



UNIVERSIDADE ESTADUAL DO MARANHÃO - UEMA  
CENTRO DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA  
CURSO DE QUÍMICA LICENCIATURA

**SANDY ALLÍCIA DE OLIVEIRA DOS SANTOS AMORIM**

**SÍNTESE VERDE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS DE FERRO COM  
EXTRATO DE FOLHAS DE *SYZYGIUM CUMINI* PARA APLICAÇÕES  
FOTOCATALÍTICAS**

**SÃO LUÍS**

**2025**

**SANDY ALLÍCIA DE OLIVEIRA DOS SANTOS AMORIM**

**SÍNTESE VERDE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS DE FERRO COM  
EXTRATO DE FOLHAS DE *SYZYGIUM CUMINI* PARA APLICAÇÕES  
FOTOCATALÍTICAS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao  
Curso de Química Licenciatura da Universidade  
Estadual do Maranhão - UEMA para obtenção do  
grau de licenciatura em Química.

**Orientador(a):** Edna da Silva Machado  
Rodrigues

**Co Orientador(a):** Adriana das Mercês Pereira  
Ferreira

**SÃO LUÍS**

**2025**

Amorim, Sandy Allícia de Oliveira dos Santos

Síntese verde e caracterização de óxidos de ferro com extrato de folhas de *syzygium cumini* para aplicações fotocatalíticas. / Sandy Allícia de Oliveira dos Santos Amorim. – São Luis, MA, 2025.

46 f

TCC (Graduação em Licenciatura em Química) - Universidade Estadual do Maranhão, 2025.

Orientador: Profa. Dra. Edna da Silva Machado Rodrigues.

Coorientadora: Profa. Ma. Adriana Das Mercês Pereira Ferreira

1.Síntese Verde. 2.Óxidos de Ferro. 3.Syzygium cumini. 4.Fotocatálise.  
5.Degradação de Poluentes. I.Título.

CDU:582.776.2

**SANDY ALLÍCIA DE OLIVEIRA DOS SANTOS AMORIM**

**SÍNTESE VERDE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS DE FERRO COM  
EXTRATO DE FOLHAS DE *SYZYGIUM CUMINI* PARA APLICAÇÕES  
FOTOCATALÍTICAS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao  
Curso de Química Licenciatura da Universidade  
Estadual do Maranhão - UEMA para obtenção do  
grau de licenciatura em Química.

Aprovado em: 18/07/2025

**BANCA EXAMINADORA**

Documento assinado digitalmente  
 **EDNA DA SILVA MACHADO RODRIGUES**  
Data: 30/07/2025 09:13:19-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Edna da Silva Machado Rodrigues**

Doutora

Universidade Estadual do Maranhão (UEMA)

Documento assinado digitalmente  
 **AUGUSTO CESAR AZEVEDO SILVA**  
Data: 30/07/2025 16:24:32-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**Augusto Cesar Azevedo Silva**

Doutor

Universidade Estadual do Maranhão (UEMA)

Documento assinado digitalmente  
 **WILLIAM DA SILVA CARDOSO**  
Data: 29/07/2025 16:38:13-0300  
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

---

**William da Silva Cardoso**

Doutor

Universidade Estadual do Maranhão (UEMA)

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço a Deus por ter me dado forças, sabedoria e determinação para chegar até aqui. Sem a Sua presença constante em minha vida, essa conquista não seria possível. Em cada momento de dúvida, cansaço ou dificuldade, encontrei Nele o amparo necessário para seguir em frente e concluir essa importante etapa da minha jornada.

Agradeço com todo o meu coração à minha família, por sempre estar ao meu lado, oferecendo apoio, amor e incentivo incondicional. Em especial, à minha mãe, Sara Santos, por ser minha base, meu exemplo de força e dedicação. E ao meu marido, Ruan Felipe, por acreditar em mim mesmo nos momentos em que eu mesma duvidei, por seu companheirismo e por me motivar a nunca desistir.

Sou grata também aos amigos como Raianna Araujo, Carlos Henrique, Matheus Lago, Vinicius Gabriel e a tantos outros que fizeram parte dessa caminhada e contribuíram com apoio, sorrisos e parcerias que tornaram tudo mais leve.

Não poderia deixar de agradecer ao corpo docente do curso de Química Licenciatura da Universidade Estadual do Maranhão, por todo o conhecimento compartilhado, pela paciência e dedicação ao longo dos anos. Em especial, aos professores Maria José, Péricles Nunes, Alan Jhones, Vera Lúcia, Adilson Pereira e William Silva. Deixo aqui minha profunda gratidão e admiração por cada um.

De forma especial, expresso gratidão à minha orientadora, professora Edna Rodrigues, e à minha coorientadora, Adriana Ferreira. Mais do que orientadoras, vocês foram inspirações ao longo de todo esse processo. A dedicação, o profissionalismo, a sensibilidade e o carinho com que me guiaram são qualidades que admiro e que desejo levar comigo enquanto educadora. Vocês são exemplos de mulheres fortes, competentes e apaixonadas pelo que fazem. Sou grata por cada conselho, incentivo e palavra de apoio. Tê-las ao meu lado foi, sem dúvida, uma das maiores bênçãos dessa caminhada.

*Dedico este trabalho a minha família,  
que sempre acreditou no meu potencial e  
não poupou esforços para me ajudar a  
concluir meus estudos.*

## RESUMO

A intensificação dos desafios ambientais tem motivado o avanço de abordagens sustentáveis na ciência dos materiais, especialmente no desenvolvimento de tecnologias limpas para o tratamento de efluentes. Neste contexto, o presente estudo concentrou-se na síntese verde de nanopartículas de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), puras e dopadas com íons metálicos, empregando extrato de folhas de *Syzygium cumini* como agente redutor e estabilizante. Alinhada aos princípios da química verde, a proposta descreve uma rota de síntese ambientalmente segura, isenta de agentes tóxicos e com aplicabilidade promissora na fotocatalise heterogênea voltada à remoção de poluentes orgânicos, como o azul de metileno, de águas residuais. O objetivo é desenvolver materiais semicondutores fotocatalíticos à base de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , cujas propriedades ópticas e elétricas são avaliadas. Para isso, folhas de *S. cumini* foram coletadas e processadas para obtenção do extrato vegetal, que foi utilizado na síntese de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  puro e dopado com cério (Ce) e níquel (Ni). As amostras foram caracterizadas por Difração de Raios X (DRX) e Espectroscopia na Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR). Os resultados de DRX confirmaram a formação da fase cristalina da hematita, com a presença de planos cristalográficos característicos, enquanto o FTIR evidenciou bandas atribuídas aos grupos funcionais do extrato vegetal e aos óxidos de ferro, além de sinais relacionados aos dopantes metálicos, indicando alterações estruturais nas amostras modificadas. A avaliação da atividade fotocatalítica revelou que as amostras dopadas apresentaram maior eficiência na degradação do azul de metileno sob luz visível, em comparação com a amostra não dopada, sugerindo que a inserção de Ce e Ni favoreceu a separação de cargas fotoinduzidas, minimizando a recombinação e elevando a performance do sistema fotocatalítico. Assim, os resultados obtidos demonstram a viabilidade da rota biossintética utilizando *S. cumini* como alternativa verde para a produção de nanomateriais avançados, com desempenho significativo na descontaminação de águas poluídas. Este trabalho contribui com o desenvolvimento de estratégias sustentáveis e inovadoras para a remediação ambiental, alinhando ciência, tecnologia e responsabilidade ecológica.

**Palavras-chave:** Síntese Verde; Óxidos de Ferro; *Syzygium cumini*; Fotocatálise; Degradação de Poluentes.

## ABSTRACT

The growing concern over environmental impacts drives the search for sustainable solutions in materials science, particularly in the development of clean technologies for wastewater treatment. In this context, the present study focused on the green synthesis of hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) nanoparticles, both pure and doped with metal ions, using *Syzygium cumini* leaf extract as a reducing and stabilizing agent. This approach aligns with green chemistry principles, offering an eco-friendly synthesis route free of toxic reagents and with potential application in heterogeneous photocatalysis for the degradation of organic pollutants, such as methylene blue dye, in wastewater. The main objective was to develop and characterize  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -based photocatalytic semiconductors and evaluate their optical and electrical properties. *S. cumini* leaves were collected and processed to obtain the plant extract, which was used to synthesize pure and doped  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  with cerium (Ce) and nickel (Ni). The samples were characterized by X-ray Diffraction (XRD) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). XRD confirmed the formation of the hematite crystalline phase, with characteristic crystallographic planes, while FTIR revealed bands associated with the plant extract's functional groups and iron oxides, along with signals related to the metallic dopants, indicating structural changes in the modified samples. The photocatalytic activity tests showed that the doped samples exhibited higher efficiency in degrading methylene blue under visible light compared to the undoped sample, suggesting that Ce and Ni doping enhanced charge separation and improved photocatalytic performance. Therefore, the results demonstrate the feasibility of a biosynthetic route using *S. cumini* as a green alternative for producing advanced nanomaterials with significant performance in water decontamination. This study contributes to the development of sustainable and innovative strategies for environmental remediation, combining science, technology, and ecological responsibility.

**Keywords:** Green Synthesis; Iron Oxides; *Syzygium cumini*; Photocatalysis; Pollutant Degradation.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b>	Obtenção do extrato da folha de <i>Syzygium cumini</i> -----	<b>22</b>
<b>Figura 2</b>	Síntese do óxido de ferro (III)-----	<b>24</b>
<b>Figura 3</b>	Resultados de Difração de Raios X (DRX)-----	<b>27</b>
<b>Figura 4</b>	Análise do Tamanho de Cristalito e sua Influência nas Propriedades dos Óxidos de Ferro-----	<b>30</b>
<b>Figura 5</b>	Análise dos Espectros de FTIR das Amostras de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Puro, Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Dopado com Níquel (3%) e Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Dopado com Cério (3%) -----	<b>32</b>
<b>Figura 6</b>	Comparação da eficiência fotocatalítica na degradação do corante azul de metileno (10 mg/L) pelas amostras de $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> puro, $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dopado com 3% de níquel e $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dopado com 3% de cério (50 mg de catalisador em 50 mL de solução) sob irradiação de luz visível-----	<b>35</b>

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b>	Trabalhos recentes utilizando <i>Syzygium cumini</i> na síntese verde de nanopartículas-----	<b>20</b>
<b>Tabela 2</b>	Intensidade relativa dos planos cristalográficos principais de difração para as diferentes amostras de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -----	<b>29</b>
<b>Tabela 3</b>	Atribuições das bandas observadas nos espectros de FTIR das amostras de Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> puro e dopado com Ni e Ce-----	<b>33</b>

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIACOES

DRX	Difratometria de Raios X
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
UV-Vis	Espectrofotmetro Ultravioleta-Visvel
ODS	Objetivos de Desenvolvimento Sustentvel
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	xido de ferro (frmula qumica)
Ce	Crio (elemento qumico)
Ni	Nquel (elemento qumico)
ppm	Partes por milho
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
HDL	Hidrxidos Duplos Lamelares
e <sup>-</sup> /h <sup>+</sup>	Par eltron-buraco (referente a semicondutores em fotoclise)
nm	Nanmetro
u.a.	Unidade Arbitrria (em grficos de intensidade)
Cu K	Radiao caracterstica do Cobre usada em DRX ( $\lambda = 0,15406$ nm)
FWHM	Full Width at Half Maximum (largura do pico  meia altura)
NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Ce(NO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub>	Nitrato de amnio crico

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>13</b>
<b>2</b>	<b>JUSTIFICATIVA</b>	<b>15</b>
<b>3</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>16</b>
3.1	Geral	16
3.2	Específicos	16
<b>4</b>	<b>PANORAMA TEÓRICO SOBRE A SÍNTESE VERDE E PROCESSOS FOTOCATALÍTICOS</b>	<b>17</b>
4.1	Poluentes em Águas	17
4.2	Azul de metileno como poluente Modelo	17
4.3	Fotocatálise mediadas por semicondutores	18
4.4	Dopagem de semicondutores	18
4.5	Síntese verde dos nanomateriais	19
4.6	Aplicação do <i>Syzygium cumini</i> na síntese verde	19
4.7	Óxidos de Ferro e suas aplicações fotocatalíticas	20
<b>5</b>	<b>METODOLOGIA</b>	<b>20</b>
5.1	Área de realização do estudo	20
5.2	Materiais, reagentes e equipamentos	21
5.3	Preparo do extrato vegetal	22
5.4	Síntese dos óxidos metálicos	23
5.5	Caracterização	25
5.6	Preparação das amostras para fotocatalise	26
5.7	Ensaio de fotocatalise	26
<b>6</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>27</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>38</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>39</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais avançados, especialmente na forma de nanopartículas e óxidos metálicos, tem sido objeto de intensa investigação científica, impulsionado pela demanda por tecnologias mais eficientes e sustentáveis (Bertoletti *et al.*, 2023; Guo *et al.*, 2019; Suman *et al.*, 2020). Dentre essas tecnologias, destaca-se a síntese verde, que incorpora práticas ambientalmente responsáveis à ciência dos materiais, utilizando rotas biológicas e reagentes naturais como alternativa aos métodos convencionais, reduzindo o impacto ambiental (Nair, Sajini e Mathew, 2022; Soltys *et al.* 2021; Meena *et al.* 2024; Farooq *et al.* 2023; Radulescu *et al.* 2023).

