

SÍNTESE E USO KNbO_3 EM FOTOCATÁLISE PARA DESCOLORAÇÃO DE RODAMINA B

FRANCIELEN SAN MARTINS RODRIGUES¹; CÁTIA LIANE ÜCKER²; ANDRIELE LANGE DA ROSA³; BRENDA FRAGOSO⁴; VINICIUS PEREIRA DIAS⁵; SERGIO DA SILVA CAVA⁶.

¹Universidade Federal de Pelotas – francielensmr2@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – catiaucker@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – andrielelange@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – brendamartinelli@icloud.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – viniciusdiassvp@gmail.com

⁶Universidade Federal de Pelotas – sergiocava@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Dentre a diversidade de óxidos, os ternários, também chamado de perovskitas, apresentam propriedades interessantes para aplicações envolvendo energia luminosa, tanto de fonte artificial como de fonte natural. Como características desses materiais estão as propriedades ferroelétricas, elétricas, eletromagnética e outras (MOUYANE, M. et al, 2014).

A estrutura para os materiais correspondentes a perovskitas é representada pela fórmula ABX_3 , onde a posição dos átomos forma um padrão lógico e sequencial, com um cátion em posição central ligado a seis ânions, formando uma geometria octaédrica, e ligando os vértices, têm-se um cátion maior na junção de oito octaedros (TEJUCA, L. G.; FIERRO, J. L. G.; TASCÓN, J. M., 1989; SANTOS, H.; PAULA, C. S. Ludmila de; PASSOS, F. B., 2015).

O niobato de potássio (KNbO_3), é um material de semicondutor pertencente ao grupo das perovskitas. Por ser um semicondutor, uma das características importantes para determinadas aplicações é a medida de energia, chamada de band gap, da qual é a energia necessária para mover um elétron entre bandas de energia. Sendo assim, o KNbO_3 apresenta um valor de band gap de 3,14 eV quando obtido pela rota de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (HAM) (LIU, J. et al., 2007; SHI, H.; ZOU, Z., 2012).

Esse material pode ser obtido por diversas formas, podendo ser sintetizado via pechini, sol-gel, estado sólido, e métodos hidrotérmicos como o convencional e o HAM. O HAM, é uma rota eficiente, de baixo custo, rápida e de fácil reprodutibilidade, ainda contando com baixa temperatura e aquecimento uniforme, o que torna uma escolha viável para obtenção do pó semicondutor de KNbO_3 (SILVA, A. S. d. B. et al., 2014; SILVA, B. G. C. et al., 2019; ZHU, X.; HANG, Q., 2013).

Dito sobre o material de estudo, seu uso se deu em um dos processos de oxidação avançado (POAs) chamado fotocatálise heterogênea. Essa técnica aproveita a boa propriedade de interação entre o semicondutor e a fonte de luz, para promover a descoloração de corantes, durante o processo físico químico de excitação de elétrons, migrando-os assim da banda de valência para a banda de condução e reduzindo a cor do corante de análise. A Rodamina B (RhB), corante de coloração rosa, pertence a classe dos corantes de xanteno, e apresentam uma larga aplicação na indústria têxtil, papel e couro, mesmo sendo considerado tóxico em seres vivos (CERVANTES, T. N.; ZAIA, D. A.; SANTANA, H. d., 2009; GOLIN, R. et al., 2022).

Assim, o presente trabalho propôs a sintetização do KNbO_3 , bem como caracteriza-lo nas técnicas de Difração de Raios-X (DRX) para identificação da fase

cristalina obtida, bem como confirmar o material pelos picos cristalográficos característicos, seguido da análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para verificar a morfologia, e análises como Espectroscopia de Espalhamento Raman (RAMAN) para os modos vibracionais do material, Espectroscopia no Ultravioleta Visível (UV-Vis) para identificar a medida de band gap para o material e em relação a absorbância para identificação da descoloração do corante após o teste de fotocatalise heterogênea.

