

## Influência de diferentes métodos de inserção de titânio no SBA-16 na performance da fotodegradação da Rodamina B.

Ana B. S. Girão;<sup>1\*</sup> Antony J. T. da Silva<sup>1</sup>, Beatriz F. Paulino<sup>1</sup>, Medly K. R. Moraes<sup>1</sup>; Joanna G. G. Souza<sup>1</sup>; Adriana P. B. Santos<sup>1</sup>; Anne G.D. Santos<sup>1</sup>.

<sup>1</sup>Universidade do Estado do Rio Grande do Norte, Laboratório de Catálise, Ambiente e Materiais, Departamento de Química, 59610-090, Mossoró/RN.

\*Anagirão2003@gmail.com

### Resumo/Abstract

**RESUMO** – A Rodamina B (RhB) é um corante poluente que pode ser fotodegradado usando semicondutores como o TiO<sub>2</sub>. No entanto, sua difícil recuperação e baixa área específica motiva o uso desse óxido em suportes mesoporosos como o SBA-16. Esse trabalho visa aplicar diferentes metodologias de inserção de TiO<sub>2</sub> no SBA-16 e avaliar sua performance na fotodegradação da RhB. Os materiais foram obtidos por métodos de síntese direta e pós síntese e foram caracterizados por DRX e refletância difusa e aplicados na fotocatalise do corante. Os resultados mostraram que a estrutura do SBA-16 foi preservada após a inserção do TiO<sub>2</sub> pelos diferentes métodos utilizados. As análises de refletância revelaram a faixa de 3,28 a 3,49 eV de band gap dos materiais. Nos testes fotocatalíticos, os suportes com TiO<sub>2</sub> apresentaram alta eficiência, com destaque para o material SD ISO, com 78% de degradação da RhB. Esses resultados sugerem que o método de inserção e o tipo de fonte de titânio no SBA-16 mostram forte influência na eficiência fotocatalítica.

*Palavras chave: Processos oxidativos avançados, Tratamento de água, anatase, corantes, ancoragem in situ.*

**ABSTRACT** – Rhodamine B (RhB) is a pollutant dye that can be photodegraded using semiconductors such as TiO<sub>2</sub>. However, its difficult recovery and low specific area motivate the use of this oxide in mesoporous supports such as SBA-16. This work aims to apply different methodologies for inserting TiO<sub>2</sub> into SBA-16 and evaluate its performance in the photodegradation of RhB. The materials were obtained by direct synthesis and post-synthesis methods and were characterized by XRD and diffuse reflectance before being applied to the dye's photocatalysis. The results showed that the SBA-16 structure was preserved after the insertion of TiO<sub>2</sub> using the different methods used. Reflectance analyses revealed a band gap range of 3.28 to 3.49 eV. In the photocatalytic tests, the supports with TiO<sub>2</sub> showed high efficiency, with the SD ISO material standing out, with 78% RhB degradation. These results suggest that the insertion method and type of titanium source in SBA-16 show a strong influence on the photocatalytic efficiency.

*Keywords: Advanced oxidative processes, water treatment, anatase, dyes, in situ anchoring.*

### Introdução

A Rodamina B (RhB) é um corante utilizado na indústria têxtil, sendo um contaminante representando um risco significativo para a fauna aquática e para a saúde humana (1). Nesse contexto, a fotocatalise heterogênea é uma alternativa eficiente e sustentável para a degradação de poluentes em águas contaminadas, com destaque para o semicondutor TiO<sub>2</sub> (2). Para melhorar sua área específica e facilitar a recuperação para o reuso, o TiO<sub>2</sub> pode ser inserido em suportes como o SBA-16. Este estudo visa preparar materiais Ti/SBA-16 utilizando diferentes métodos de impregnação de titânio para avaliar sua performance na fotodegradação do poluente RhB.

