



SÍNTESE DE UM CATALISADOR HÍBRIDO DE TITÂNIO E NIÓBIO PARA APLICAÇÃO AMBIENTAL

Isadora M. R. Rodrigues¹; Paulo H. M. de Lima²; Lidiaine M. Santos³.

¹Instituto Federal de Goiás / Câmpus Goiânia - rosa.miranda@estudantes.ifg.edu.br

²Instituto Federal de Goiás / Câmpus Goiânia - paulo.macedo@estudantes.ifg.edu.br

³Instituto Federal de Goiás / Câmpus Goiânia - lidiaine.santos@ifg.edu.br

Palavras-Chave: Fotocatalisador híbrido, fotocatalise, semicondutores.

Introdução

Com o crescimento das indústrias, o aumento de despejos de efluentes industriais também vem sendo um tópico de discussão, pois esses rejeitos possuem uma alta carga poluidora causando poluição no meio ambiente (Damasceno, 2021). Os corantes artificiais, devido à sua estrutura química estável e complexa, não se degradam facilmente, o que torna os métodos de tratamento convencionais insuficientes para a remoção eficaz desses poluentes (Ferreira, 2022). Diante desse desafio, surge a necessidade de explorar e desenvolver novas tecnologias capazes de degradar eficazmente os corantes artificiais.

Os Processos Oxidativos Avançados (POA) vem sendo bastante estudados por apresentarem um ótimo potencial oxidativo (Valdez *et al*, 2021). Nesse método, é necessário ter a geração de espécies oxidantes (radicais) para que ocorra a degradação de poluentes. Existem diversas formas para se gerar esses radicais como utilizando um oxidante forte, fotocatalise utilizando semicondutores e/ou reações utilizando radiação ultravioleta (Jesus, 2021).

A degradação na fotocatalise heterogênea ocorre quando um semicondutor e o poluente são expostos a luz ultravioleta, o catalisador (semicondutor) é excitado pelos fótons e como consequência ocorre a transferência de elétrons da banda de valência para a banda de condução, gerando pares de elétrons/vacância que irão para a superfície do catalisador reagindo com moléculas que estão ali presentes e quebrando suas ligações (Ferreira, 2022).

Diversos materiais são estudados para avaliar se possuem um potencial fotocatalítico como o TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 e WO_3 (Bezerra, 2022). Dentre os materiais citados, o TiO_2 é um semicondutor muito utilizado na fotocatalise por causa de sua estabilidade química, baixo custo e não ser tóxico, além de possuir uma fase cristalina, anatase, que apresenta grande atividade fotocatalítica (Massaroli, 2019).

Um dos grandes gargalos na fotocatalise é semicondutor que possuem um elevado band gap, isso faz com que o catalisador necessite de mais energia para que os pares de elétrons consigam migrar para a banda de condução, diminuindo a eficiência fotocatalítica (Bezerra, 2022). Por esse motivo, é interessante realizar modificações na superfície do catalisador para que tenha um bom desempenho fotocatalítico.

O pentóxido de nióbio, por exemplo, vem ganhando destaque por apresentar melhora na atividade fotocatalítica e por aumentar o tempo de vida do catalisador (Sturt, 2019). Ainda com a mesma autora, no Brasil é interessante economicamente utilizar o nióbio como

catalisador porque o país é que mais produz diversos compostos de nióbio. Além disso, existem trabalhos que relatam um bom desempenho do nióbio como catalisador, como na pesquisa de Aguiar (2022) em duas horas, 92% do material poluente foi degradado.

Como mencionado anteriormente, a modificação do catalisador surge como uma alternativa promissora para melhorar o desempenho da fotocatalise. Portanto, o objetivo deste trabalho é sintetizar um catalisador híbrido composto por titânio e nióbio e realizar a análise de difração de raios X para examinar a estrutura cristalina do material.

Material e Métodos

Para a síntese do catalisador, primeiramente as resinas de titânio e nióbio foram sintetizadas por meio do método sol-gel e posteriormente foram submetidas a um tratamento térmico (hidrotermal). A metodologia adotada na pesquisa foi uma adaptação das técnicas descritas nos trabalhos de Santos (2017) e Lopes et al. (2015).

Na síntese da resina de titânio, foram medidos e colocados em um béquer o tetraisopropóxido de titânio e o etileno glicol (proporção de 1:5), ambos ficaram em agitação por duas horas com o auxílio de um agitador magnético. Depois foram adicionados ao béquer acetona e água (proporção de 1:9), e em seguida ocorreu mais uma agitação de duas horas. Já na síntese da resina de nióbio, adicionou o oxalato amoniacal de nióbio (0,01 mol) em 100 mL de água, seguido por uma agitação de 15 minutos. Após essa etapa, teve-se a adição de 15 mL de hidróxido de amônio no béquer.