2. METODOLOGIA

Para a sintetização do KNbO_3 , seguiu-se a rota HAM, da qual foram utilizados os reagentes pentóxido de nióbio comercial (Nb_2O_5) e hidróxido de potássio (KOH) em razão molar de 1:6 respectivamente. Esses foram dissolvidos em água destilada, mantidos em agitação magnética por aproximadamente 10 minutos e transferido ao copo reacional do equipamento, com sua vedação devidamente executada e acoplado ao equipamento dando início ao processo de síntese. Os parâmetros utilizados para tal processo foi tempo de síntese de 60 minutos, temperatura de 200°C com uma rampa de 30°C por minuto. Ao final, o pó obtido passou por verificação de pH, lavagem do pó para eliminação de compostos não reagidos e indesejados, deixando assim o pH o mais próximo da água destilada, e por fim, a secagem do pó em estufa, etapa essa previa para as análises básicas de caracterização do material.

Em relação ao teste de fotocatalise heterogênea, utilizou-se o corante de RhB na concentração de $1 \times 10^{-5}\text{ M}$ em volume de 50 mL e 50 mg de KNbO_3 . Feita a adição do semicondutor na solução contendo o corante, esse foi colocado em agitação magnética por cerca de 15 minutos para ocorrência da adsorção do corante no semicondutor, e então acionadas as lâmpadas, fonte essa de energia artificial, e retirando a partir da irradiação de luz, alíquotas a cada 30 minutos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O DRX para os, identificou a fase cristalina como sendo a correspondente para o KNbO_3 , em um sistema ortorrômbico. Na figura 1, vê-se o difratograma da amostra identificada.

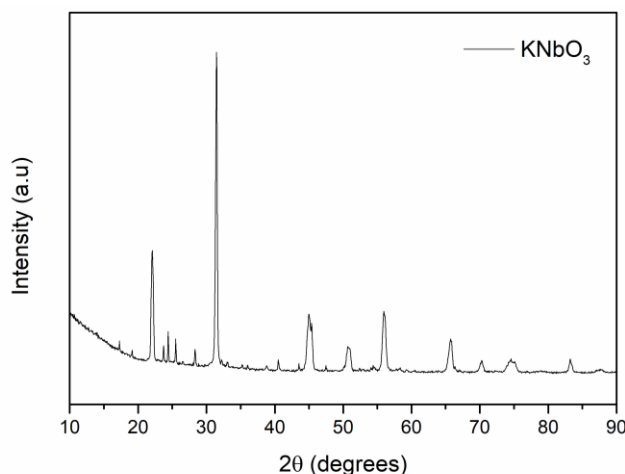


Figura 1: Difratograma para o KNbO_3 .

Na figura 2, as imagens de MEV mostram a morfologia do pó cerâmico, como nanofingers, bem como o exposto na literatura no trabalho de (PAULA et al., 2008).

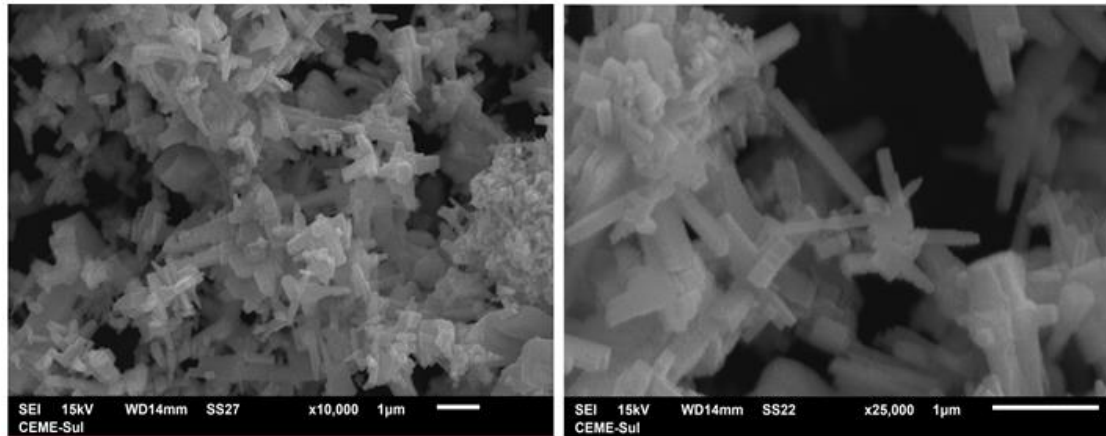


Figura 2: Imagens para a morfologia do KNbO_3 .