### Experimental

#### Síntese dos materiais

O SBA-16 foi sintetizado seguindo a metodologia proposta por Zhao e colaboradores (1998) (3). Na imersão

do Ti no suporte foi utilizada a razão molar de Si/Ti = 75 para todos os métodos. Na síntese direta (SD) foram utilizadas duas fontes de Ti: a primeira metodologia foi adaptada, inserindo a fonte de isopropóxido de titânio (ISO) antes da adição do TEOS. A segunda metodologia foi pela ancoragem *in situ* (ISA)(2) utilizando nanocristais de TiO<sub>2</sub> (NANO), denominados de SD ISO e NANO. Já para pós-síntese (PS) foi utilizada o método de impregnação com ambas as fontes de Ti citadas anteriormente, com os materiais denominados PS ISO e PS NANO. O TiO<sub>2</sub> da marca Vetec, com pureza de 97%, também foi utilizado para a fotocatalise.

#### Caracterizações e testes fotocatalíticos

Os materiais foram caracterizados por difratometria de raios x (DRX) e por espectroscopia de refletância difusa. A energia de band gap (Eg) foi determinada Kubelka-Munk. A atividade fotocatalítica dos

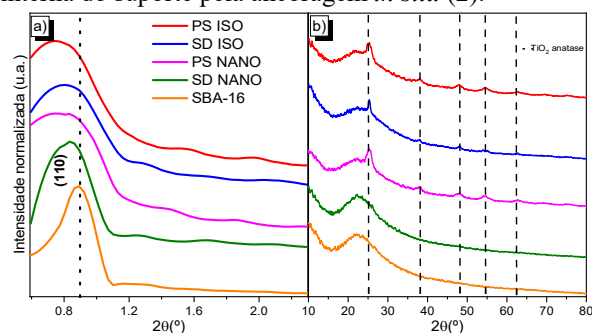
materiais foi avaliada sob irradiação de luz UV (lâmpada de vapor de Hg 125 W), 50 mg do fotocatalisador e 100 mL da solução de RhB ( $1,0 \times 10^{-5}$  mol/L). A mistura foi mantida sob agitação no escuro por 40 min. Durante a irradiação, alíquotas foram coletadas e centrifugadas em intervalos de tempo determinados, até um total de 180 min e analisadas pelo espectrofotômetro UV-Vis de feixe duplo Genesys 180, Thermo Fisher Scientific, com as absorbâncias medidas em 554 nm. A eficiência fotocatalítica ( $\eta$ ) foi calculada de acordo com a Equação 1:

$$\eta (\%) = (1 - C_n / C_0) \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde  $C_0$  é a concentração inicial do corante e  $C_n$  é a concentração durante a irradiação em tempo "n".

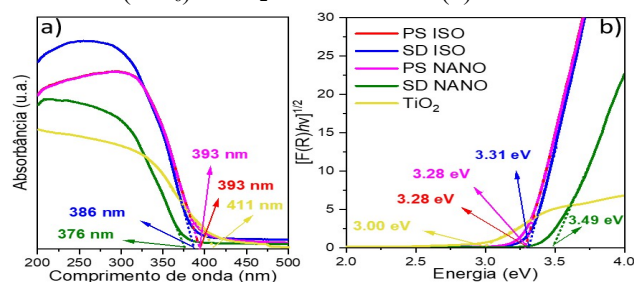
## Resultados e Discussão

Os difratogramas na Figura 1 (a) apresentaram reflexões em  $2\theta$  a baixo ângulo atribuídos ao plano (110), característico de uma estrutura cúbica de corpo centrado típica do SBA-16 (3), indicando que a inserção de Ti por diferentes métodos foi obtido com êxito. O deslocamento para esquerda do plano (110) está relacionado ao maior raio atômico do titânio, em relação ao do silício, promovendo aumento da distância interplanar e parâmetro de rede (2). A fase amorfa a alto ângulo, Figura 2(b), é referente a sílica e os demais picos indicam a fase anatase do  $\text{TiO}_2$  (COD N° 96-720-6076) observados para quase todas as amostras, com exceção a amostra SD NANO, indicando a inserção dos nanocristais de titânia na parte interna do suporte pela ancoragem *in situ* (2).