Durante o processo de junção das resinas, a resina de nióbio foi adicionada à de titânio, e a mistura foi mantida em agitação por uma hora. Em seguida, utilizando uma centrífuga a 9.000 rpm por 20 minutos, o material foi lavado três vezes com água e álcool etílico. Após a lavagem, o material foi transferido para um reator hidrotermal e submetido a um tratamento térmico a 200°C por 4 horas em uma estufa. Após o tratamento hidrotermal, a secagem do material foi realizada em uma estufa a 140°C por 4 horas. Por fim, o material seco foi armazenado em um tubo de Eppendorf e preparado para a caracterização.

Resultados e Discussão

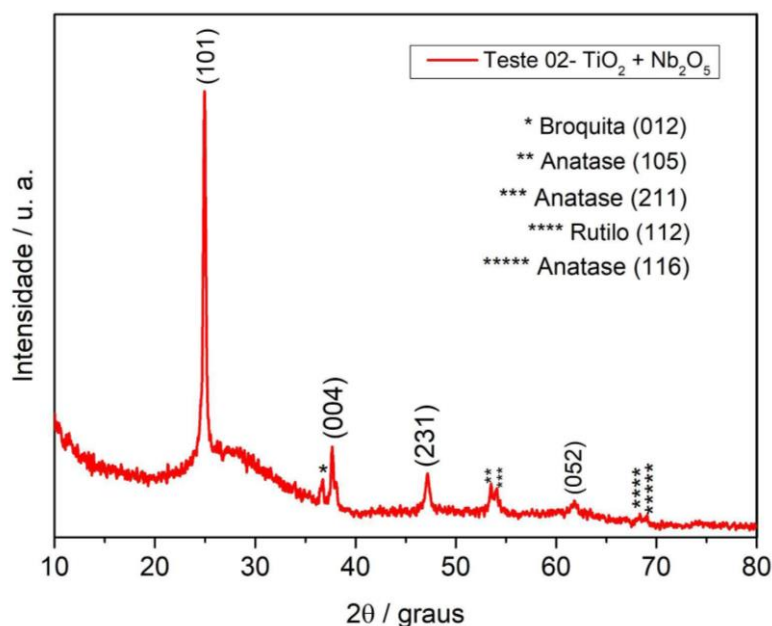
O fotocatalisador híbrido de titânio foi sintetizado através da obtenção das resinas de cada elemento e em seguida essas resinas passaram por um tratamento térmico utilizando um reator hidrotermal e estufa.

Após a obtenção do material, foram empregadas técnicas de caracterização para analisar suas propriedades em detalhe. A difração de raios X foi utilizada para identificar as estruturas cristalinas presentes no material, fornecendo informações cruciais sobre as fases formadas (Mukai, 2022). Conforme destacado por Gallo (2016), a difração de raios X é a melhor abordagem para observar as fases cristalinas, oferecendo uma técnica simples, rápida e não destrutiva, além de proporcionar resultados confiáveis.

Gomes (2015) descreve que para determinar as fases cristalinas de um material, os átomos devem estar organizados de maneira ordenada, ou seja, as distâncias entre os planos cristalinos precisam ser da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de ondas de raios x. A difração ocorre quando um feixe de raios X interage com os átomos de um cristal.

O catalisador sintetizado foi levado para caracterização de suas fases cristalinas por meio da técnica de difração de raios X. A figura 1 abaixo apresenta o difratograma de raios X obtido:

Figura 1 - Difratomogramas de raios X do catalisador híbrido de titânio e nióbio



Fonte: autoral

Como o catalisador sintetizado possui o titânio como principal componente e o nióbio como dopante, o difratograma foi analisado através de uma comparação dos dados experimentais com as fichas cristalográficas do dióxido de titânio em suas fases anatase, rutilo e broquita.

As fases anatase e rutilo demonstram uma atividade fotocatalítica superior em comparação com a fase broquita. A dopagem do catalisador com nióbio visa verificar se o dopante pode aprimorar o desempenho fotocatalítico. Analisando o difratograma apresentado na Figura 1, observam-se picos correspondentes às fases anatase (em maior quantidade), rutilo e broquita. De acordo com as fichas cristalográficas, o pico na posição (101) é característico da fase anatase com a maior intensidade (100%), enquanto o pico na posição (004) também é associado à anatase. Por outro lado, os picos nas posições (231) e (052) são típicos da fase broquita. Embora a broquita não seja uma fase cristalina de interesse para fotocatalise, alguns estudos sugerem que essa fase pode atuar como uma armadilha para elétrons (Santos 2017).

De maneira geral, observando o difratograma de raios X podemos dizer que a dopagem do catalisador com o nióbio promoveu formação da fase anatase, visto que ela predomina no difratograma analisado. A próxima etapa para determinar a atividade fotocatalítica do material será realizar a fotocatalise com um corante artificial, Ponceau 4R.

