

Obtenção de Niobato de Lítio via Pechini para Aplicações em Fotocatálise Heterogênea

Matheus Araújo Pereira¹ (IC), Fabricio Vieira de Andrade (PQ)¹
¹Universidade Federal de Itajubá.

Palavras-chave: Contaminantes emergentes. Fotocatalisador. Niobato de lítio. Processos oxidativos avançados. Semicondutor.

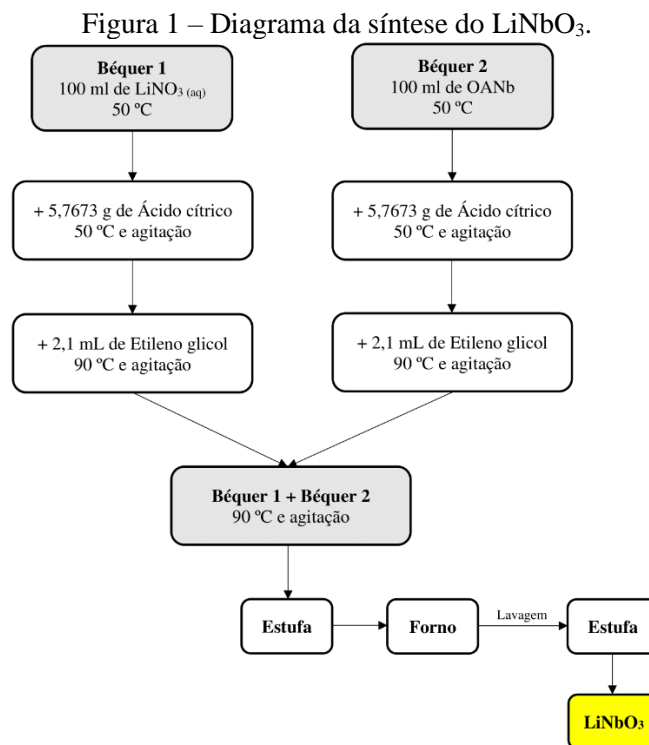
Introdução

Como a cada ano a área dos nanomateriais fotocatalisadores vem ganhando bastante destaque com novos materiais para a degradação de compostos orgânicos em água, novos meios de síntese, e a busca pelo menor custo de produção, é evidente que tal área possui um leque muito grande de possibilidades de inovação. Diferentes tipos de síntese, estruturas, materiais utilizados, compostos degradados, e eficiência devem ser estudados para melhorar cada vez mais a utilização de certos semicondutores neste setor. Deste modo, este trabalho tem como objetivo estudar a síntese do semicondutor niobato de lítio (LiNbO_3) e a suas propriedades fotocatalíticas em diferentes pHs. Tal material foi sintetizado pelo método dos precursores poliméricos (*pechini*). O material e as amostras obtidas foram caracterizados pelas técnicas de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e por espectroscopia de reflectância difusa.

Metodologia

Para a síntese dos pós de LiNbO_3 , foram utilizados os seguintes reagentes: ácido cítrico, etileno glicol, solução aquosa de nitrato de lítio (0,1 M) e solução aquosa de oxalato amoniacal de nióbio (0,1 M). Primeiramente, a síntese foi feita utilizando dois béqueres simultaneamente, o primeiro como fonte de lítio e o segundo como fonte de nióbio. No primeiro béquer, foi utilizado 100 mL da solução aquosa de nitrato de lítio a 50 °C para em seguida ser adicionado 5,7673 g de ácido cítrico sob agitação, após 30 minutos, a amostra foi aquecida a 90 °C para então ser adicionado 2,1 mL de etileno glicol ainda sob agitação. No segundo béquer, foi utilizado 100 mL da solução aquosa de oxalato amoniacal de nióbio a 50 °C para em seguida ser adicionado 5,7673 g de ácido cítrico sob agitação, após 30 minutos, a amostra foi aquecida a 90 °C para então ser adicionado 2,1 mL de etileno glicol ainda sob agitação. Após estas etapas dos béqueres estarem completas, o conteúdo do primeiro béquer foi despejado lentamente no conteúdo do segundo béquer e foi mantido ainda sob

agitação e aquecimento por 30 minutos para as duas amostras se misturarem. Após isso, foi desligado o aquecimento para a amostra final chegar à temperatura ambiente. Por fim, a amostra foi despejada em um cadinho para ser levada à estufa para a secagem. Em seguida o sistema foi levado à mufla à temperatura de 600 °C para decomposição da fase orgânica, e formação do óxido. A Figura 1 está representado o esquema de síntese do LiNbO_3 .