Dentre as diversas aplicações ambientais dos nanomateriais, os Processos Oxidativos Avançados (POAs) são amplamente utilizados para a degradação de compostos orgânicos persistentes, incluindo fármacos, pesticidas e, especialmente, corantes sintéticos. A fotocatalise heterogênea, uma das técnicas mais promissoras entre os POAs, utiliza semicondutores ativados por radiação luminosa para gerar espécies reativas que promovem a degradação de poluentes (Kiffer, 2019). O corante azul de metileno, amplamente utilizado nas indústrias têxtil, de couro, papel e farmacêutica, tem sido frequentemente empregado como molécula modelo em estudos de remediação, devido à sua estabilidade química e toxicidade quando presente em ambientes aquáticos (Campos, 2021).

Vários semicondutores como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{SnO}$  têm demonstrado propriedades fotocatalíticas promissoras para a degradação de diferentes poluentes orgânicos, apresentando características como grande área superficial específica, estabilidade química e alta eficiência na resposta fotocatalítica (Gusain *et al.*, 2019). Dentre esses materiais, os óxidos de ferro são amplamente utilizados em suas três formas cristalinas mais comuns: magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) e maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (NachimuthuK, 2022). A hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), em particular, destaca-se por sua estrutura hexagonal romboédrica, contendo íons  $\text{Fe}^{3+}$ , além de ser a forma mais estável termicamente. Já a maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) possui uma estrutura cúbica do tipo espinélio invertido, enquanto a fase beta apresenta estrutura cúbica centrada no corpo e, a temperaturas acima de  $500\text{ }^\circ\text{C}$ , converte-se na fase  $\alpha$ .

A hematita apresenta outras vantagens, como abundância natural, estabilidade química e comportamento semicondutor do tipo *n*. Seu *band gap* teórico varia entre 2,0 e 2,2 eV, o que a torna adequada para aplicações em fotocatalise (Shenoy *et al.*, 2023; Kundu *et al.*, 2024; Tamirat *et al.*, 2016). Em escala nanométrica, esse material também pode apresentar defeitos

aniônicos, como vacâncias de oxigênio e oxigênio intersticial, que influenciam diretamente sua reatividade (Guo *et al.*, 2019; Suman *et al.*, 2020). No entanto, algumas limitações comprometem sua eficiência, como a rápida recombinação dos pares elétron-buraco ( $e^-/h^+$ ), o que reduz a separação de cargas fotoinduzidas (Subha *et al.*, 2022).

Para superar essas restrições, o processo de dopagem tem sido amplamente utilizado como estratégia de modificação estrutural. A dopagem consiste na introdução de íons metálicos diferentes na rede cristalina da hematita, substituindo parcialmente o ferro ( $Fe^{3+}$ ). Esses dopantes — como cério (Ce) e níquel (Ni) — possuem diferentes estados de oxidação e tamanhos iônicos, o que gera deformações estruturais e vacâncias de ferro. Essas alterações favorecem a separação de cargas e podem aumentar significativamente a atividade fotocatalítica do material (Tomaz, 2024). Além disso, a dopagem pode influenciar diretamente a largura do band gap, melhorando a absorção de luz visível e o tempo de vida dos portadores de carga.

A escolha da metodologia de síntese também é crucial para garantir a eficiência dos materiais obtidos. Nesse sentido, a biossíntese mediada por extratos vegetais surge como uma das abordagens mais inovadoras e sustentáveis. Compostos bioativos presentes nas plantas, como flavonoides, taninos e terpenoides, atuam como agentes redutores e estabilizantes, permitindo a formação controlada de nanopartículas metálicas (Ramos, 2018; da Silva, 2020). Essa técnica oferece vantagens como simplicidade operacional, baixo custo, uso de matéria-prima renovável e menor geração de resíduos tóxicos. Além disso, valoriza a biodiversidade local, integrando a ciência dos materiais aos princípios da sustentabilidade.

O *Syzygium cumini* (popularmente conhecido como jamelão) é uma planta de grande interesse para esse tipo de síntese, devido à sua composição rica em metabólitos secundários com alto poder redutor. Estudos demonstram que extratos das folhas dessa espécie são eficazes na formação de nanopartículas metálicas com propriedades fotocatalíticas aprimoradas (Campos, 2021; Sadiq *et al.* 2021; Riaz *et al.* 2022; Sivalingam *et al.* 2024; Elshaer *et al.* 2024)). Sadiq *et al.* (2021), por exemplo, sintetizaram nanopartículas de ZnO a partir do extrato da folha de *Syzygium cumini*, com o propósito de eliminar a toxicidade do corante azul de metileno. Os resultados indicaram que as nanopartículas sintetizadas por meio da metodologia ecológica adotada foram altamente eficazes, alcançando uma taxa de degradação do corante de aproximadamente 91,4%

Dado este panorama, o presente estudo tem como objetivo a síntese de nanopartículas de hematita ( $\alpha-Fe_2O_3$ ), puras e modificadas por dopagem com íons metálicos de cério e níquel, por meio de uma rota verde utilizando extrato das folhas de jamelão, *Syzygium cumini* (L.)

*Skeels*. As nanopartículas obtidas foram caracterizadas quanto às suas propriedades estruturais e ópticas, e tiveram sua eficiência fotocatalítica avaliada na degradação do corante azul de metileno em meio aquoso. Este estudo visa contribuir para o desenvolvimento de fotocatalisadores sustentáveis e eficazes, aplicáveis à remediação de poluentes ambientais, aliando inovação tecnológica e responsabilidade ecológica.

## 2. JUSTIFICATIVA

A crescente preocupação com os impactos ambientais associados aos métodos convencionais de síntese de materiais tem impulsionado a busca por alternativas mais sustentáveis e inovadoras na ciência dos materiais. Os processos tradicionais, frequentemente baseados no uso intensivo de reagentes tóxicos e consumo elevado de energia, acarretam não apenas riscos ambientais, mas também sociais e econômicos, exigindo novas abordagens que conciliem eficiência tecnológica e responsabilidade ambiental.

Neste contexto, a biossíntese de óxidos metálicos utilizando extratos vegetais surge como uma estratégia promissora, pois substitui insumos químicos perigosos por compostos bioativos naturais, promovendo a redução dos impactos negativos ao meio ambiente. Essa metodologia sustentável está alinhada diretamente ao Objetivo de Desenvolvimento Sustentável (ODS) 12 — Consumo e produção responsáveis, que incentiva práticas que minimizem a geração de resíduos e otimizem o uso de recursos naturais (Zorzo *et al*, 2022).

O *Syzygium cumini* (jamelão) se destaca como uma fonte promissora de agentes redutores e estabilizantes, fortalecendo essa proposta sustentável. Sua abundância em regiões tropicais e a comprovada riqueza em metabólitos secundários tornam a planta essencial para otimizar a síntese de nanopartículas metálicas. Além de viabilizar a produção de nanomateriais por rotas verdes, o uso de extratos vegetais valoriza a biodiversidade local, atendendo também ao ODS 15 — Vida terrestre, que visa conservar e promover o uso sustentável dos ecossistemas (Zorzo *et al*, 2022).

Outro aspecto relevante é a aplicação dos materiais obtidos em Processos Oxidativos Avançados (POAs), com ênfase na fotocatalise. Esses processos são considerados altamente eficazes para a degradação de poluentes orgânicos persistentes, contribuindo para a purificação de águas residuais e a mitigação da poluição ambiental. Tal aplicação relaciona-se diretamente ao ODS 6 — Água potável e saneamento, ao favorecer tecnologias que promovam o acesso à água limpa e segura (Zorzo *et al*, 2022).

A escolha por metodologias verdes e a utilização de POAs também refletem o compromisso com o ODS 13 — Ação contra a mudança global do clima, uma vez que tais práticas buscam reduzir emissões de compostos nocivos e incentivar a adoção de tecnologias limpas no combate aos efeitos das mudanças climáticas. Além disso, ao incentivar o desenvolvimento de novos materiais sustentáveis, o projeto contribui para o fortalecimento da inovação e da infraestrutura tecnológica, objetivos centrais do ODS 9 — Indústria, inovação e infraestrutura (Zorzo *et al*, 2022).

Do ponto de vista econômico, o aproveitamento de recursos vegetais amplamente disponíveis e a eliminação de reagentes tóxicos contribuem para a redução dos custos de produção e tornam as tecnologias derivadas desses materiais mais acessíveis para aplicações em larga escala. Essa acessibilidade favorece a transferência de conhecimento para o setor produtivo e potencializa a implementação de processos sustentáveis em nível industrial.

Assim, a presente pesquisa justifica-se não apenas por sua contribuição direta à ciência dos materiais e à química verde, mas também por seu potencial impacto positivo em diversas áreas, como o meio ambiente, a saúde pública e o desenvolvimento socioeconômico sustentável. Ao integrar inovação científica, responsabilidade ambiental e desenvolvimento sustentável, este estudo se alinha às necessidades contemporâneas de soluções tecnológicas que respeitem os limites do planeta e promovam o bem-estar das futuras gerações.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. Geral**

Desenvolver e caracterizar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  sintetizados por meio de biossíntese utilizando o extrato das folhas de *Syzygium cumini*, avaliando suas propriedades ópticas e elétricas, com foco em aplicações fotocatalíticas para a degradação de Azul de metileno.

#### **3.2. Específicos**

- Coletar e preparar as folhas de *Syzygium cumini* — por meio de lavagem, secagem e trituração — para a obtenção do extrato vegetal utilizado no processo de biossíntese.
- Sintetizar  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  utilizando o extrato de *Syzygium cumini* como agente redutor e estabilizante, empregando precursores químicos adequados.

- Caracterizar os óxidos metálicos obtidos por meio de técnicas analíticas, como análise Difractometria de Raios X (DRX) e Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).

## **4. PANORAMA TEÓRICO SOBRE A SÍNTESE VERDE E PROCESSOS FOTOCATALÍTICOS**

### **4.1. Poluentes em Águas**

A poluição dos corpos hídricos por substâncias tóxicas representa um dos principais desafios ambientais da atualidade. Diversos poluentes orgânicos e inorgânicos são despejados diariamente nos ecossistemas aquáticos por atividades industriais, domésticas e agropecuárias. Dentre os mais comuns estão corantes sintéticos, pesticidas, fármacos, metais pesados e hidrocarbonetos, que frequentemente exibem alta estabilidade química e baixa biodegradabilidade, tornando-se difíceis de remover por métodos tradicionais de tratamento (Rocha *et al.*, 2022; Antunes *et al.*, 2020).

