1.

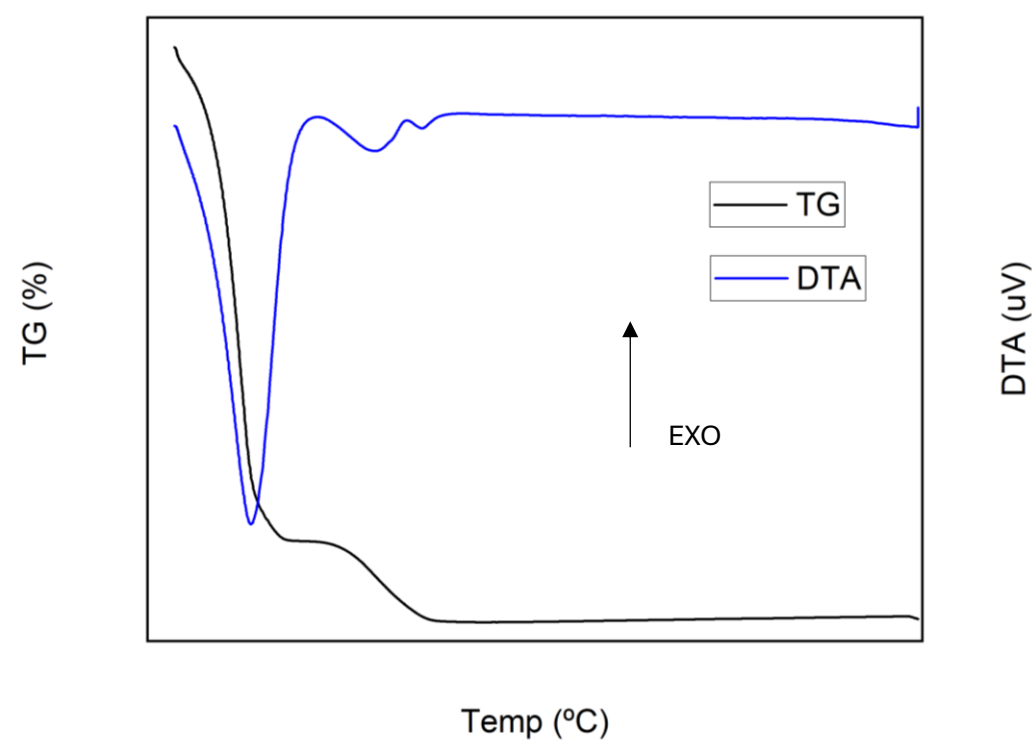
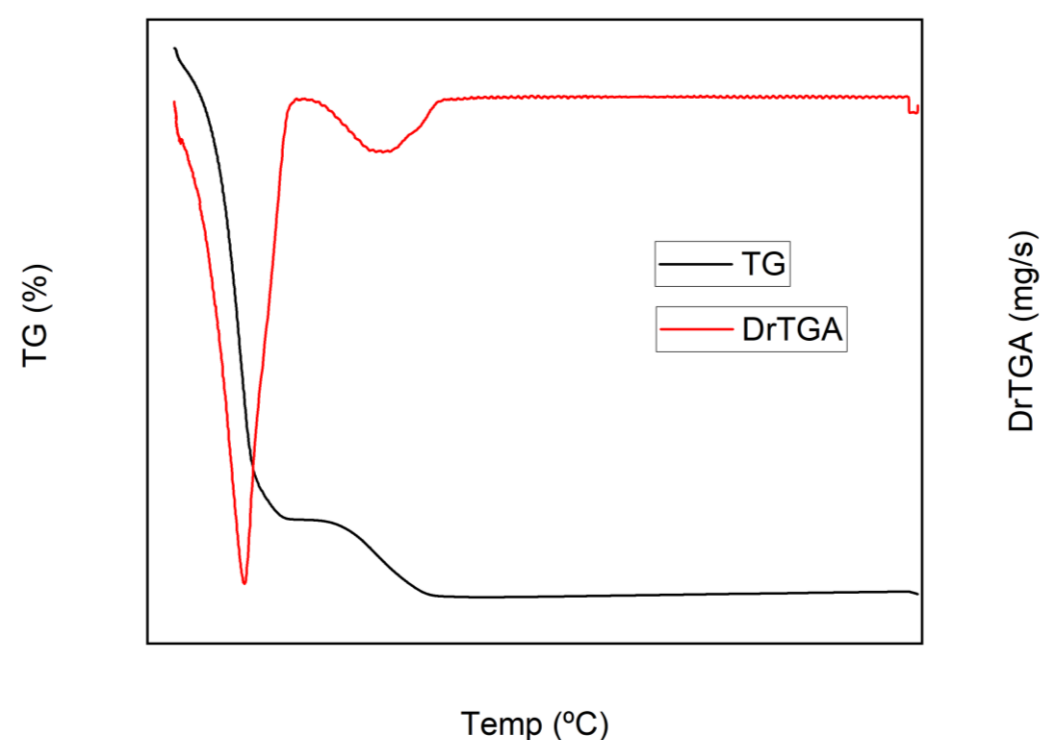