Fonte: Autor.

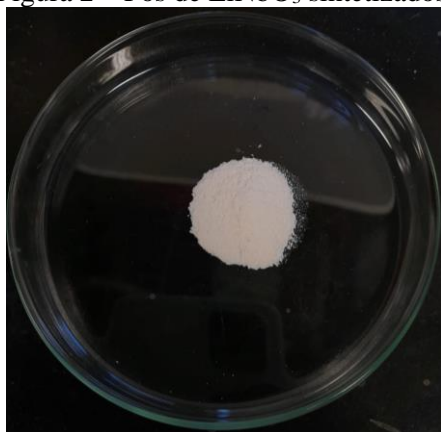
Na preparação das amostras para os testes fotocatalíticos, foi utilizado uma solução aquosa do corante índigo carmim (IC) a 50 mg/L. Foi utilizado 30 mg do catalisador na solução com o corante IC para serem feitos os testes fotocatalíticos. Para os testes em diferentes pHs, foram separadas 50 mL da solução em um béquer e então foram adicionados 10 μL de HCl 0,1M para a amostra ácida e 10 μL de NaOH 0,1M para a amostra básica separadamente, resultando então em três béqueres

diferentes, um com meio ácido, um básico e um neutro. Os diferentes béqueres foram colocados separadamente no reator com lâmpada UV e mantidos sob agitação para que os pós do catalisador não decantassem. O teste fotocatalítico foi feito durante 6 horas, enquanto a cada hora uma alíquota era retirada para ser levada ao espectrômetro UV-Vis, e dessa forma quantificar de degradação da solução do corante.

Resultados e discussão

A síntese do niobato de lítio foi realizada com sucesso. Os pós de LiNbO_3 apresentaram uma coloração branca, o que já era esperado, de acordo com a literatura (Figura 2).

Figura 2 – Pós de LiNbO_3 sintetizados.



Fonte: Autor

Com um pHmetro, foi feita a medida dos pHs das três amostras, representadas na Tabela 1.

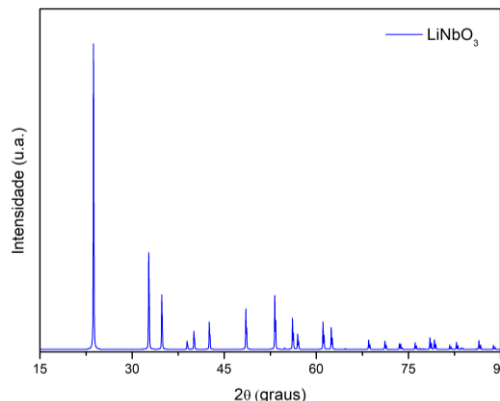
Tabela 1 – Valores do pH das amostras.

Amostra	pH
Ácida	3,9
Natural	6,6
Básica	8,7

Fonte: Autor

Para os resultados de DRX, espera-se um padrão de difração conforme mostrado na Figura 3, que é o padrão de DRX de uma amostra de LiNbO_3 .

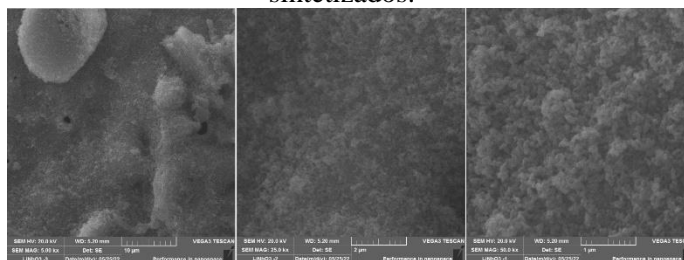
Figura 3 – Resultado esperado de LiNbO_3 sintetizado.



Fonte: Autor

Com os resultados do MEV, foi possível obter as imagens da morfologia das amostras, conforme mostrado na Figura 4. Além da regularidade na morfologia do material, pela escala das figuras, percebe-se que o material obtido, está na escala nanométrica.