Mesmo em concentrações reduzidas, esses poluentes podem comprometer a qualidade da água, afetar organismos aquáticos, acumular-se na cadeia alimentar e gerar riscos à saúde humana. Estudos apontam que compostos como hormônios e corantes afetam o metabolismo, a reprodução e o comportamento de diversas espécies aquáticas (Souza *et al.*, 2018). Diante disso, novas tecnologias de tratamento de água, baseadas em processos sustentáveis e eficientes, têm ganhado destaque na literatura científica.

### **4.2. Azul de Metileno como Poluente Modelo**

O azul de metileno (AM) é um corante catiônico sintético amplamente utilizado em diversos setores industriais, como o têxtil, papel, couro e farmacêutico. Sua estrutura química estável o torna resistente à fotodegradação e à biodegradação, classificando-o como um poluente orgânico persistente. O contato desse corante com ambientes aquáticos interfere na penetração de luz, afeta a fotossíntese de organismos e pode causar efeitos tóxicos em seres vivos, incluindo mutações celulares e distúrbios fisiológicos (Rocha *et al.*, 2022; Kiffer, 2019).

Devido à sua coloração intensa e facilidade de detecção por espectroscopia UV-vis, o azul de metileno tem sido amplamente utilizado como molécula modelo em estudos de

degradação de poluentes por fotocatalise (Vasiljević *et al.* 2020; Zhou *et al.* 2023; Zhang *et al.* 2021). Seu uso permite avaliar de forma precisa a eficiência de nanomateriais e catalisadores aplicados ao tratamento de efluentes contaminados (Sadiq *et al.*, 2021).

#### **4.3. Fotocatálise Mediadas por Semicondutores**

A fotocatalise heterogênea, uma vertente dos Processos Oxidativos Avançados (POAs), baseia-se na ativação de semicondutores por radiação luminosa para promover reações redox que levam à degradação de poluentes orgânicos. Quando excitado por luz, o semicondutor gera pares elétron-buraco ( $e^-/h^+$ ), que interagem com moléculas de água e oxigênio, formando espécies reativas, como radicais hidroxila ( $\bullet\text{OH}$ ), com alto potencial oxidante (Kiffer, 2019).

Materiais como  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  têm sido utilizados como fotocatalisadores devido à sua estabilidade, *band gap* adequado e eficiência na separação de cargas (Gusain *et al.*, 2019). O uso de semicondutores metálicos para aplicações ambientais se destaca por permitir a mineralização de contaminantes de forma eficiente e com geração mínima de subprodutos tóxicos (Souza *et al.*, 2018).

#### **4.4. Dopagem de Semicondutores**

A dopagem é uma técnica empregada para modificar as propriedades eletrônicas e estruturais dos semicondutores, com o objetivo de melhorar sua performance fotocatalítica. Consiste na inserção de íons metálicos (ou não metálicos) na rede cristalina do material, provocando distorções estruturais, criação de vacâncias e alteração do band gap, o que favorece a separação de cargas e reduz sua recombinação (Fernandes, 2018).

No caso da hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), dopantes como cério (Ce) e níquel (Ni) são incorporados para substituir parcialmente o  $\text{Fe}^{3+}$ . Como o  $\text{Ce}^{4+}$  possui maior estado de oxidação, sua presença gera vacâncias de ferro e centros de armadilhamento que são defeitos estruturais ou introduzidos por dopagem que "aprisionam" cargas elétricas por um tempo, ajudando a melhorar o desempenho fotocatalítico do material (Bezerra, *et al.*, 2024), aumentando o tempo de vida dos pares  $e^-/h^+$ . Essas alterações resultam em materiais mais eficientes para a degradação de poluentes orgânicos persistentes (Subha, 2022; Guo *et al.*, 2019).

#### 4.5. Síntese Verde dos Nanomateriais

A síntese verde baseia-se nos princípios da química verde, priorizando rotas sintéticas menos agressivas ao meio ambiente. Essa abordagem substitui reagentes tóxicos por fontes naturais, reduz o consumo energético e a geração de resíduos, sendo uma estratégia sustentável para a produção de nanomateriais (Bertoletti *et al.*, 2023; Silva *et al.*, 2022).

Dentre as rotas verdes, a biossíntese de nanopartículas mediada por extratos vegetais é uma das mais utilizadas. Compostos como flavonoides, terpenoides e taninos presentes em plantas atuam como agentes redutores e estabilizantes na formação das partículas (Ramos, 2018; da Silva, 2020). Além de sustentável, esse método permite o controle da morfologia e das propriedades ópticas e elétricas dos materiais, essenciais para aplicações em fotocatalise (Rocha *et al.*, 2022; Raota, 2018).

Comparado aos métodos convencionais, o uso de extratos vegetais reduz custos, simplifica os processos e valoriza a biodiversidade regional. Isso reforça o potencial das rotas verdes como alternativa tecnológica e ambientalmente responsável na engenharia de materiais.

#### 4.6. Aplicação do *Syzygium cumini* na Síntese Verde

O *Syzygium cumini* (jamelão) é uma espécie nativa da Ásia, amplamente encontrada em regiões tropicais, incluindo o Brasil. Suas folhas, frutos e sementes apresentam alta concentração de metabólitos secundários como polifenóis, flavonoides e taninos, os quais atuam como redutores naturais na biossíntese de nanopartículas (Campos, 2021).

Estudos como os de Yadav *et al*, 2025; Kotakadi *et al*, Elshaer *et al*, 2024, mostraram que o extrato de *S. cumini* é capaz de potencializar óxidos metálicos, com boa estabilidade e desempenho fotocatalítico. A abundância da planta, aliada à eficiência do seu extrato na formação de nanomateriais, a torna uma alternativa viável e sustentável para a síntese verde. Na tabela 1 estão listados alguns trabalhos recentes que utilizaram partes da planta na produção de diferentes nanopartículas com aplicações variadas:

**Tabela 1** – Trabalhos recentes utilizando *Syzygium cumini* na síntese verde de nanopartículas.

Parte da Planta	Nanopartículas	Aplicação	Referência
Folhas	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Remoção de antibióticos de efluentes farmacêuticos	Muzawazi <i>et al.</i> , 2024
Folhas	Ag <sub>2</sub> WO <sub>4</sub>	Adsorção de corante Rodamina B	Silva <i>et al.</i> , 2020
Folhas	SnO <sub>2</sub> – dopado com Fe	Fotocatálise e propriedades magnéticas	Ribeiro <i>et al.</i> , 2024
Sementes	MgO	Tratamento alternativo de doenças	Kotakadi <i>et al.</i> , 2024

#### 4.7. Óxidos de Ferro e suas Aplicações Fotocatalíticas

Dentre os semicondutores aplicados à fotocatalise, os óxidos de ferro destacam-se por sua abundância, baixo custo e relativa estabilidade química. As três principais fases polimórficas são: magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), maghemita ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). A hematita é a mais termicamente estável, com estrutura hexagonal romboédrica e banda proibida entre 2,0 e 2,2 eV, sendo capaz de absorver luz na região visível (NachimuthuK, 2022; Guo *et al.*, 2019).

Apesar de suas vantagens, a hematita apresenta deficiências, como baixa mobilidade de portadores de carga e alta taxa de recombinação (Suman *et al.*, 2020; Subha, 2022). A dopagem com elementos como Ce<sup>4+</sup> e Ni<sup>2+</sup> tem sido empregada para contornar essas limitações. Tais íons substituem Fe<sup>3+</sup> na rede cristalina, gerando deformações estruturais e vacâncias de ferro que favorecem a separação de cargas (Fernandes, 2018). Isso contribui para o aumento da atividade fotocatalítica, tornando os óxidos de ferro dopados materiais promissores para a remediação de poluentes em meio aquoso.

## 5. METODOLOGIA

### 5.1. Área de realização do estudo

Os procedimentos experimentais foram realizados no Laboratório de Síntese de Óxidos Metálicos (Lab. 09) do Instituto Federal do Maranhão (IFMA), Campus Monte Castelo.

Com infraestrutura adequada às exigências da pesquisa científica, o laboratório conta com uma variedade de equipamentos, tais como manta de aquecimento, agitador magnético com controle de temperatura, centrífuga, estufa de secagem, mufla para calcinação, banho ultrassônico, e instrumentos para análises por difração de raios X (DRX) e Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).

## **5.2. Materiais, Reagentes e Equipamentos**

### **5.2.1. Materiais Biológicos e Químicos**

- Folhas de *Syzygium cumini* (jamelão): coletadas manualmente em áreas urbanas não contaminadas a temperatura ambiente (25 °C);
- Etanol 25% (v/v): utilizado como solvente na extração vegetal;
- Nitrato de ferro (III) monohidratado ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ): precursor do óxido de ferro;
- Nitrato de cério (IV) amoniacal ( $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ ): agente dopante;
- Cloreto de níquel ( $\text{NiCl}_2$ ): segundo dopante metálico;
- Corante Azul de Metileno ( $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$ );
- Água destilada: empregada no preparo das soluções e limpeza dos materiais.

### **5.2.2. Equipamentos e Técnicas**

- Agitador magnético com aquecimento controlado ( $\leq 60$  °C);
- Banho ultrassônico;
- Centrífuga digital com controle de velocidade e tempo;
- Estufa de secagem (60 °C);
- Forno mufla (até 600 °C);
- Difratorômetro de raios X (DRX);
- Espectrofotômetro de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).
- Espectrofotômetro UV-Vis (Ultravioleta-Visível)

### 5.3. Preparo do Extrato Vegetal

A obtenção do extrato de *Syzygium cumini* (Figura 1) seguiu uma metodologia padronizada com enfoque na preservação de compostos bioativos com capacidade redutora e estabilizante.

- Coleta e Secagem: Foram coletadas folhas maduras de *S. cumini*, lavadas com água corrente, e dispostas em estufa a 60 °C por 48 horas para desidratação completa.
- Trituração: O material seco foi triturado em liquidificador de alta rotação até obtenção de um pó homogêneo.
- Extração: Pesou-se 50 g do pó vegetal e adicionou-se a 200 mL de etanol a 25% (v/v). A mistura foi submetida a:
  - Banho ultrassônico para promover ruptura celular e liberação de metabólitos;
  - Posteriormente, foi mantida sob agitação magnética contínua por 48 horas à temperatura ambiente (~25 °C) para extração completa.
- Filtração e Armazenamento: O extrato foi filtrado e armazenado a 4 °C em frascos âmbar até o uso.

**Figura 1.** Obtenção do extrato da folha de *Syzygium cumini*



FONTE: Elaborado pelo autor, 2025.

## 5.4. Síntese dos Óxidos Metálicos

A síntese foi realizada por meio da rota sol-gel, um método amplamente utilizado na obtenção de materiais nanométricos devido à sua capacidade de promover uma mistura homogênea em nível molecular e permitir o controle preciso da morfologia e da cristalinidade do produto final (SOUZA *et al.*, 2020). Essa rota envolve a transição de um sistema coloidal (sol) para uma rede tridimensional (gel), por meio de reações de hidrólise e condensação dos precursores metálicos.