Os ensaios fotocatalíticos serão a próxima etapa da pesquisa. Para esses ensaios fotocatalíticos, o catalisador e o corante serão pesados e colocados em um balão volumétrico de 200 mL completo por água, ficarão em agitação por 30 minutos e serão levados para o reator onde ficarão expostos a luz ultravioleta durante 2 horas. Antes de iniciar a fotocatalise, uma amostra será retirada e levada para leitura no espectrofotômetro UV-Vis, e a cada 20 minutos serão retiradas amostras do reator fotocatalítico para assim analisar se o corante está sendo degradado/perdendo a cor.



Além da fotocatalise, o material irá ser levado para outras análises de caracterizações como microscopia de varredura eletrônica e de transmissão, análises termogravimétricas, entre outras técnicas de caracterização.

Conclusões

O trabalho contemplou a síntese de um catalisador híbrido de titânio e nióbio utilizando o TiO_2 e Nb_2O_5 . A síntese ocorreu utilizando o método sol-gel e o reator hidrotermal seguido por tratamento térmico na estufa. Após a obtenção do material, a técnica de difração de raios X foi realizada a fim de analisar quais fases cristalinas foram formadas e observar se o material possui potencial para ser utilizado na fotocatalise do corante. As próximas etapas do trabalho será realizar o teste fotocatalítico para determinar se o catalisador sintetizado consegue degradar o corante Ponceau 4R, e realizar as técnicas de caracterizações para obter maior informações das características e propriedades do catalisador.

Agradecimentos

Agradeço ao Instituto Federal de Goiás/Campus Goiânia pela bolsa de Iniciação Científica (PIBITI).

Referências

Aguiar, Guilherme Carletti. Desenvolvimento de catalisadores heterogêneos à base de nióbio para oxidação do tioanisol. 2022. 80 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Ciências Exatas e Biológicas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2022. Disponível em: <http://www.repositorio.ufop.br/jspui/handle/123456789/14891>.

Bezerra, Fabiana Costa. Fotocatálise solar heterogênea para degradação do contaminante azul de metileno usando nanoferritas. 99 f. Dissertação (Mestrado em Energias Renováveis) - Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, 2021. Disponível em: <https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/123456789/26173>.

Damasceno, Priscila Bentes. Redução de custos e aumento da eficiência no tratamento de efluentes industriais: estudo de caso em uma empresa do seguimento de embalagens do polo industrial de manaus - PIM. 56 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2021. Disponível em: <http://repositorio.ufpa.br:8080/jspui/handle/2011/14326>

Ferreira, Eduardo de Paulo. Degradação fotocatalítica de azul de metileno utilizando pentóxido de nióbio em suspensão e em reator de membranas do tipo fibra oca. 2022. 110 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2022. DOI <http://doi.org/10.14393/ufu.te.2022.453>.

Ferreira de Jesus, Maria Fernanda. Processos oxidativos avançados: uma breve revisão. 2021. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2021. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/14484>.

Gallo, Inara Fernanda Lage. Preparação e caracterização de fotocatalisadores heterogêneos de titânio e nióbio e avaliação do potencial de fotodegradação. 2016. 86 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2016. doi:<https://doi.org/10.11606/D.59.2016.tde-05072016-152453>.

Gomes, Pedro Barroso. Caracterização de materiais: uma abordagem das possibilidades de algumas técnicas instrumentais. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) - Universidade Federal de São João del-Rei, Minas Gerais, 2015. Disponível em: https://www.ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/coqui/TCC/Monografia-TCC-Pedro_B_Gomes-20151.pdf.

Lopes, O. F.; Mendonça, V. R.; Silva, F. B. F.; Paris, E. C.; Ribeiro, C. Óxidos de nióbio: uma visão sobre a síntese do Nb_2O_5 e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. **Química Nova**, 38(1), 106-117, 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20140280>

Massaroli, Cristielen Rizzon. Síntese e caracterização de TiO_2 e aplicação na reação de degradação fotocatalítica do corante amarelo reativo BF-4G. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Química), Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2019. Disponível em: <http://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/24288>.



63º Congresso Brasileiro de Química
05 a 08 de novembro de 2024
Salvador - BA

Santos, Lidiaine Maria. Síntese e Caracterização de TiO_2 com modificações superficiais para aplicação em fotocatalise heterogênea. 2017. 135 f. Tese (Doutorado em Química) - Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

Sturt, Natália Rodrigues Marques Catalisadores baseados em óxido de nióbio e suas aplicações em reações da cadeia de combustíveis. 2019. 102 f. Tese (Doutorado em Ciências - Química), Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019. Disponível em: <http://hdl.handle.net/1843/52244>.

Valdez, A. D. B.; Vera, M. G. P.; Palmer, R. V.; Boroski, M.; Toci, A. T. Estudo de Degradação de Corantes Alimentícios Artificiais via Oxigênio Singlete ($^1\text{O}_2$) Utilizando Simulador Espectral com Lâmpada LED RGB. **Revista Virtual da Química**, 14(4), 729-736, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20220028>.