

Propriedades fotocatalíticas de titânio e nióbio em SBA-15

Lidiane A. Morais^{1*}, Ana Paula M. A. Guedes², Antonio S. Araujo³, Javier Marugan⁴, Taisa C. M. Dantas⁵

¹Universidade Federal Rural do Semiárido – UFRSA, Angicos – RN, Brasil, lidiane.morais@ufersa.edu.br

²Universidade Federal da Paraíba – UFPB, João Pessoa -PB, Brasil

³Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN, Natal – RN, Brasil

⁴Universidad Rey Juan Carlos, Mostolés – URJC, Madrid, Espanha

⁵Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste - CETENE, Recife – PE, Brasil

Resumo/Abstract (Helvética, tam. 12)

RESUMO - Dentre os óxidos com propriedades oxidativas mais estudados estão o óxido de titânio (TiO₂) e o óxido de nióbio (Nb₂O₅), que tem se mostrado catalisadores promissores em reações de oxidação. O material nanoestruturado SBA-15 com espécies metálicas como os óxidos de titânio e nióbio apresentam propriedades oxidativas em diversas reações, diante disso, nesse trabalho serão estudadas as propriedades dos materiais do tipo SBA-15 com propriedades fotocatalíticas na reação de conversão de fenol. *Palavras-chave*: SBA-15, Titânio, Nióbio, Fotocatálise, Fenol.

ABSTRACT - Among the most studied oxides with oxidative properties are titanium oxide (TiO₂) and niobium oxide (Nb₂O₅), which have proven promising catalysts in oxidation reactions. The nanostructured material SBA-15 containing metallic species such as titanium and niobium oxides exhibits oxidative properties in several reactions. Therefore, this work will study the properties of SBA-15 materials with photocatalytic properties in the phenol conversion reaction.

Keywords: SBA-15, Titanium, Niobium, Photocatalysis, Phenol.

Introdução

A obtenção de materiais catalíticos para tratamento de diversos poluentes orgânicos tem sido objeto de muitos estudos, onde os metais nobres e óxidos de metais de transição, são os catalisadores mais promissores para POAs (1, 2). O desempenho de catalisadores suportados em metal para a oxidação de poluentes de moléculas orgânicas tem sido relatado como dependente de fatores, tais como: natureza e propriedades do suporte, carga metálica, tamanho do metal, método de preparação e condições de pré-tratamento dos catalisadores, natureza e a concentração da molécula orgânica a ser oxidada (3). Nesse cenário a nanotecnologia é baseada na criação de nanopartículas reativas, nessa classe a fotocatálise heterogênea surge como uma promissora técnica no tratamento de águas, baseada no uso de semicondutores com radiação de luz ultravioleta de baixa energia para formar espécies de com elevado poder oxidante como radicais hidroxila. O óxido de titânio é descrito como o catalisador mais ativo em termo de estabilidade e elevada fotoatividade em reações de fotocatálise. A busca por materiais inovadores é objetivo de vários grupos de pesquisa e a utilização do óxido de nióbio (Nb₂O₅) tem se mostrado promissor em reações de oxidação (4). Neste sentido este trabalho possui como foco o estudo das propriedades fotocatalíticas de materiais de titânio e nióbio em sílica mesoporosa do tipo SBA-15 no tratamento de fenol.

Experimental

Caracterização e teste fotocatalítico.

Um óxido de nióbio hidratado comercial (Nb₂O₅) foi fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM). O SBA-15 foi obtido pelo método de sol-gel, a inserção dos percentuais de titânio e nióbio foi realizado pela impregnação por via úmida. As áreas superficiais específicas foram calculadas pelo método BET aplicado para as isotérmicas de adsorção de azoto-gravados a 196 ° C com um aparelho Micromeritics Tristar. Os espectros de absorção de reflectância difusa foram registrados com uma varredura UV-VIS-NIR aparelho Varian Cary 500 nas regiões 200-500 nm. A atividade fotocatalítica foi realizada utilizando a concentração de catalisador de 0,5 g/L, 50 ppm de fenol e 0,25 g/mol de H₂O₂ em um fotoreator anelar de 15 cm de comprimento, com diâmetros interior e externo de 3 cm e 5 cm, respectivamente, com um sistema de recirculação em um reservatório de 1 L, utilizando uma lâmpada Philips TL 6W de luz negra, em um tempo de reação de 240 min. A atividade fotocatalítica para os compostos fenólicos foi realizada por meio de um HPLC utilizando coluna C-18.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 sumariza das principais propriedades físico-químicas dos materiais. A área de superfície BET dos