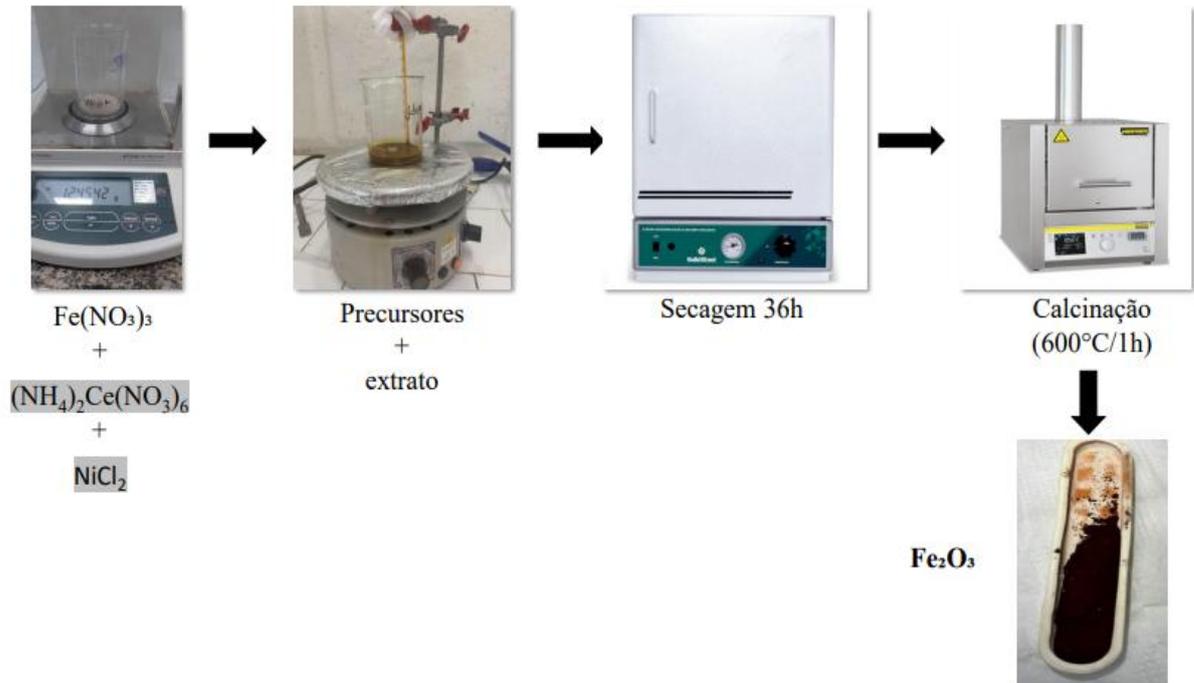
No presente trabalho, o extrato vegetal foi empregado como agente redutor e estabilizante natural, substituindo solventes orgânicos e estabilizantes sintéticos comumente utilizados, o que confere à síntese um caráter mais sustentável e ambientalmente amigável. Segundo Altaf *et al.* (2021), o uso de extratos vegetais em rotas sol-gel contribui não apenas para a estabilização das nanopartículas formadas, mas também para a redução de íons metálicos por meio dos compostos fenólicos, flavonoides e outros metabólitos secundários presentes nas plantas.

### 5.4.1. Biossíntese do Óxido de Ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

- Pesou-se 12,16 g de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  e dissolveu-se em 50 mL de extrato;
- A mistura foi mantida sob agitação magnética contínua por 3 horas, com temperatura controlada a 60 °C, até a formação do gel;
- Após o gel estar formado e estabilizado, foi realizada a rota com extrato;
- A amostra foi submetida à secagem em estufa a 60 °C por 48 horas;
- A calcinação foi realizada em mufla a 600 °C por 1 hora, visando à decomposição do precursor e a formação da fase cristalina do óxido.

A Figura 2, a seguir, ilustra todo o processo descrito.

**Figura 2.** Síntese do  $\text{Fe}_2\text{O}_3$



*FONTE: Elaborado pelo autor, 2025.*

#### 5.4.2. Síntese dos Óxidos Dopados

##### A) Óxido de Ferro dopado com Cério ( $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{Ce}$ 3%)

- Foi adicionada uma massa de 0,4 g de  $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$  (nitrato de amônio cérico) à solução do precursor férrico.
- O processo de síntese seguiu as mesmas etapas da rota verde: agitação por 3 horas, secagem (48 h) e calcinação (600 °C por 1 h).
- A concentração de dopante foi mantida em 3% molar em relação ao ferro.

##### B) Óxido de Ferro dopado com Níquel ( $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{Ni}$ 3%)

Mantendo-se a mesma metodologia anterior, o cério foi substituído por cloreto de níquel ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (nitrato de amônio cérico) em concentração correspondente a 3% molar.

## 5.5. Caracterização

A caracterização dos óxidos metálicos obtidos foi essencial para a compreensão de suas propriedades estruturais e químicas. Foram aplicadas duas técnicas principais: a Difração de Raios X (DRX) e a Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), ambas amplamente utilizadas na análise de nanomateriais obtidos por rotas verdes (Sadiq *et al.*, 2021; Guo *et al.*, 2019).

As análises DRX tiveram como objetivo identificar as fases cristalinas presentes nas amostras, bem como estimar o grau de cristalinidade dos óxidos obtidos. Os difratogramas gerados foram comparados com os padrões do banco de dados JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards), permitindo a confirmação da formação da fase hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ou outras estruturas relacionadas (Shenoy *et al.*, 2023). Além disso, foi possível calcular o tamanho médio dos cristalitos por meio da equação de Scherrer, definida pela equação (1) abaixo:

$$D = \frac{k \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (1)$$

Fonte: Miranda, 2017.

onde  $D$  é o diâmetro médio dos cristalitos (nm),  $k$  é a constante de forma (geralmente 0,9),  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação utilizada (tipicamente Cu K $\alpha$  = 0,15406 nm),  $\beta$  é a largura do pico à meia altura (do inglês, *Full Width at Half Maximum*, FWHM), descrita em radianos e  $\theta$  é o ângulo de Bragg correspondente ao pico (em radianos) (Rodrigues, 2023).

Outra técnica investigada foi a FTIR, utilizada com o objetivo de identificar e localizar os grupos funcionais presentes no extrato vegetal de *Syzygium cumini*, bem como detectar possíveis interações químicas com os óxidos metálicos formados após a síntese. Essa técnica é particularmente útil na síntese verde, pois permite observar bandas de absorção características de compostos orgânicos, como flavonoides, taninos e terpenoides, que podem atuar como agentes redutores ou estabilizantes durante a formação das nanopartículas (Sivalingam *et al.*, 2024; Meena *et al.*, 2024). A presença ou desaparecimento de bandas específicas também indicam modificações químicas na superfície dos óxidos, sugerindo complexações ou adsorções promovidas pelos metabólitos do extrato (Elshaer *et al.*, 2024).

A integração dessas duas técnicas possibilita uma caracterização abrangente dos materiais sintetizados, desde a análise da estrutura cristalina até a identificação dos grupos funcionais presentes na superfície dos óxidos metálicos. Essas abordagens são essenciais para

avaliar a eficácia da rota verde empregada, bem como para compreender os mecanismos envolvidos na formação e modificação das nanopartículas (Radulescu *et al.*, 2023).

## 5.6. Preparação das Amostras para Fotocatálise

Antes dos testes, os pós-calcinados foram submetidos à dispersão ultrassônica (8 min) para garantir homogeneidade das partículas e evitar aglomeração. Cada ensaio utilizou:

- 0,025 g do catalisador (puro ou dopado);
- 100 mL da solução de azul de metileno (100 ppm);
- Suspensões mantidas sob agitação magnética constante a 28 °C.

## 5.7. Ensaio de Fotocatálise

O teste de atividade fotocatalítica foi realizado em um sistema sob luz visível, com coleta de alíquotas temporais para acompanhamento da degradação do corante.

- **Fase Escura (adsorção):** Antes da exposição à luz, cada suspensão foi mantida no escuro por 30 minutos com agitação, para equilíbrio de adsorção/dessorção.
- **Irradiação:** A seguir, as amostras foram expostas à luz visível por 3 horas.
- **Coletas:** Foram retiradas alíquotas de 5 mL a cada 15 minutos, totalizando 9 coletas por ensaio.
- **Centrifugação:** Cada amostra coletada foi centrifugada por 5 minutos a 3000 rpm para separação do catalisador.

A eficiência de remoção do corante azul de metileno, dada em porcentagem, foi determinada por meio da equação apresentada abaixo:

$$E(\%) = \left(1 - \frac{C}{C_0}\right) \times 100 \quad (2)$$

*Fonte: Calciolari, et al, 2022.*

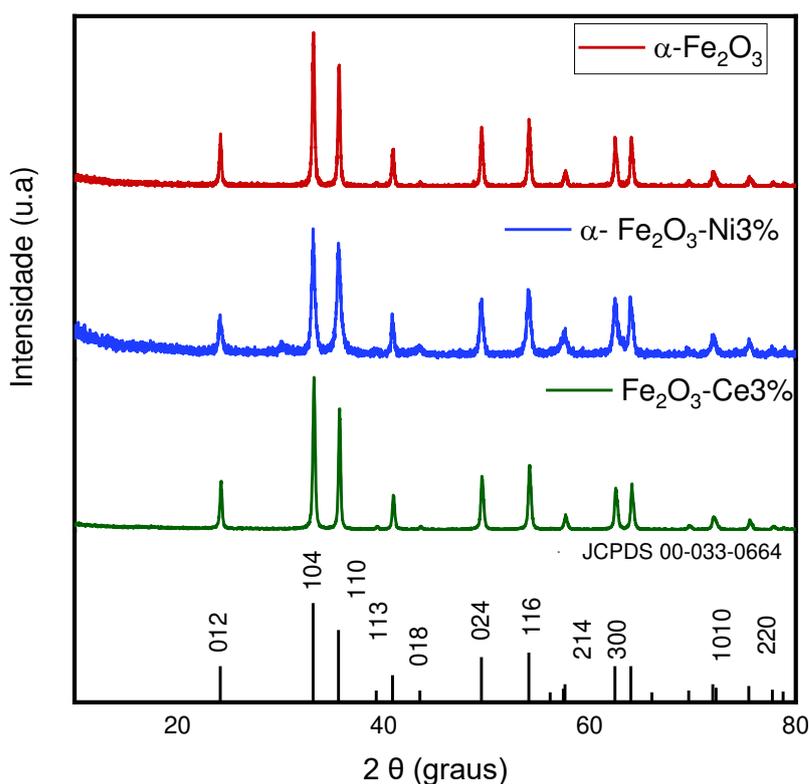
onde  $C$  e  $C_0$  correspondem à concentração final e inicial do composto, respectivamente.

## 6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1. Difração de Raios X (DRX) e Tamanho de Cristalito

A rotação do goniômetro durante a leitura da amostra promove varredura contínua, permitindo que o feixe de raios X interaja com múltiplos planos da rede cristalina. A difração resultante obedece aos critérios da Lei de Bragg, gerando intensidades variáveis conforme os ângulos de incidência. Nesse contexto, cada pico observado no difratograma corresponde à reflexão de um plano cristalográfico específico, como (104), (110), (113), entre outros, característicos da hematita. A identificação dessas fases é feita por comparação com cartas-padrão do JCPDS, como a 33-0664, conforme ilustrado na Figura 3.

**Figura 3.** Difração de Raios X (DRX)



*Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025*

A alta nitidez e simetria dos planos cristalográficos, observados especialmente nos ângulos em torno de  $24,2^\circ$ ,  $33,2^\circ$ ,  $35,6^\circ$ ,  $40,8^\circ$  e  $49,5^\circ$ , confirmam a formação de um material cristalino e presença predominante da fase  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Essa análise qualitativa é fundamental para

assegurar que a síntese conduziu à formação da fase esperada, servindo como controle para posterior comparação com as rotas verdes. Segundo Holanda (2024, p. 17), “a Difractometria de Raios-X é um método analítico usado para identificar e caracterizar a estrutura cristalina de materiais”, sendo amplamente aplicada para detectar a presença de fases únicas ou múltiplas, avaliar a pureza estrutural e analisar alterações provocadas por tratamentos térmicos.