Figura Apêndice 14: Curvas de TG e DTG da Amostra FeTiC-2-1-1.



Apêndice B: Gráficos de Refinamento Rietvelt das amostras sintetizadas.

Figura Apêndice 15: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-1-1.

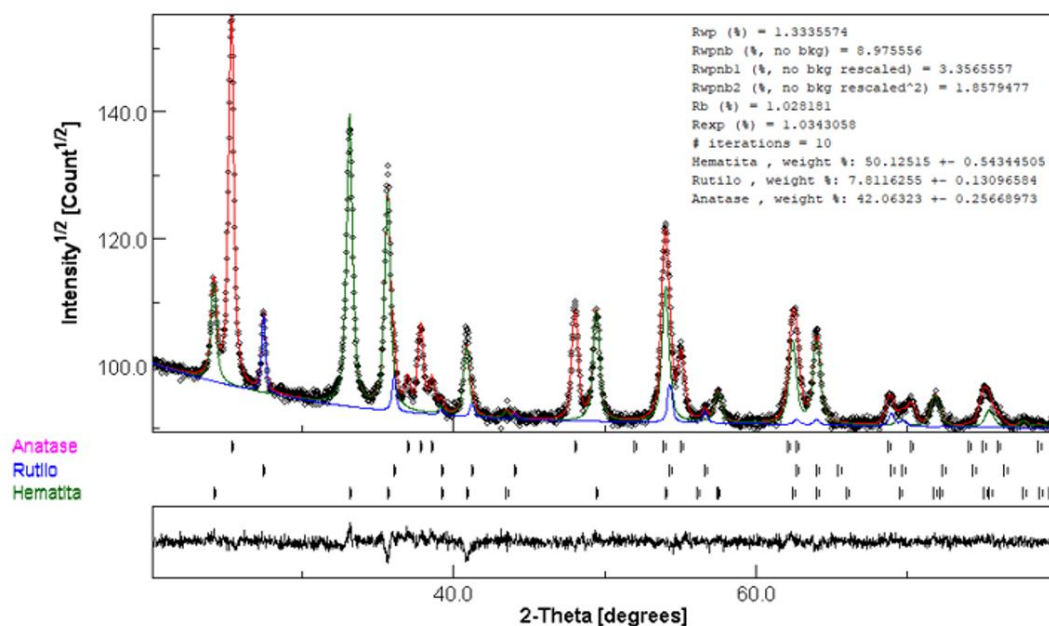


Figura Apêndice 16: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-1-2.

