

## Síntese de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> hidrotermal para fotocatalise da atrazina

Érico Daniel Witzel dos Reis<sup>1</sup>; Luiz Ferreira Neves Junior<sup>2</sup>; Elaine Cristina Paris<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Aluno de graduação em Bacharelado em Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP; \*ericodosreis@hotmail.com;

<sup>2</sup>Aluno de Pós graduação em Química Analítica Inorgânica, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP;

<sup>3</sup>Pesquisadora, Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP.

Palavras Chave: *Hidrotermal, Nióbio, Atrazina*

### Introdução

A maior parte das reservas de água no mundo apresentam vestígios de pesticidas que requerem um tratamento especial, uma vez que os métodos tradicionais são ineficientes. Um método possível para resolver este problema baseia-se no uso de processos de oxidação avançada (POA), os quais consistem na produção de radicais livres altamente oxidantes para a degradação de moléculas orgânicas. A fotoexcitação banda UV-visível de um semiconductor é um exemplo de POA. Neste trabalho, o semiconductor utilizado foi Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticulado foram obtidas pelo método hidrotermal usando NH<sub>4</sub>[NbO(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O]H<sub>2</sub>O como fonte de Nb, variando tempo de reação e quantidade de reagente.

As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de raios X (DRX). A resposta de degradação da atrazina por fotocatalise heterogênea foi realizada utilizando-se Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sob radiação UV e analisadas por espectroscopia de UV-visível.

### Resultados e Discussão

As amostras foram sintetizadas no hidrotermal de acordo com a Tabela 1:

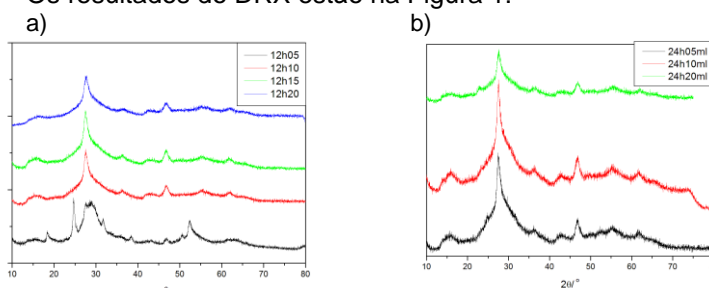
**Tabela 1.** Síntese das amostras de nióbio.

Amostra	NH <sub>4</sub> OH (ml)	T(°C)	t(min)
12h05	05	200	720
12h10	10	200	720
12h15	15	200	720
12h20	20	200	720
24h05	05	200	1440
24h10	10	200	1440
24h20	20	200	1440
48h10	10	200	2880
24h10.B	10	250	720

As caracterizações das amostras foram realizadas por Difração de Raios X (DRX) (Shimadzu XRD-6000) a fim de determinar as fases cristalinas. Para observar diretamente a morfologia dos materiais sintetizados foi usado um microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (FEG-SEM) JEOL JMS 6701F. Também foram realizadas as técnicas de FTIR, refletância difusa e Zeta.

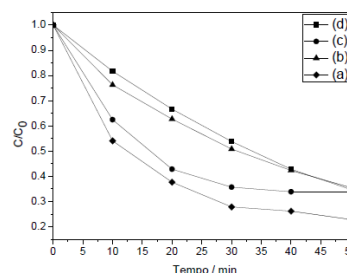
Para seguir a reação de fotodegradação testes fotocatalíticos foram realizadas, utilizando 30 mL de atrazina (5mg L<sup>-1</sup>) e um 0,01g de catalisador. Estes ensaios foram realizados utilizando um fotoreator termostatizado com fonte de radiação ultravioleta. Em intervalos de zero até 90 minutos, as alíquotas foram recolhidas e analisadas por UV-Visível Shimadzu UV-1601PC.

Os resultados do DRX estão na Figura 1:



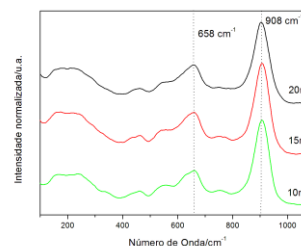
**Figura 1.** Difratomogramas a) 12 horas b) 24 horas

Os Resultados da degradação da atrazina pela ação conjunta da radiação ultravioleta e a atividade fotocatalítica do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> estão representados na Figura 2:



**Figura 2.** Curva de degradação da atrazina: (a) 12h10; (b) 12h15; (c) 12h20; (d) 24h20.

A Figura 3 corresponde ao espectro Raman. A banda em 908 cm<sup>-1</sup> é característica do estiramento da ligação Nb=O:



**Figura 3.** Espectro Raman das amostras sintetizadas por 12 horas variando o volume do reagente.

### Conclusões

De acordo com os resultados apresentados e o objetivo do trabalho, foi observado que as melhores condições da síntese do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> para ser usado na fotocatalise da atrazina corresponde a amostra 12h10, usando NH<sub>4</sub>[NbO(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O]H<sub>2</sub>O como reagente precursor, reagindo com 10 ml de NH<sub>4</sub>OH no reator hidrotermal por 12 horas a 200°C

### Agradecimentos

EMBRAPA; CNPQ; CAPES; FINEP; UFSCar \_\_\_\_\_