Do ponto de vista das aplicações, a presença predominante da fase hematita é desejável, pois essa estrutura exhibe propriedades favoráveis à fotocatalise, como estabilidade térmica, *bandgap* estreito (~2,1 eV) e capacidade de absorção na região visível do espectro eletromagnético (Sadiq *et al.*, 2023). No entanto, a rota sintética tradicional emprega solventes orgânicos como o etanol e depende de temperaturas elevadas, o que contrasta com os princípios da química verde. Assim, a subsequente análise das rotas verdes buscou verificar se é possível reproduzir essa mesma estrutura com características semelhantes de cristalinidade utilizando o extrato vegetal de *Syzygium cumini*, promovendo um processo ambientalmente mais sustentável (Sadiq *et al.*, 2023).

Os difratogramas obtidos para as amostras de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puro, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado com 3% de níquel e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado com 3% de cério, sintetizados por rota sol-gel, foram analisados com base nos dados de referência do padrão JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) correspondente à hematita ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), também podem ser vistos na Figura 3.

A comparação dos planos cristalográficos experimentais com os dados do padrão revela que todas as amostras apresentam planos característicos da fase romboédrica da hematita (espaço de grupo R-3c), sem a presença de planos cristalográficos adicionais que poderiam indicar a formação de fases secundárias, como óxidos de níquel (NiO, NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) ou óxidos de cério (CeO<sub>2</sub>). Esse resultado sugere que, nas condições de síntese adotadas, tanto o níquel quanto o cério foram eficientemente incorporados na estrutura cristalina da hematita, substituindo parcialmente os íons Fe<sup>3+</sup> na rede, como mostra a Figura 3.

Observa-se, ainda, que nas amostras dopadas ocorre uma leve redução na intensidade dos planos cristalográficos e um alargamento FWHM. Esse comportamento está associado à diminuição do tamanho dos cristalitos e ao aumento da microdeformação da rede cristalina, fenômenos típicos da introdução de dopantes com diferentes raios iônicos em relação ao Fe<sup>3+</sup> (0,645 Å), como é o caso do Ni<sup>2+</sup> (0,69 Å) e Ce<sup>3+</sup>/Ce<sup>4+</sup> (1,01/0,97 Å). Esses resultados indicam uma redução no grau de cristalinidade das amostras dopadas, acompanhada do aumento de defeitos estruturais, tais como vacâncias de oxigênio e distorções locais na rede. A estimativa do tamanho médio de cristalita foi realizada com base na equação de Scherrer, a qual permite

avaliar o tamanho dos domínios cristalinos a partir do alargamento dos picos de difração, sendo amplamente utilizada em estudos de materiais nanométricos.

De acordo com a literatura, a dopagem de hematita com níquel promove melhorias nas propriedades elétricas, magnéticas e catalíticas, devido à geração de defeitos de oxigênio e à modificação das ligações na rede cristalina (RAO *et al.*, 2019). Por sua vez, a dopagem com cério está associada à capacidade do Ce de alternar entre os estados de oxidação  $Ce^{3+}/Ce^{4+}$ , o que favorece a formação de vacâncias de oxigênio e contribui para a modificação estrutural do material (SUNDARAM *et al.*, 2017). Ambos os dopantes, portanto, são responsáveis por alterações no grau de cristalinidade, sem comprometer a formação da fase pura de hematita, o que é desejável para diversas aplicações tecnológicas, como fotocatalise, sensores e dispositivos magnéticos.

Conforme apresentado na Tabela 2, observa-se uma variação significativa na intensidade relativa dos planos cristalográficos principais de difração entre as amostras analisadas. Esses dados reforçam os efeitos estruturais discutidos anteriormente, evidenciando que a dopagem com níquel promove uma redução mais acentuada na cristalinidade do material, enquanto a dopagem com cério mantém uma estrutura mais ordenada. A comparação direta dos valores destaca a influência distinta de cada dopante na organização da rede cristalina da hematita.

**Tabela 2.** Intensidade relativa dos picos principais de difração para as diferentes amostras de  $Fe_2O_3$ .

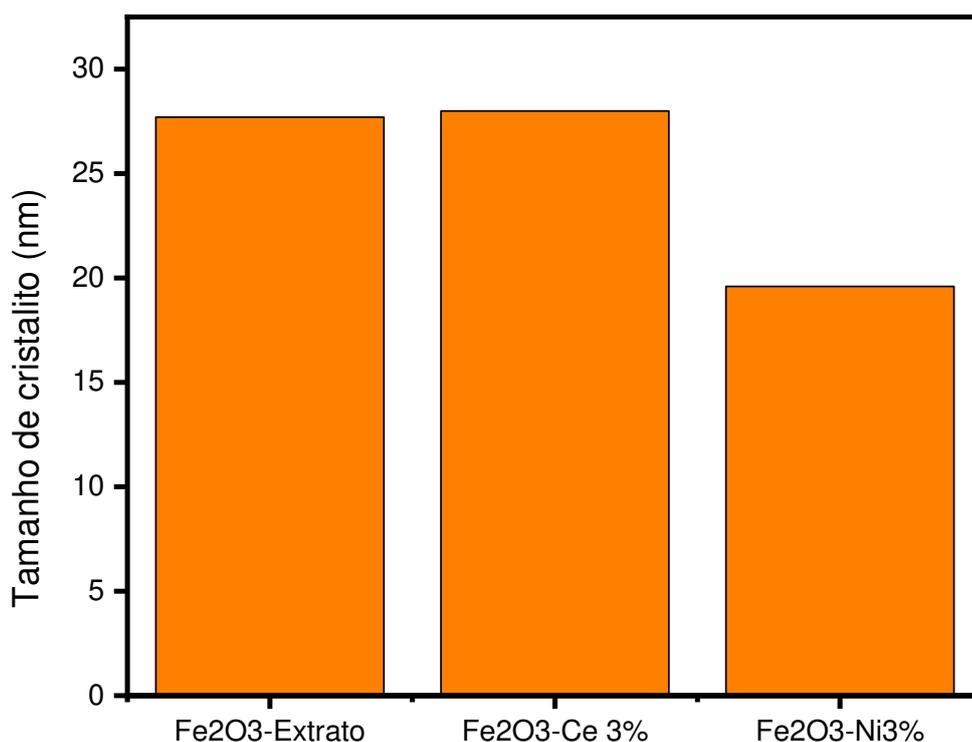
Amostra	Intensidade Relativa (%)
$Fe_2O_3$ - Extrato	27,7
$Fe_2O_3$ : Ce 3%	28,0
$Fe_2O_3$ : Ni 3%	19,6

Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025.

A caracterização por DRX possibilitou a obtenção de dados sobre o tamanho médio dos cristalitos (Figura 4), parâmetro determinante para as propriedades físicas e químicas dos nanomateriais sintetizados. Segundo Mascarenhas *et al.* (2024), “os picos amplos e de baixa intensidade podem também indicar a presença de moléculas orgânicas [...]”, o que está diretamente relacionado ao grau de cristalinidade e ao porte nanométrico das partículas sintetizadas. A largura dos picos de difração à meia altura (FWHM) está inversamente

relacionada ao tamanho do cristalito, conforme descrito pela equação de Scherrer (equação 1). A aplicação desta equação permite quantificar o impacto da síntese e da dopagem na nanoestrutura do material.

**Figura 4.** Análise do tamanho de cristalito nos diferentes  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025.

A dopagem com níquel e cério, nas concentrações utilizadas, tende a influenciar o tamanho de cristalito das nanopartículas de hematita. Geralmente, a introdução de íons dopantes na rede cristalina pode atuar como um inibidor do crescimento dos cristais durante a síntese, resultando em tamanhos de cristalito menores em comparação com a amostra pura (Yekeen *et al*, 2025).

Essa redução no tamanho de cristalito é um fator importante, pois nanopartículas menores possuem uma maior área superficial específica, o que pode aumentar o número de sítios ativos disponíveis para reações superficiais, como a fotocatalise. Estudos como os de Abbas *et al*, (2025) tem demonstrado que o tamanho de cristalito de nanopartículas de óxido de ferro sintetizadas por via verde varia significativamente, com valores típicos entre 20 e 60 nm, dependendo das condições de síntese e do tipo de extrato vegetal utilizado.

A diferença observada no tamanho dos cristalitos entre as amostras dopadas com níquel e cério está relacionada às variações nos raios iônicos e nas valências dos íons dopantes frente ao ferro. O níquel, em particular, pode induzir maior redução na cristalinidade e no tamanho dos cristalitos, devido ao seu raio iônico e à formação de defeitos na estrutura cristalina (Rajenimbalkar *et al*, 2024).

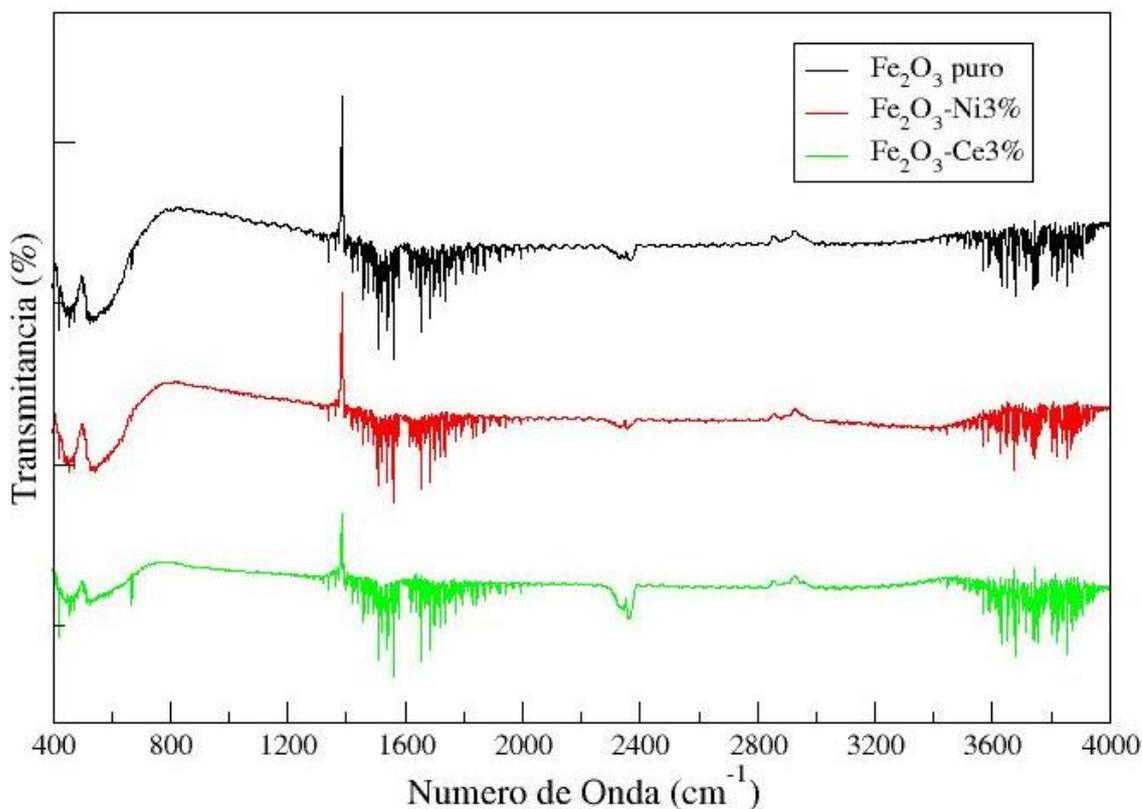
Por outro lado, o cério, com sua capacidade de alternar entre os estados de oxidação  $\text{Ce}^{3+}/\text{Ce}^{4+}$ , pode influenciar a formação de vacâncias de oxigênio e a estabilidade da rede, impactando o crescimento dos cristais de maneira distinta.

