

## Obtenção e caracterização de óxido de cobre (I) recoberto com sulfeto de zinco

JOÃO LUCAS MACHADO<sup>1</sup>; SERGIO DA SILVA CAVA<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – joaol.machados@outlook.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – sergio.cava@ufpel.edu.br

### 1. INTRODUÇÃO

A água é uma das maiores preocupações da humanidade, sendo um recurso essencial para a sobrevivência de todos os seres vivos. Nos tempos atuais, a descontaminação da água é um tema amplamente estudado, com diversas abordagens sendo exploradas. Entre elas, destaca-se a fotocatalise heterogênea, que utiliza semicondutores cerâmicos para promover a degradação de poluentes. Esses materiais possuem um band gap relativamente baixo, o que permite a ativação pela luz, tornando-os eficientes para processos de purificação da água (NOGUEIRA, R. F., & Jardim, W. F., 1998).

O óxido de cobre (I) ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) possui um gap de energia de 2,1 eV, permitindo a absorção de luz visível, o que é potencialmente útil para fotocatalise. No entanto, sua alta atividade química, torna o material instável em reações redox, dificultando seu uso fotocatalítico. Essa reatividade excessiva torna o  $\text{Cu}_2\text{O}$  mais propenso à redução e oxidação, em comparação a outros óxidos de cobre, como  $\text{CuO}$  e  $\text{Cu}_4\text{O}_3$ . Além disso, vacâncias de oxigênio (VO) na estrutura do  $\text{Cu}_2\text{O}$  também afetam negativamente sua eficiência fotocatalítica (PIMENTA, V. J., 2021).

Devido as limitações do óxido cuproso como sua alta taxa de recombinação de pares elétron-lacuna e sua tendência à instabilidade, este trabalho propõe o recobrimento do  $\text{Cu}_2\text{O}$  com sulfeto de zinco ( $\text{ZnS}$ ). O  $\text{ZnS}$ , um semicondutor com propriedades complementares, pode atuar como uma barreira eficaz para a recombinação de cargas e ampliar a absorção de luz, otimizando o processo de fotocatalítico (FERRER, M. M., 2012).

O método de síntese escolhido para o recobrimento é o hidrotérmico assistido por microondas, onde ele possibilita aquecimento rápido e uniforme, que acelera as reações e garante uma distribuição homogênea dos materiais. Este método permite o controle da morfologia e estrutura das partículas, resultando em um material com propriedades otimizadas (ÜCKER, C. L. 2018).

Portanto, como objetivo este trabalho tem o recobrimento do óxido cuproso com sulfeto de zinco, formando uma heteroestrutura e caracterização do material através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX).

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE COBRE

Para sintetizar o óxido cuproso, utilizou-se o método de agitação magnética, empregando como reagentes o nitrato de cobre [ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ], hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) e ácido ascórbico ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ).

Primeiramente, em um béquer, foram dissolvidos 1 mol de nitrato de cobre em 50 mL de água destilada. Em outro béquer, pesou-se 2 mol de hidróxido de sódio, que foi adicionado à solução de nitrato de cobre. Por fim, pesaram-se 4 mol de ácido ascórbico em um pedaço de papel alumínio, que também foi adicionado à solução. Esses reagentes permaneceram em agitação magnética por 20 minutos.

Em seguida, a solução foi lavada em uma centrífuga até que seu pH fosse aproximadamente 7. Finalmente, o líquido foi seco em uma estufa, e o pó de óxido cuproso foi obtido.

## 2.2 OBTENÇÃO DO ÓXIDO DE COBRE RECOBERTO COM SULFETO DE ZINCO

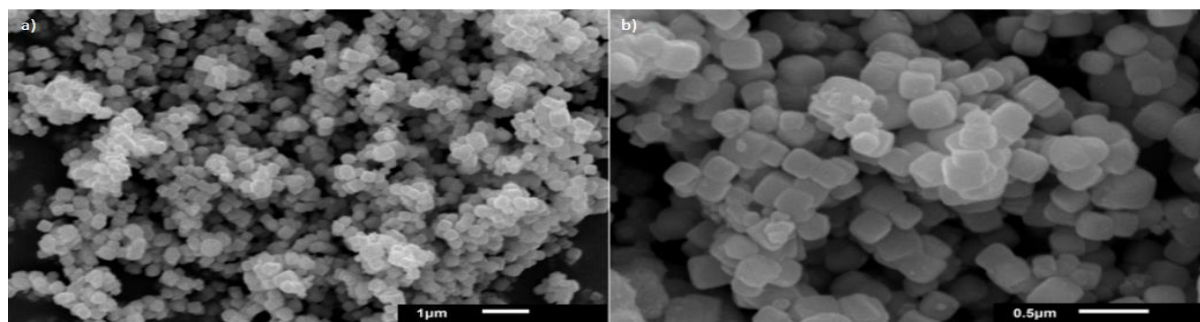
Para sintetizar o  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ , utilizou-se o método hidrotérmico assistido por micro-ondas (HAM), utilizando como reagentes o nitrato de zinco hexahidratado ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ), tioureia ( $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$ ), etilenoglicol e o pó de  $\text{Cu}_2\text{O}$  previamente preparado, na proporção de 1:1.