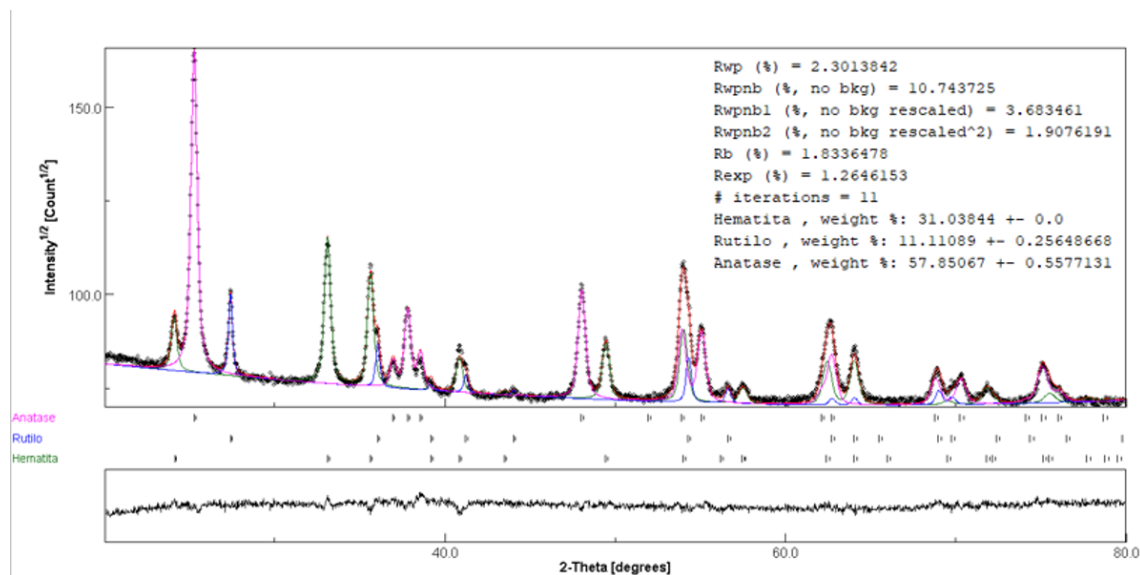


Figura Apêndice 17: Refinamento Rietvelt da amostra FeTi-2-1.

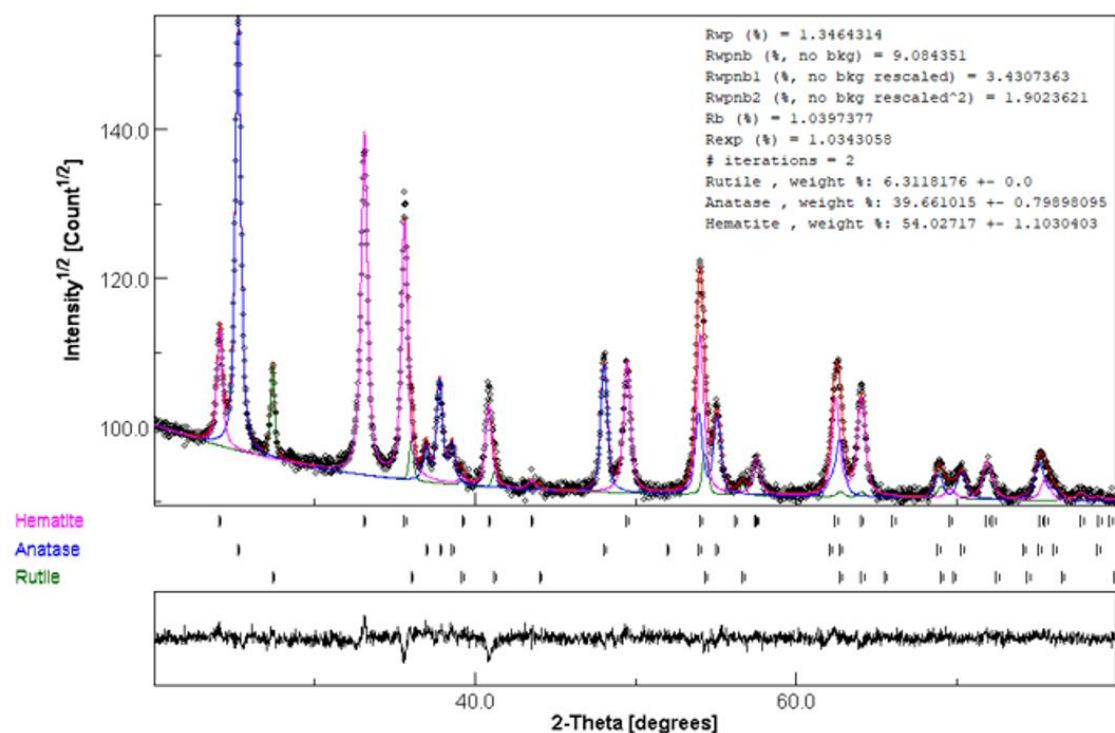


Figura Apêndice 18: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-1-1.