A compreensão dessas interações é vital para otimizar as propriedades dos fotocatalisadores, uma vez que a cristalinidade e o tamanho de cristalito são fatores determinantes para a eficiência da separação de cargas fotoinduzidas e, conseqüentemente, para a atividade fotocatalítica do material.

## **6.2. Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

A técnica de FTIR é utilizada para investigar as ligações químicas presentes no material, especialmente as vibrações características das ligações metal-oxigênio (Fe–O), como também mostrar a influência de dopantes na estrutura vibracional da matriz de hematita. Conforme ilustrado na Figura 5, todos os materiais exibem bandas típicas da hematita, especialmente na faixa de 400 a 700  $\text{cm}^{-1}$ , correspondentes às vibrações Fe–O na estrutura cristalina. No entanto, alterações na forma, intensidade e posição dessas bandas ao longo dos espectros dopados indicam modificações estruturais induzidas pela inserção dos íons metálicos Ni e Ce.

**Figura 5.** Análise dos espectros de FTIR das amostras de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  puro,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dopado com Níquel (3%) e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dopado com Cério (3%)



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025.

Na amostra dopada com níquel observa-se um alargamento das bandas na região de  $450\text{--}550\text{ cm}^{-1}$ , além de discretos deslocamentos de frequência (Tabela 2). Este comportamento pode ser explicado pela substituição parcial do íon  $\text{Fe}^{3+}$  (raio iônico  $\approx 0,645\text{ \AA}$ ) pelo íon  $\text{Ni}^{2+}$  (raio iônico  $\approx 0,69\text{ \AA}$ ), o que induz distorções na rede cristalina e promove a formação de vacâncias de oxigênio. Essas alterações estruturais impactam diretamente os modos vibracionais da rede (Zhou *et al.*, 2014).

No caso da amostra dopada com cério, além das alterações nas bandas de Fe–O, surge uma banda adicional na região de  $1050\text{ a }1150\text{ cm}^{-1}$ , que pode ser atribuída às vibrações do modo Ce–O ou à presença de grupos Ce–OH superficiais. A dopagem com Ce é particularmente significativa, uma vez que o íon  $\text{Ce}^{4+}$  (raio iônico  $\approx 0,97\text{ \AA}$ ) apresenta um tamanho significativamente maior em comparação ao  $\text{Fe}^{3+}$ , provocando acentuadas distorções na rede cristalina (Heiba *et al.*, 2024).

Além disso, nota-se um aumento na intensidade das bandas na região de  $1400\text{ a }1600\text{ cm}^{-1}$ , associadas às vibrações de deformação de grupos hidroxila (OH), bem como uma banda

larga na região de 3200 a 3600  $\text{cm}^{-1}$ , correspondente às vibrações de estiramento O–H. Este fenômeno sugere uma maior capacidade de adsorção de umidade e formação de grupos hidroxila na superfície, especialmente na amostra dopada com cério.

De maneira geral, os resultados indicam que tanto a dopagem com níquel quanto com cério promove alterações na estrutura do  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sendo mais pronunciadas na dopagem com cério devido ao seu maior raio iônico e à sua capacidade de múltiplos estados de oxidação ( $\text{Ce}^{3+}/\text{Ce}^{4+}$ ), o que favorece a formação de defeitos estruturais, vacâncias e espécies hidroxiladas.

**Tabela 3.** Atribuições das bandas observadas nos espectros de FTIR das amostras de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  puro e dopado com Ni e Ce, com respectivas alterações estruturais associadas à dopagem.

Região ( $\text{cm}^{-1}$ )	Atribuição	Observação com dopagem
550–450	Fe–O	Leve deslocamento e alargamento com Ni e Ce
660–630	Fe–O (fora do centro)	Pode intensificar ou suavizar
1050–1150	Ce–O ou Ce–OH	Presente apenas na amostra dopada com Ce
1400–1600	Grupos OH adsorvidos	Aumenta com dopagem, principalmente com Ce
3200–3600	O–H (vibração de estiramento)	Aumento de banda devido a hidroxilas superficiais, mais evidente no $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Ce

*Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025.*

Esses resultados estão em concordância com a literatura, que aponta que a dopagem de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  com metais de transição, como Ni, e terras raras, como Ce, promove modificações estruturais detectáveis por FTIR, além de impactar significativamente as propriedades físico-químicas dos materiais, como condutividade, atividade catalítica e estabilidade térmica (Zhou *et al.*, 2014; Heiba *et al.*, 2024; Socrates, 2001).

### 6.3 Atividade fotocatalítica

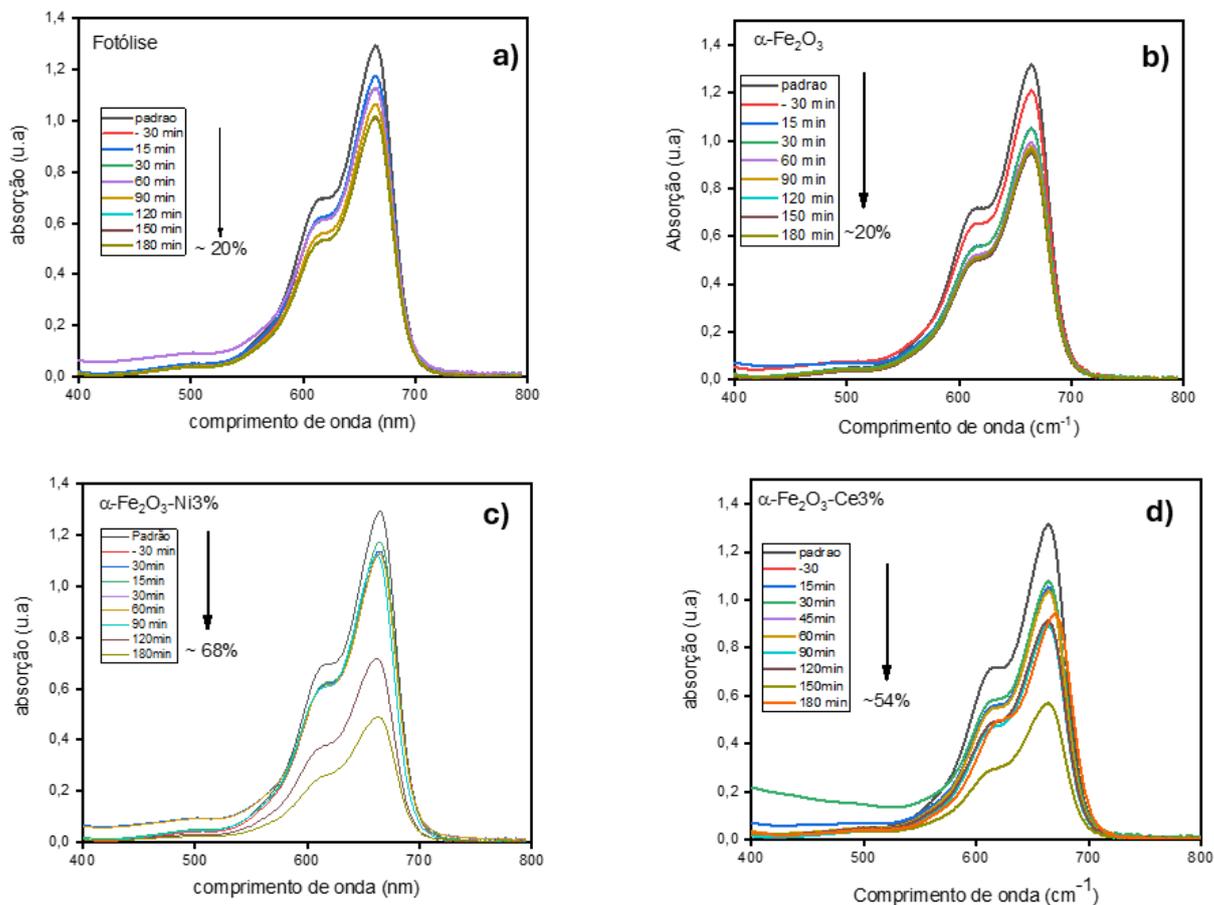
Os ensaios fotocatalíticos realizados com hematita pura ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dopado com 3% de níquel (Ni) e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dopado com 3% de cério (Ce) demonstraram diferenças significativas na eficiência de degradação do corante azul de metileno, evidenciando o impacto da dopagem nas propriedades fotocatalíticas do material

A atividade fotocatalítica dos compostos sintetizados foi investigada por meio da fotodegradação do corante azul de metileno (AM). Os experimentos iniciais foram conduzidos utilizando 10 mg dos óxidos de ferro em contato com 40 mL de solução do corante, na concentração de 10 ppm. Para verificar se os materiais apresentam atividade fotocatalítica, foi monitorado o pico de absorção característico do AM, por meio de análises espectrofotométricas realizadas em intervalos regulares de tempo utilizando um espectrofotômetro UV-Vis.

#### **6.4. Fotodegradação do Azul de metileno**

Para investigar a degradação de 10 ppm de AM os ensaios foram realizados na presença de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado com Ni e Ce e a fotólise sob iluminação visível. Nos primeiros 30 minutos, todas as amostras foram deixadas na ausência de luz de forma a eliminar a influência da adsorção na fotocatalise. A **Figura 6 (a-c)** mostram a fotodegradação do AM na fotólise, na presença de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado com Ni e Ce. A Figura 6 (a-c) mostra os gráficos de pseudo primeira ordem da fotodegradação de AM na fotólise, em presença de  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado com Ni e Ce.

**Figura 6.** Comparação da eficiência fotocatalítica na degradação do corante azul de metileno (10 mg/L) pelas amostras de  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  puro,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dopado com 3% de níquel e  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  dopado com 3% de cério (50 mg de catalisador em 50 mL de solução) sob irradiação de luz visível.



Fonte: Elaborado pelo Autor, 2025.

A figura 6 (a-d) apresenta os espectros de absorção do corante azul de metileno em função do tempo de irradiação, com o objetivo de avaliar a eficiência fotocatalítica de diferentes amostras de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), puras e dopadas com níquel (Ni) e cério (Ce). A análise desses espectros permite compreender o desempenho dos materiais na fotodegradação do corante, processo relevante para aplicações em tratamento de efluentes contaminados com compostos orgânicos.

No gráfico identificado como (a), observa-se a curva referente à fotólise, ou seja, à degradação do azul de metileno sob irradiação luminosa sem a presença de catalisador. Após 180 minutos de exposição, há uma redução na absorbância do corante, resultando em aproximadamente 20% de degradação. Esse valor serve como referência para comparar o desempenho dos catalisadores testados. A amostra de hematita pura, representada no gráfico

(b), também apresenta cerca de 20% de redução da absorbância ao final do tempo de irradiação. Ou seja, nas condições experimentais utilizadas, a hematita sem dopagem não apresenta atividade fotocatalítica significativa, agindo de maneira semelhante à fotólise simples, isso pode estar relacionado à baixa separação de pares elétron-buraco e à recombinação rápida dos portadores de carga gerados pela luz, limitando a geração de espécies oxidantes necessárias à degradação do corante. O  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , apesar de possuir um band gap teórico estreito ( $\sim 2,1$  eV) que permite a absorção de luz na região visível, apresenta limitações intrínsecas relacionadas à rápida recombinação dos pares elétron-buraco ( $e^-/h^+$ ), o que compromete sua eficiência fotocatalítica (Zhang *et al.*, 2022).