**Figura 1:** Difratogramas de raio-x do SBA-16 padrão e com  $\text{TiO}_2$  a baixo ângulo (a) e alto ângulo (b).

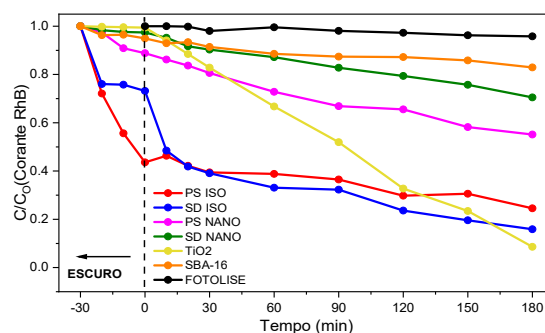
Nos espectros de UV-Vis (Figura 2(a)), os materiais apresentaram uma banda de absorção larga, de 200 a 400 nm, correspondente ao Ti com coordenação octaédrica ( $\text{TiO}_6$ ) e  $\text{TiO}_2$  na fase anatase (4).



**Figura 2:** Espectros de refletância difusa UV-Vis (a) e Gap de Energia ( $E_g$ ) (b) do  $\text{TiO}_2$  e SBA-16 com  $\text{TiO}_2$ .

Os valores de  $E_g$  na Figura 2(b) variaram entre 3,28 a 3,49 eV, indicando que aumento do  $E_g$  é indicativo de efeitos de quantização, podendo estar relacionado à interação entre Ti e Si da parede de sílica, o que melhora as propriedades fotocatalíticas(2).

A Figura 3 apresenta os dados de fotodegradação do corante. No escuro, os materiais com o suporte apresentaram diferentes valores de adsorção vista a alta área específica dos materiais mesoporosos(5), com destaque as amostras com a fonte ISO, por ter disperso mais o Ti e favorecido a alta adsorção pela natureza catiônica do RhB. Sob irradiação, a eficiência de fotocatalítica ( $\eta$ ) foi de 91% para o  $\text{TiO}_2$ , seguido de 78% para o SD ISO, 44% para o PS ISO, 38% para o PS NANO e 28% para o SD NANO. A melhor resposta do SD ISO pode estar associada com a maior dispersão e acessibilidade aos sítios ativos. As amostras NANO podem ter poucos sítios dispersos e menos acessíveis, como a amostra SD NANO com a ancoragem.



**Figura 3.** Degradação fotocatalítica da RhB sobre diferentes amostras de  $\text{TiO}_2/\text{SBA-16}$  e com  $\text{TiO}_2$ .

## Conclusões

Foi visto que método de inserção e o tipo de fonte de titânio no SBA-16 mostram forte influência na eficiência fotocatalítica. O material SD ISO teve melhor desempenho, provavelmente devido à maior dispersão de Ti e mais fácil acesso a esses sítios. As análises confirmaram a estrutura mesoporosa preservada e a incorporação eficaz de  $\text{TiO}_2$  na fase anatase, essencial para a atividade. Em suma, verificou-se que a rota de modificação do suporte é decisiva na otimização de materiais para fotodegradação da RhB.

## Agradecimentos

CAPES, CNPq, CSAMA e UERN.

## Referências

1. P. O. Oladaye *et al.*, *Gr Chel Eng* **2024**, 5,(4), 440–460
2. M. M. Araújo *et al.*, *Appl Surf Sci* **2016**, 389, 1137–1147
3. D. Zhao *et al.*, *J Am Chem Soc* **1998**, 120,(24), 6024–6036
4. H. Wang *et al.*, *J Colloid Interface Sci* **2022**, 617, 32–43
5. L.G. Ribeiro *et al.*, *Environ Sci Pollut Res* **2025**, 32, 4150–4163