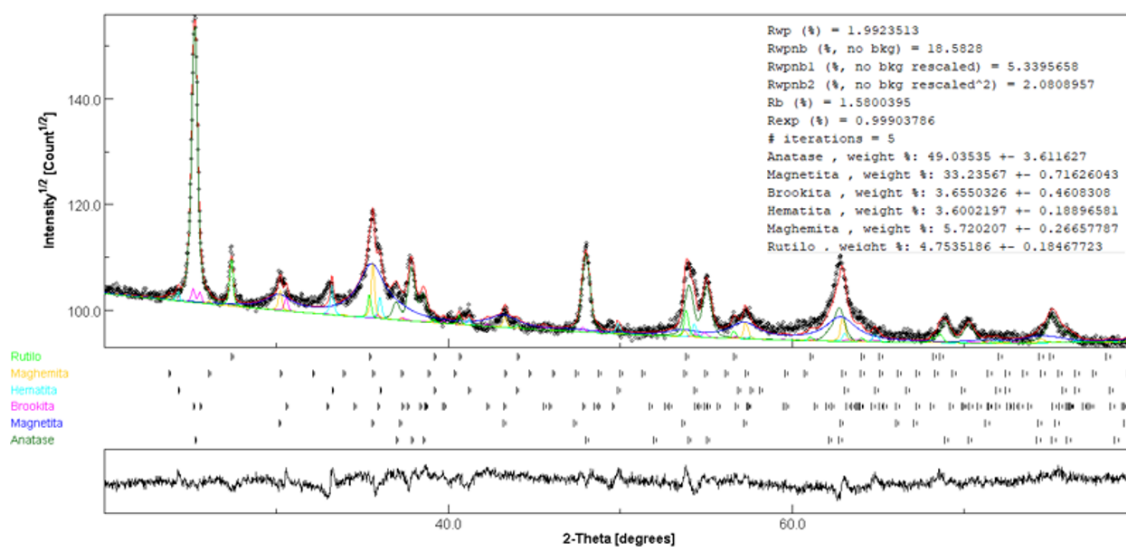


Figura Apêndice 19: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-2-1.

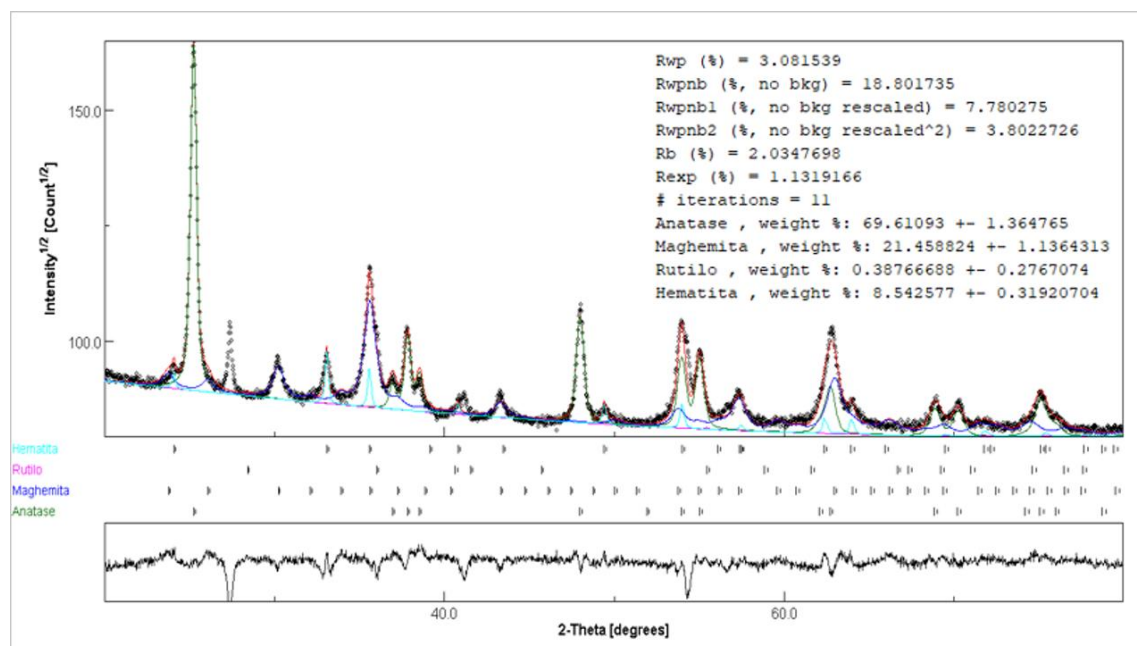


Figura Apêndice 20: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-1-1-2.