A introdução de elementos dopantes, como Ni e Ce, visa melhorar essas limitações por meio da modificação das propriedades estruturais e eletrônicas do material. A dopagem da hematita com 3% de níquel (Ni), mostrada no gráfico (c), promove uma redução expressiva na absorbância do azul de metileno, atingindo cerca de 68% de degradação após 180 minutos. Esse resultado evidencia uma melhora substancial na atividade fotocatalítica do material. A introdução de íons  $\text{Ni}^{2+}$  na estrutura da hematita pode ter favorecido a separação de cargas, reduzido a recombinação eletrônica e promovido um melhor aproveitamento da radiação incidente, aumentando a formação de espécies reativas, como radicais hidroxila, responsáveis pela quebra do corante. A incorporação de  $\text{Ni}^{2+}$  na matriz do  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  induz a formação de vacâncias de oxigênio, que atuam como sítios ativos, promovendo maior mobilidade das cargas e facilitando a geração de espécies reativas, como os radicais hidroxila ( $\bullet\text{OH}$ ) e superóxido ( $\text{O}_2^{\bullet-}$ ) (Zhang *et al.*, 2022; Liu *et al.*, 2022).

A amostra dopada com 3% de cério (Ce), representada no gráfico (d), também apresenta desempenho superior ao da hematita pura, com aproximadamente 54% de degradação do azul de metileno. Embora não tão eficaz quanto a dopagem com níquel, o cério contribui para a melhoria da fotodegradação possivelmente por meio de sua capacidade redox  $\text{Ce}^{4+}/\text{Ce}^{3+}$ , que facilita o transporte de elétrons e prolonga o tempo de vida útil dos pares de cargas gerados. Por sua vez, a dopagem com cério mostrou-se ainda mais eficiente na melhoria da atividade fotocatalítica. A presença de Ce promove um aumento significativo na concentração de vacâncias de oxigênio, devido à diferença de valência e ao maior raio iônico do  $\text{Ce}^{3+}$  em relação ao  $\text{Fe}^{3+}$ , o que gera distorções na rede cristalina e contribui para a melhoria da eficiência na separação de cargas (Liu *et al.*, 2023; Khan *et al.*, 2021).

A dopagem da hematita com metais como níquel e cério é uma estratégia eficiente para ampliar sua aplicação em processos de fotodegradação de poluentes orgânicos. O níquel

demonstrou ser o dopante mais eficaz dentre os testados, promovendo a maior taxa de degradação do azul de metileno. Esses resultados reforçam o potencial dos materiais dopados para uso em tecnologias sustentáveis de tratamento de águas contaminadas.

De modo geral, os mecanismos de atuação das dopagens podem ser atribuídos a três fatores principais: (i) modificação do *band gap*, que influencia a absorção de luz; (ii) incremento da densidade de vacâncias de oxigênio, que favorece a geração de espécies reativas; e (iii) aprimoramento na dinâmica de separação dos pares elétron-buraco, reduzindo significativamente os processos de recombinação. Estes fatores, em conjunto, resultam na melhoria da eficiência na degradação do corante azul de metileno observada nas amostras dopadas em comparação ao Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puro.

Tais resultados corroboram os achados de Zhang *et al.* (2022), Liu *et al.* (2023) e Liu *et al.* (2022), os quais destacam que a dopagem de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com metais de transição, como Ni, e terras raras, como Ce, promove melhorias substanciais nas propriedades fotocatalíticas, especialmente pela geração controlada de defeitos estruturais, como vacâncias de oxigênio, e pela modulação das propriedades eletrônicas do semicondutor.

## 7. CONCLUSÃO

Este trabalho demonstrou a viabilidade e a eficácia da síntese verde de nanopartículas de hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) puras e dopadas com cério (Ce) e níquel (Ni), utilizando extrato de folhas de *Syzygium cumini*. A abordagem biossintética não apenas se alinha aos princípios da química verde, reduzindo o uso de reagentes tóxicos e o impacto ambiental, mas também se mostrou promissora na obtenção de materiais com propriedades fotocatalíticas aprimoradas. As caracterizações por DRX e FTIR confirmaram a formação dos óxidos de ferro e a incorporação dos dopantes, evidenciando as alterações estruturais que favorecem a separação de cargas e a atividade fotocatalítica. A avaliação da eficiência na degradação do corante azul de metileno reforça o potencial desses fotocatalisadores para aplicações na remediação de poluentes aquáticos, contribuindo para soluções sustentáveis no tratamento de efluentes.

Os resultados obtidos neste estudo abrem caminhos para futuras pesquisas no desenvolvimento de fotocatalisadores mais eficientes e ambientalmente amigáveis. A utilização de recursos naturais abundantes como o *Syzygium cumini*, combinada com a modificação estratégica de nanomateriais, representa um avanço significativo na busca por tecnologias inovadoras para a despoluição da água. A integração da síntese verde com a fotocatalise heterogênea não só oferece uma alternativa promissora aos métodos convencionais, mas também destaca a importância da valorização da biodiversidade local e do alinhamento com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável, promovendo um futuro mais limpo e sustentável.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABBAS, N.; Oumena, M. I.; Rekani, M.; Canle, M.; Oumnia, K.; Gnasekarana, L.; Barceló, D.; Vasseghian, Y.; Billah, H. A. E. M. Green synthesis and analysis of iron oxide nanoparticles for methylene blue degradation by Fenton-like process: Antimicrobial properties and integrated AI-GA modeling. **Inorganic Chemistry Communications**. 2025. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S138770032500382X>
- ALTAF, S. et al. Green synthesis of iron oxide nanoparticles: characterization and application for wastewater treatment. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, 226, 112826, 2021.
- ANTUNES, L. N. **Avaliação ambiental do aproveitamento de água pluvial infiltrada em um sistema de pavimento permeável em comparação com um sistema de drenagem convencional por meio da avaliação do ciclo de vida**. Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 2020.
- BERTOLETI, Luana Malaquias *et al.* Síntese verde e caracterização de nanopartículas de ferro valência zero utilizando diferentes extratos de plantas. 2023. **Dissertação de Mestrado**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.
- BEZERRA, Anderson M. et al. CaSO<sub>4</sub> doped with manganese and terbium (CaSO<sub>4</sub>: Mn, Tb): a new phosphor for radiation dosimetry. In: **Proceedings of the 26. Brazilian congress on medical physics; 9. Latin American Congress on medical physics**. 2022. p. 2-2.
- BRAGA, João Paulo. Estudo das propriedades elétricas e morfológicas de transistores de filme fino de óxido de zinco processados por solução. **Tese (Doutorado em Biofísica Molecular)** – Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2023. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/244089>.
- BRAGA, João Paulo. **Influência da atmosfera e da incidência de radiação ultravioleta nas propriedades elétricas de transistores de filme fino de óxidos metálicos processados por solução**. 2018.
- CALCIOLARI, André Ricardo et al. Remoção do corante azul de metileno de solução aquosa usando biomassa de pele prata de café (coffee silverskin) como bioadsorvente de baixo custo. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 27, n. 3, p. e20220141, 2022.

CAMPOS, Matheus *et al.* Impactos ambientais, sociais e econômicos da conversão para a produção de leite orgânico em propriedades familiares na Bacia Hidrográfica do Rio Paraná III. **Cadernos de Agroecologia**, v. 13, n. 1, 2018.

CAMPOS, Ranayanne Suylane Pereira. Caracterização química do extrato da Imburana (*Commiphora Leptophloeos*) e seu emprego na síntese verde de partículas de CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. 2021. **Dissertação de Mestrado**. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

CHRISTOPHOLI, Leticia Patricio et al. **Nanocompósitos de óxido de grafeno reduzido contendo óxidos metálicos e moléculas orgânicas para aplicações em fotovoltaicos**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

CORREIA, Elvis Naoto Nishida. Desenvolvimento de um novo pré-catalisador polimérico contendo Pd(II): preparação, caracterização e aplicações em reações de acoplamento-cruzado do tipo C-C com a abordagem da química verde. **Tese (Doutorado em Química)** – Programa de Pós-Graduação em Química, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2022. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/235685>.

DA ROCHA, Lizandra Viana Maurat *et al.* Molybdenum trioxide (MoO<sub>3</sub>): a scoping review of its properties, synthesis and applications: Trióxido de molibdênio (MoO<sub>3</sub>): uma revisão de escopo de suas propriedades, síntese e aplicações. **CLIUM. org**, v. 24, n. 6, p. 443-462, 2024.

DE ALMEIDA, Queli Aparecida Rodrigues; SILVA, Geovani Aristeu Lima. Química verde em métodos sintéticos: aplicação de novas metodologias experimentais na formação de professores de química. **Experiências em Ensino de Ciências**, v. 14, n. 3, p. 289-304, 2019.

DE JESUS, Mariana Silva *et al.* Métodos de avaliação de impactos ambientais: uma revisão bibliográfica. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 4, p. 38039-38070, 2021.

DOMINGUES, Larissa de A.; MAGALHÃES, Cássia G.; SANDRI, Marilei CM. **Síntese do Ácido Acetilsalicílico: Uma proposta para Laboratórios de Graduação empregando a Química Verde**. Futuro do Pretérito na Celebração do Ano Internacional das Ciências Básicas para o Desenvolvimento Sustentável da UNESCO: Reflexões a partir do Ensino de Química, Educação Química, Sustentabilidade e a Semana de Arte Moderna no Brasil, 2022.

ELSHAER, M. A. A. *et al.* Green synthesis of silver and ferric oxide nanoparticles using *Syzygium cumini* leaf aqueous extract. **Waste and Biomass Valorization**, 2024. DOI: 10.1007/s12649-024-02555-8.

ELSHAER, Mohammed AA *et al.* Green Synthesis of Silver and Ferric Oxide Nanoparticles Using *Syzygium cumini* leaf extract and their antifungal activity when applied to Oak wood and paper pulp from *imperata cylindrica* Grass Biomass. **Waste and Biomass Valorization**, v. 15, n. 11, p. 6191-6211, 2024.

Farooq, U.; Ahmad, T.; Naaz, F.; ul Islam, S. Review on metals and metal oxides in sustainable energy production: Molecular design of fuels for maximum spark-ignition engine efficiency. **Energy & Fuels**, v. 37, p. 2213–2229, 2023.

DOI: 10.1021/acs.energyfuels.2c03396

FERNANDES, Luiz Carlos. Síntese de óxidos  $Ni_{1-x}Cu_xWO_4$  tipo wolframatos por coprecipitação e precipitação química. 2018. **Dissertação** (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufersa.edu.br/handle/prefix/3724>.

GAVIM, Anderson Emanuel Ximim. Influência de óxidos metálicos e pequenas moléculas na performance e estabilidade de células solares orgânicas. 2022. **Tese** (Doutorado em Engenharia Elétrica e Informática Industrial) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2022.

GOMES, Adson de Santana. Avaliação dos impactos relacionados ao uso da água no emprego do método de fraturamento hidráulico para exploração de shale gas na região do Aquífero São Sebastião (BA). Orientador: Jailson Bittencourt de Andrade. 2021. 93 f. **Dissertação** (Mestrado Profissional em Desenvolvimento Sustentável) – Centro Universitário SENAI CIMATEC, Salvador, 2021.

HEIBA, Zein K.; ABOZIED, Asmaa M.; BADAWI, Ali; MOUHAMMAD, Saif A.; MOHAMED, Mohamed Bakr. Effect of Ce-doping on the structural, optical and photoluminescence characteristics of nano  $Zn_{0.75}Cd_{0.25}S$ . **Optical Materials**, v. 154, 2024, p. 115656. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2024.115656>.

KIFFER, Klaus Piaia. Processos Oxidativos Avançados (POAs). 2019. **Tese de Doutorado**. PUC-Rio.

KOTAKADI, Sai Manogna; BANGARUPETA, Manpreet Jivin; KANDATI, Kusuma; BORELLI, Deva Prasad Raju; SAYYED, Jaheera Anwar; SHAIK, Mannur Ismail; NANNEPAGA, John Sushma. Biosynthesized MgONPs using *Syzygium cumini* seed extract: characterization, in vitro anti-oxidant and anti-microbial activity. **Biotechnology Reports**, [S.l.], v. 43, e00846, 2024. ISSN 2215-017X. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.btre.2024.e00846>. Acesso em: 3 jul. 2025.