Inicialmente, foram adicionados 1 mol nitrato de zinco hexahidratado em um béquer, seguido de 50 mL de etilenoglicol. Em seguida, foram incorporados 3 mol de tioureia à mistura, que foi submetida à agitação magnética por 15 minutos. Após esse período, 1 mol de  $\text{Cu}_2\text{O}$  foram introduzidos e agitados magneticamente por mais 10 minutos.

Posteriormente, essa solução foi transferida para a célula de teflon e ajustada ao micro-ondas, com parâmetros de 180°C por 32 minutos. Após esse tempo, a solução foi lavada até atingir o pH de aproximadamente e, em seguida, seca em estufa a 100 °C por 24 horas, resultando na obtenção do pó de  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ .

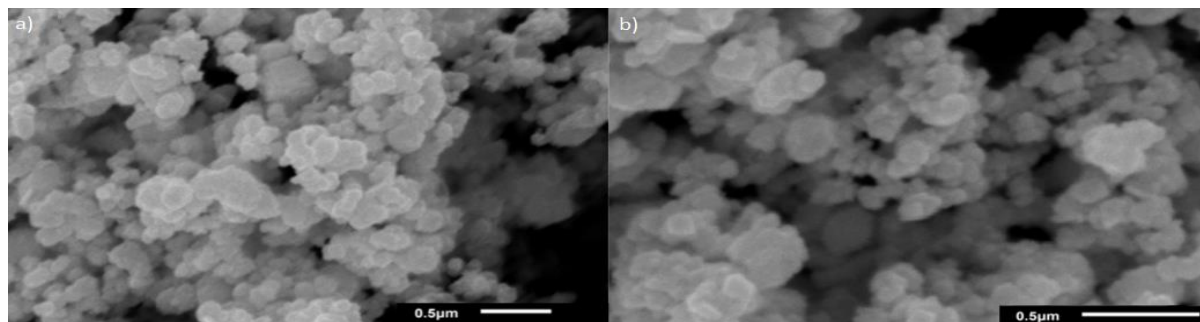
## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na análise MEV serão apresentados nas Figuras 1, 2 e 3, a partir dos materiais  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnS}$  e  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ , respectivamente



**Figura 1**  
(análise MEV para o  $\text{Cu}_2\text{O}$ )

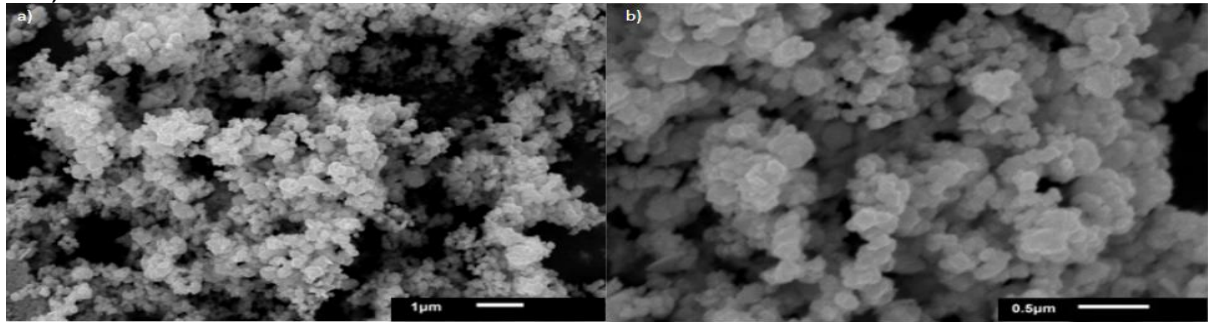
Na análise da micrografia obtida do  $\text{Cu}_2\text{O}$ , o material apresentou uma estrutura com formato majoritariamente em cubos, com partículas bem aglomeradas, como mostrado na Figura 1 a). Ao aumentar a resolução da análise, é possível visualizar com clareza o formato cúbico das amostras como na Figura 1 b).