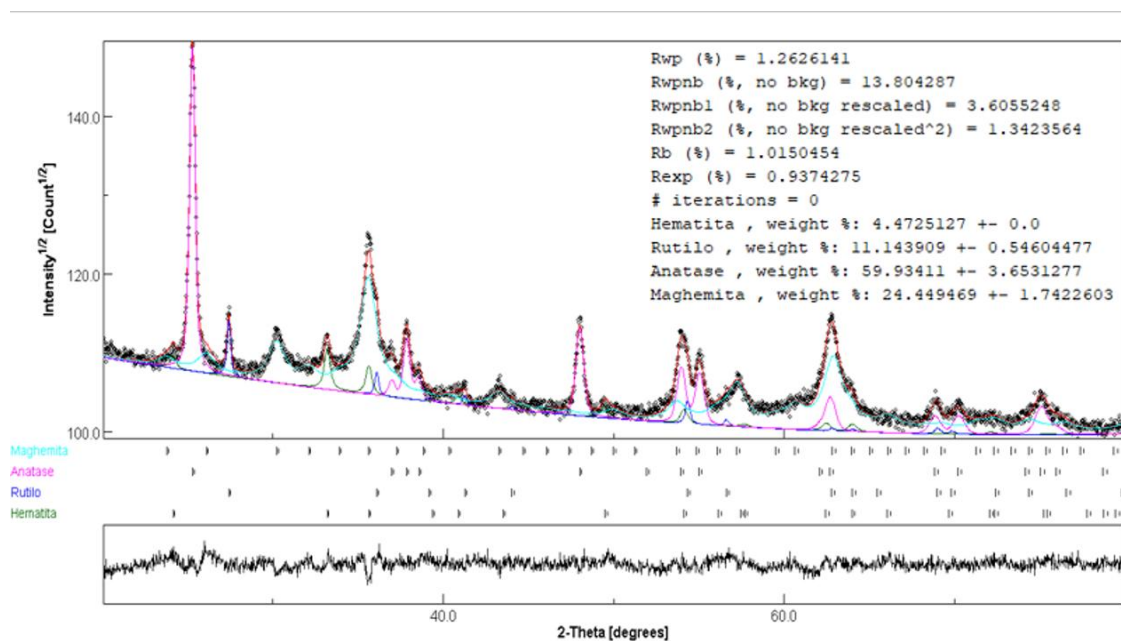
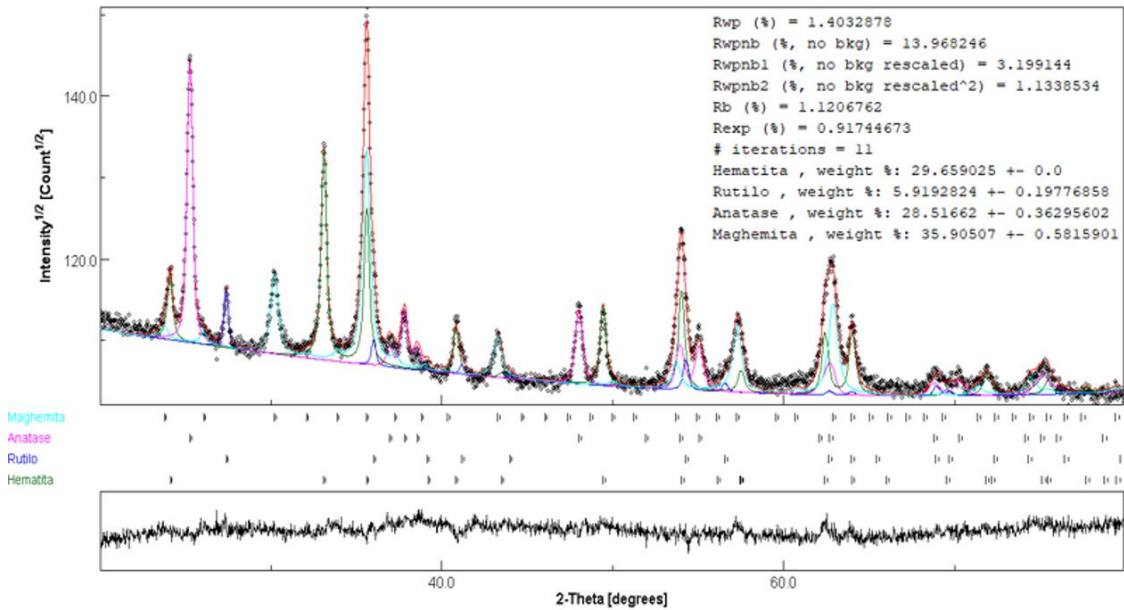


Figura Apêndice 21: Refinamento Rietvelt da amostra FeTiC-2-1-1.



Apêndice C: Fotos dos testes fotocatalíticos.

Figura Apêndice 22: Alíquotas de fotocatálise do corante AZ com a amostra FeTi-1-1.



Figura Apêndice 23: Alíquotas de fotocatálise do corante CV com a amostra FeTi-1-1.



Figura Apêndice 24: Sistema fotocatalítico sob luz solar.