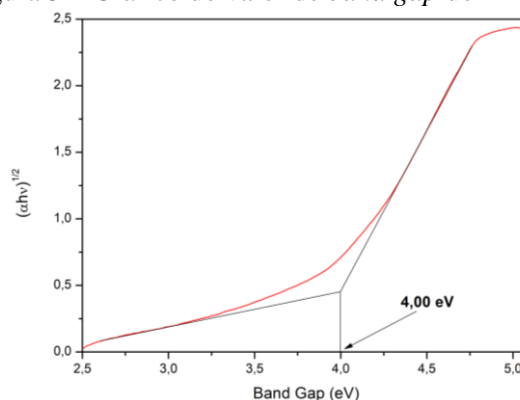
Figura 4 – Imagens do MEV dos pós de LiNbO_3 sintetizados.



Fonte: Autor

Para a espectroscopia de reflectância difusa, foi colocado os pós de LiNbO_3 na porta amostra do espectrômetro UV-Vis e então foi gerado um gráfico de reflectância por comprimento de onda. Com os dados deste gráfico, foi então possível obter os valores do *band gap* da amostra, conforme representado na Figura 5.

Figura 5 – Gráfico do valor de *band gap* do LiNbO_3 .

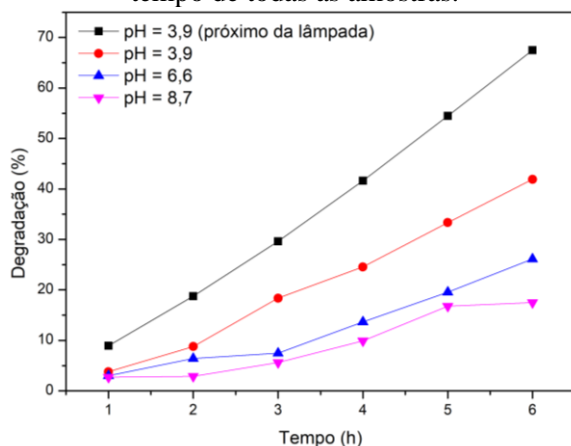


Fonte: Autor

Foi possível então verificar que a amostra de LiNbO_3 sintetizada possui o *band gap* igual a 4,0 eV, o que é um resultado esperado, uma vez que na literatura este material possui um *band gap* dentro dessa faixa (THIERFELDER *et al.*, 2010).

Para os resultados de UV-Vis, foram medidas seis alíquotas retiradas a cada hora das três amostras separadamente. Das três amostras, a ácida foi a que apresentou melhor resultado de degradação do corante IC, sendo assim, a amostra ácida foi levada novamente ao reator para a degradação, mas dessa vez mais próximo da lâmpada para um melhor resultado. Na Figura 6 é apresentado o percentual de degradação do corante em relação ao tempo de todas as amostras.

Figura 6 - Degradação do corante IC em relação ao tempo de todas as amostras.



Fonte: Autor

Conclusões

O método da síntese por precursores poliméricos mostrou-se uma técnica eficaz para o niobato de lítio para a aplicação fotocatalítica. As técnicas de caracterização utilizadas apresentaram resultados bastante interessantes. Para as imagens do MEV, foi possível observar que o material sintetizado apresentou dimensões nanométricas. Na espectroscopia de reflectância difusa, o valor do *band gap* do material apresentou um resultado esperado de acordo com a literatura de 4,0 eV. Para o UV-Vis, foi possível observar que o catalisador degradou em torno de 70% das moléculas orgânicas em meio ácido, apresentando uma taxa de aproximadamente 10% de degradação a cada hora.

Agradecimento

Agradeço ao orientador Fabrício Vieira de Andrade pela oportunidade, suporte e paciência.
Ao Jordano Samuel Siqueira pelas análises no MEV.

À CNPq pela concessão de bolsa de pesquisa.

Referências

ARAÚJO, K. S. DE *et al.* Processos oxidativos avançados: uma revisão de fundamentos e aplicações no tratamento de águas residuais urbanas e efluentes industriais. **Revista Ambiente e Água**, v. 11, n. 2, p. 445–458, 2016.

MONTAGNER, C. C.; VIDAL, C.; ACAYABA, R. D. Contaminantes Emergentes Em Matrices Aquáticas Do Brasil: Cenário Atual E Aspectos Analíticos, Ecotoxicológicos E Regulatórios. **Química Nova**, v. 40, n. 9, p. 1094–1110, 1 set. 2017.

THIERFELDER, C. *et al.* Do we know the band gap of lithium niobate? **Physica Status Solidi C**, v. 7, n. 2, p. 362–365, 10 fev. 2010.

WEIS, R. S.; GAYLORD, T. K. Lithium niobate: Summary of physical properties and crystal structure. **Applied Physics A Solids and Surfaces**, v. 37, n. 4, ago. 1985.