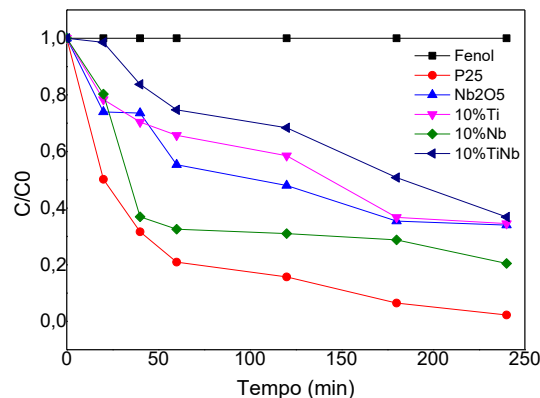
materiais comerciais apresenta um baixo valor devido à elevada temperatura necessária durante a calcinação para a formação de fases cristalinas, este valor está de acordo com o da literatura (5), já em relação aos materiais impregnados se observa um decréscimo nos valores de área quando comparados ao suporte mesoporoso SBA-15, decorrente a inserção dos metais na estrutura dos poros. Os espectros de UV-vis (não mostrado aqui) revelou contribuições no comprimento de onda inferior a 380 nm, muito semelhante ao da banda de absorção da diferença intrínseca de (3,2 eV) para TiO_2 anatase (6) e de (3,4 eV) para Nb_2O_5 (7).

Tabela 1. Propriedades dos catalisadores fotocatalíticos.

Amostra	SBET ($\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$)	V_p ($\text{cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$)	Dp (Å)	Band-Gap (eV)
P25	62,3	0,13	85,17	3,20
Nb_2O_5	173,1	0,19	83,0	3,59
SBA-15	820,0	1,02	98,5	-
SBA-15/Nb10%	633,1	0,95	60,39	3,60
SBA-15/Ti10%	602,8	0,72	58,70	3,54
SBA-15/NbTi10%	615,7	0,87	56,48	4,60

A figura 1 mostra os perfis de concentração de fenol durante a reação fotocatalítica. A concentração de fenol segue um modelo de cinética de ordem zero, que podem ser adaptadas com sucesso para a dependência linear com o tempo em todas as experiências. A nióbia na forma não calcinada apesar de apresentar uma não cristalinidade que é um dos fatores importantes em fotocatalise, apresenta uma boa atividade com uma conversão de 60% na conversão de fenol, este fato está relacionado à sua boa área de superfície que também é um fator primordial na fotocatalise, como também devido as suas características ácidas. Dentre as amostras analisadas a estrutura da P25 que é o óxido de titânio comercial foi o que apresentou o melhor resultado de oxidação de fenol de 95%, isso já se é esperado decorrente da grande atividade do TiO_2 em reações de fotocatalise, conforme relatado na literatura. O suporte mesoporoso SBA-15 não apresenta fotoatividade pois não apresenta sítios ácidos nem valores de band-gap que justifiquem a sua atividade. Nas amostras impregnadas com 10% de titânio, 10% de Nióbio e 10%Titânio/nióbio, apresentarem conversão de 65%, 79% e 63% respectivamente, mostrando assim uma impregnação efetiva dos óxidos metálicos, conforme dados obtidos pelo calculo de *band-gap*.

Figura 1: Conversão fotocatalítica utilizados os materiais impregnados



Conclusões

Neste trabalho pôde mostrar através de algumas caracterizações diferenças estruturais das amostras sintetizadas, e por meio das análises de UV-Visível por refletância difusa foi possível se determinar a energia necessária para a ativação dos catalisadores que se encontram bastante semelhante aos que se encontram descritos na literatura, demonstrando assim que estes materiais apresentam propriedades fotocatalíticas promissoras, como comprovado na eficiência da conversão na reação fotocatalítica de conversão de fenol.

Agradecimentos

A universidade Rey Juan Carlos pela realização dos testes catalíticos.

Referências

1. Y. Segura, F. Martínez, J.Á. Melero, R. Molina, Chand R, Bremner DH.. Appl Catal B. **2012**; 113: 100-106.
2. P. Petrova, T. Tabakova, G. Munteanu, R. Zanella, M. Tsvetkov, L. Ilieva.. Catal Commun. **2013**; 36: 84-88.
3. L. A. Morais, et al, Catalysis Research. **2023**, 3, 1-14
4. L. A. Morais, et al, Global Challenges **2017**, 1,1-8
5. F. Hashemzadeh, R. Rahimin, A. Ghaffarinejad, Ceram. Inter. **2014**, 40, 9817
6. Q. Y. Wang; J. X. Yu; Z. D. Sun., J. Hazardous Materials, **2006**, 144, 328-333.
7. A. Esteves; A. L. C. Oliveira; C. T. Ramalho; M. Goncalves; S. A. Anastacio; P. H. W. Carvalho, Catalysis Communications, **2008**, 10, 330 - 332.7