KUNDU, Sani *et al.* Thermally synthesized hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles as efficient photocatalyst for visible light dye degradation. **RSC Advances: Accepted Manuscript**, [s. l.], ano 2024, p. 28944 - 28955, 21 ago. 2024. DOI DOI <https://doi.org/10.1039/D4RA04316B>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/2024/ra/d4ra04316b>. Acesso em: 16 jun. 2025.

LIU, Haimei; QIAN, Cheng; WANG, Tao; WANG, Sheng. N-doping TiO<sub>2</sub> spheres with enriched oxygen vacancies for photocatalytic hydrogen evolution. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 156, 2023, p. 111212. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2023.111212>.

LOPES, Carla Regina Borges. Síntese verde de nanopartículas de prata e ouro e sua aplicação na determinação de mercúrio. 2018. **Tese de Doutorado**. Universidade Federal de São Paulo.

Meena, J.; Sivasubramaniam, S. S.; David, E.; Santhakumar, K. Green supercapacitors: review and perspectives on sustainable template-free synthesis of metal and metal oxide nanoparticles. **RSC Sustainability**, v. 2, p. 1224–1245, 2024. DOI: 10.1039/D4SU00009A

Nair, G. M.; Sajini, T.; Mathew, B. Advanced green approaches for metal and metal oxide nanoparticles synthesis and their environmental applications. **Talanta Open**, v. 4, p. 100080, 2022. DOI: 10.1016/j.talo.2021.100080

NETO, Milton Vizini Correa *et al.* Efeitos do reforço na pasta de cimento portland com óxido de grafeno obtido por métodos de química verde. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 11, 2020.

PATROCINIO, Katiana Lima do. **Síntese de acil fosfodiésteres por mecanoquímica: uma metodologia de química verde**. 2019. periodicos.capes.gov.br Porto Editora – processo LD na Infopédia [em linha]. Porto: Porto Editora. [consult. 2025-05-16 01:19:11]. Disponível em [https://www.infopedia.pt/\\$processo-ld](https://www.infopedia.pt/$processo-ld).

Radulescu, D.-M.; Surdu, V.-A.; Ficai, A.; Ficai, D.; Grumezescu, A.-M.; Andronescu, E. Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles: a review of the principles and biomedical applications. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 24, n. 20, 15397, 20 out. 2023. DOI: 10.3390/ijms242015397

Rajenimbalkar, R. S.; Deshmukh, V. J.; Patankar, K. K.; Somvanshi, S. B. Effect of multivalent ion doping on magnetic, electrical, and dielectric properties of nickel ferrite nanoparticles. **Scientific Reports**. 2024. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-024-81222-3>

RAMOS, Jéssyca Christina Fortes. Síntese verde de nanopartículas de prata mediada por extrato da casca do *Anacardium microcarpum* Ducke: caracterização e atividade biológica. 2018. **Dissertação** (Mestrado em Ciência da Computação) – Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Petrônio Portela, Teresina, 2018. Disponível em: <http://hdl.handle.net/123456789/945>.

RAO, T. V. *et al.* Effect of Ni doping on the structural, magnetic and optical properties of  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  nanoparticles synthesized via sol–gel method. **Materials Chemistry and Physics**, 2019.

RAOTA, Camila Suliani. Síntese verde de nanopartículas de prata a partir do extrato do bagaço de *Vitis labrusca* (cultivar Ives), caracterização e aplicação na desinfecção de efluentes industriais. 2019. **Dissertação** (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2019. Disponível em: <https://repositorio.ucs.br/11338/4396>.

RIAZ, T. *et al.* Phyto-mediated synthesis of nickel oxide (NiO) nanoparticles using leaves' extract of *Syzygium cumini* for antioxidant and dyes removal studies from wastewater. **Inorganic Chemistry Communications**, n. 144, p. 109656, 2022. DOI: 10.1016/j.inoche.2022.109656.

ROCHA, Delma da Gama *et al.* **Síntese e caracterização dos fotocatalisadores SnO<sub>2</sub>, NiO e SnO<sub>2</sub>/NiO5%, aplicados na degradação do potencial poluente orgânico azul de metileno.** 2022.

RODRIGUES, Lídia Quirino. Estudo do desempenho de sensores interferométricos de fibra ópticas com nanopartículas. 2023. 93 f. **Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Centro de Tecnologia**, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2023.

SADIQ, H. *et al.* Green synthesis of ZnO nanoparticles from *Syzygium cumini* leaves extract with robust photocatalysis applications. **Journal of Molecular Liquids**, v. 335, p. 116567, 2021. DOI: 10.1016/j.molliq.2021.116567.

SANTOS, Lucas Fugikawa. Óxidos metálicos semicondutores processados por solução aplicados em transistores de filme fino. 2019. **Tese (Livre-docência)** – Universidade Estadual Paulista, Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Rio Claro, 2019. Disponível em: <http://hdl.handle.net/11449/250467>.

SCARABELLO, Douglas. Síntese e caracterização de heteroestrutura de óxidos metálicos: uma nova estrutura para o sensoriamento de acetona. 2024. **Dissertação** (Mestrado em

Química) – Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química, Araraquara, 2024.

Disponível em: <https://hdl.handle.net/11449/256863>.

SHENOY, Sulakshana *et al.* **Mixed-phase Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> derived from natural hematite ores/C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Z-scheme photocatalyst for ofloxacin removal.** *Catalysts*, v. 13, n. 5, p. 792, 2023.

SILVA, ADRIELE SANTOS DA. **EXTRATOS VEGETAIS E NANOPARTÍCULAS BIOSSINTETIZADAS COMO INIBIDORES DE *Xanthomonas phaseoli pv. manihotis*.** 2020. 78 f. Dissertação de mestrado (PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MICROBIOLOGIA AGRÍCOLA) - UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA, CRUZ DAS ALMAS – BAHIA, 2020. Disponível em: [https://www1.ufrb.edu.br/pgcienciasagrarias/images/DISSERTA%C3%87%C3%83O\\_-\\_PPGMA\\_-\\_PPGCAG\\_-\\_Adrielle\\_Santos\\_Silva.pdf](https://www1.ufrb.edu.br/pgcienciasagrarias/images/DISSERTA%C3%87%C3%83O_-_PPGMA_-_PPGCAG_-_Adrielle_Santos_Silva.pdf). Acesso em: 26 dez. 2024.

SILVA, Anelisse Brunca da. **Investigação do efeito da modificação da hematita por óxidos metálicos que atuam em diferentes funções para o aumento da atividade fotoeletrocatalítica.** 2020. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SILVA, Gabriela Nunes *et al.* **Desenvolvimento de fotocatalisadores híbridos entre óxidos metálicos e complexo fac-[ClRe (CO) 3 (dcbH<sub>2</sub>)] com alta atividade para redução de CO<sub>2</sub> em CO sob irradiação visível.** 2023.

SILVA, Luciano P. *et al.* **Síntese verde de nanomateriais. NANOTECNOLOGIA: CONSIDERAÇÕES EM MATERIAIS, SAÚDE E MEIO AMBIENTE**, p. 101, 2022.

SIVALINGAM, S. *et al.* Green synthesis of cadmium oxide nanoparticles (CdO-NPs) using *Syzygium cumini*: exploring industrial applications of CdO NPs as a corrosion inhibitor of mild steel in the acidic environment. *RSC Advances*, v. 12, p. 7932-7939, 2024. DOI: 10.1039/D4RA00560K.

SOCRATES, G. **Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts.** 3. ed. John Wiley & Sons, 2001.

Soltys, L.; Olkhovyy, O.; Tatarchuk, T.; Naushad, M. Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles: principles of green chemistry and raw materials. *Magnetochemistry*, v. 7, n. 11, p. 145, 31 out. 2021. DOI: 10.3390/magnetochemistry7110145

SOUZA, Elizabeth Fátima de *et al.* Comparação dos processos de síntese e do desempenho de fotocatalisadores para a degradação do corante rodamina B. *Engenharia Sanitaria e Ambiental*, v. 23, n. 04, p. 791-799, 2018.

SOUZA, R. F. et al. Síntese sol-gel: fundamentos e aplicações em materiais cerâmicos e catalíticos. **Revista Virtual de Química**, 12(2), 2020.

SUBHAN, Md Abdus; NEOGI, Newton; CHOUDHURY, Kristi Priya. **Industrial manufacturing applications of zinc oxide nanomaterials: A comprehensive study. Nanomanufacturing**, v. 2, n. 4, p. 265-291, 2022.

SUNDARAM, K. M. *et al.* Structural and magnetic properties of Ce-doped hematite nanoparticles prepared by sol-gel method. **Journal of Alloys and Compounds**, 2017.

THOMAZ, Kelly Taise Cabral. Síntese de Fotoeletrodos de Hematita de Alto Desempenho Obtidos por Rotas Químicas para Aplicação na Reação de Quebra da Molécula da Água Induzida pela Luz Solar. 2024. **Tese de Doutorado**. Universidade Estadual de Campinas.

VASILJEVIĆ, Z. Z. *et al.* Photocatalytic degradation of methylene blue under natural sunlight using Fe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub> nanoparticles prepared by a modified sol-gel method. **Royal Society Open Science**, v. 7, p. 200708, 2020. DOI: 10.1098/rsos.200708. x-mol.com+3x-mol.com+3scirp.org+3link.springer.com+4royalsocietypublishing.org+4datadryad.org+4

VIEIRA, Rômulo; MASCARENHAS, Saulo Jhonata; LIMA, Gabriel; LIMA, Raquel; GONÇALVES, Luana. Phytosynthesis of iron oxide nanoparticles and application in the photocatalytic degradation of methylene blue. **XIV Encontro de Catálise do Norte, Nordeste e Centro-Oeste**, Brasil, 2024.

YADAV, Abhiruchi et al. Syzygium cumini leaf extract mediated green synthesis of ZnO nanoparticles: A sustained release for anticancer, antimicrobial, antioxidant, and anti-corrosive applications. **Journal of Molecular Structure**, v. 1325, p. 141017, 2025.

Yekeen, M. O.; Ibrahim, M.; Wachira, J.; Pramanik, S. Green Synthesis and Characterization of Iron Oxide Nanoparticles Using Egeria densa Plant Extract. **Appl. Biosci.** 2025. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2813-0464/4/2/27>

ZANOTELLI, JULIA CORDEIRO; VIEIRA, THALYA FORTUNA. **IMPACTOS AMBIENTAIS NA CONSTRUÇÃO DE UM ATERRO UTILIZANDO A FERRAMENTA DE AVALIAÇÃO DO CICLO DE VIDA: COMPARAÇÃO ENTRE AGREGADOS CONVENCIONAIS E SIDERÚRGICOS DO TIPO LD.** 2023.

ZHANG, X. *et al.* Co- and Ti-co-modified Ni-rich NCM-811 cathode materials for high-voltage and high-rate performance in Li-ion batteries. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 13, n. ???, p. ???-???, 2021. DOI: 10.1021/acsomega.1c03195.

ZHOU, H. *et al.* Efficient photocatalytic degradation of methylene blue dye from aqueous media using CeO<sub>2</sub>-NP/PAM/graphene oxide ternary composite. **ACS Omega**, v. 8, n. ???, p. ???-???, 2023. DOI: 10.1021/acsomega.3c00198. pubs.acs.org

ZHOU, J. *et al.* Synthesis and characterization of Ni-doped hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles for photocatalytic applications. **Journal of Materials Science**, 2014.

ZORZO, Felipe Bernardi et al. Desenvolvimento sustentável e Agenda 2030: uma análise dos indicadores brasileiros. **Revista Gestão e Desenvolvimento**, v. 19, n. 2, p. 160-182, 2022.