**Figura 2**  
(análise MEV para o  $\text{ZnS}$ )

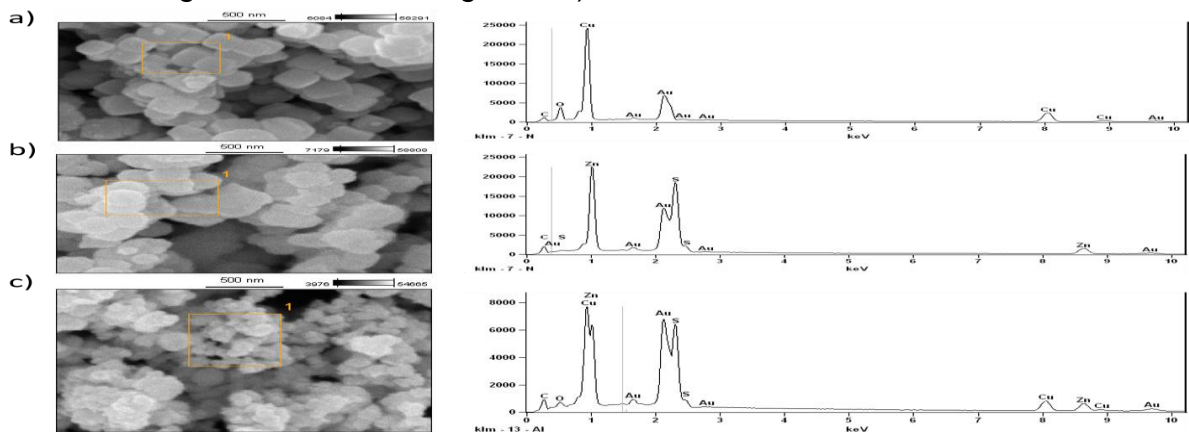
Partindo para a análise do  $\text{ZnS}$ , é possível identificar na Figura 2 a) uma forma irregular, com grãos também aglomerados. Ao ampliar a imagem, verifica-se

que o material não apresenta uma forma estrutural de longo alcance como a Figura 2 b).



**Figura 3**  
(análise MEV para o  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ )

A análise MEV da heterojunção apresentou uma clara diferença entre os dois formatos de partículas, como apresentado na Figura 3 a). Ao ampliar a análise, persiste a observação de partículas aglomeradas, exibindo os dois formatos: cúbicos e irregulares, como na Figura 3 b).



**Figura 4**  
(análise de EDX para o  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ )

Na análise de EDX, o que foi verificado na Figura 1b, diante da microscopia apresentada, foi a presença apenas de cobre e oxigênio. Partindo para a análise da imagem 2b, os elementos identificados nos mesmos pontos foram zinco e enxofre. Na análise da heteroestrutura, o que foi identificado foi a soma de todos os picos encontrados nos materiais separados, indicando a obtenção da heteroestrutura  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ , conforme identificado na Figura 3b, que apresentou dois formatos de partículas diferentes.

#### 4. CONCLUSÕES

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de dispersão de energia (EDX) indicou a formação da heteroestrutura  $\text{Cu}_2\text{O-ZnS}$ . Observou-se que o  $\text{Cu}_2\text{O}$  apresenta predominantemente uma estrutura de forma predominante em cubos, enquanto o  $\text{ZnS}$  possui forma irregular, com ambos exibindo partículas aglomeradas.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.FERRER, M. M. Estudo das propriedades fotoluminescentes do ZnS e ZnS: Eu obtidos pelo método solvotérmico assistido por microondas. 2012.
- 2.GODOY, C. V. et al. Eficiência de fungicidas multissítios no controle da ferrugem asiática da soja, *Phakopsora pachyrhizi*, na safra 2017/18: resultados sumarizados dos ensaios cooperativos. 2018.
- 3.KUO, C.-H.; HUANG, M. H. Morphologically controlled synthesis of Cu<sub>2</sub>O nanocrystals and their properties. *Nano Today*, v. 5, n. 2, p. 106-116, 2010.
- 4.BENITO, P. et al. Effect of post-synthesis microwave–hydrothermal treatment on the properties of layered double hydroxides and related materials. *Applied Clay Science*, v. 48, n. 1-2, p. 218-227, 2010.
- 5.CHEN, X. et al. Hydrothermal synthesis of Cu<sub>2</sub>O with morphology evolution and its effect on visible-light photocatalysis. *Materials Letters*, v. 297, p. 129921, 2021.
- 6.NOUEIRA, R. F. P.; JARDIM, W. F. A fotocatalise heterogênea e sua aplicação ambiental. *Química Nova*, v. 21, p. 69-72, 1998.
- 7.CANCELLIERI, I. C. Síntese de óxidos nanoestruturados de CuO/Cu<sub>2</sub>O por spray pirólise micro-ondas. 2023.
- 8.SAJEEV, A. et al. Development of Cu<sub>3</sub>N electrocatalyst for hydrogen evolution reaction in alkaline medium. *Scientific Reports*, v. 12, n. 1, p. 2004, 2022.
- 9.PIMENTA, V. J. et al. Otimização do processo de preparação e caracterização de cerâmicas do sistema Cu<sub>2</sub>O e Cu<sub>2</sub>O: Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. 2021.
10. ÜCKER, C. L. Síntese de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pelo Método Hidrotérmico Assistido por Micro-ondas para Utilização em Células Solares Sensibilizadas por Corante. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pelotas, 2018.