Já na figura 3, esta os modos vibracionais do KNbO_3 , obtidos por RAMAN, onde em 188 cm^{-1} está o modo vibracional mais interno ao qual pode estar relacionado à movimentação dos octaedros de NbO_6 ou pela movimentação dos cátions de K^+ . Em 279 cm^{-1} outra ampla banda pode ser vista, e essa pode ser classificada como sendo uma banda de flexão, assim como em 534 e 590 cm^{-1} podem ser observadas duas bandas, das quais podem ser bandas de alongamento, e por fim em 830 cm^{-1} uma banda combinacional fraca.

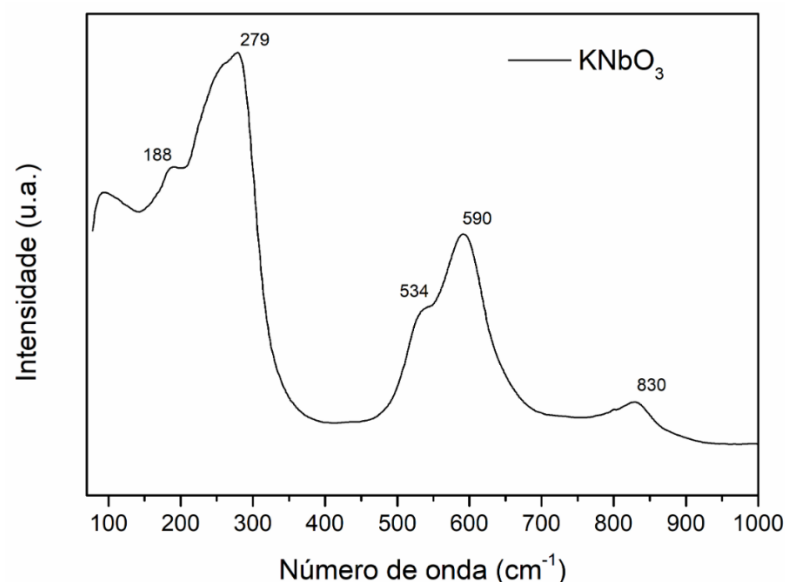


Figura 3: Modos vibracionais para o KNbO_3 .

Na figura 4, pelo UV-Vis, aplicando o método de Tauc para semicondutores indireto, através da interceptação da linha tangente no espectro, identifica-se a medida de band gap, da qual está situa-se em aproximadamente 3,16 eV. Para o KNbO_3 essa medida está na faixa de 3,2 eV, quando puro, batendo assim a medida obtida pela análise do material.

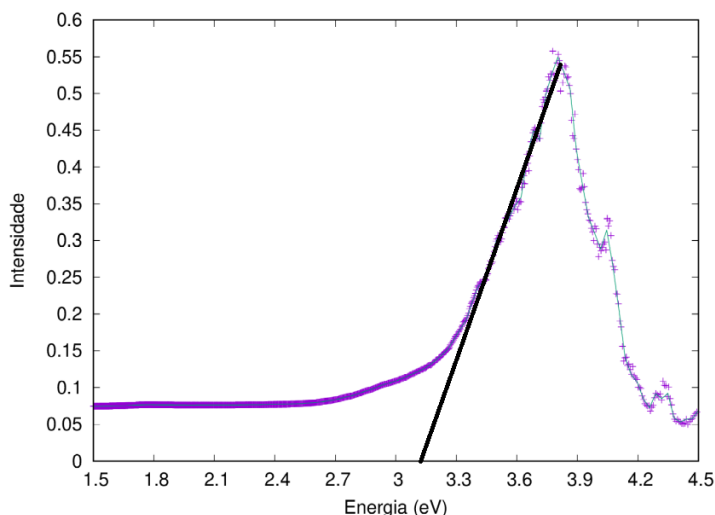


Figura 4: Medida de band gap através de UV-Vis.

A figura 5, o gráfico mostra a variação da concentração (C) de RhB em função do tempo pela concentração inicial (C_0) de RhB. A curva em preto é referente a solução contendo apenas o corante, já a curva vermelha, é a solução do corante com adição do semicondutor. Ao analisar o gráfico, percebe-se que a curva em preto, apresenta uma descoloração em torno de 18% do corante, enquanto a curva em vermelho, mostra uma descoloração de cerca de 97,5% ao utilizar o semicondutor na reação. Assim, é evidente que a utilização do semicondutor KNbO_3 , acelera a descoloração da RhB à uma taxa de grande relevância, o que justifica seu uso.

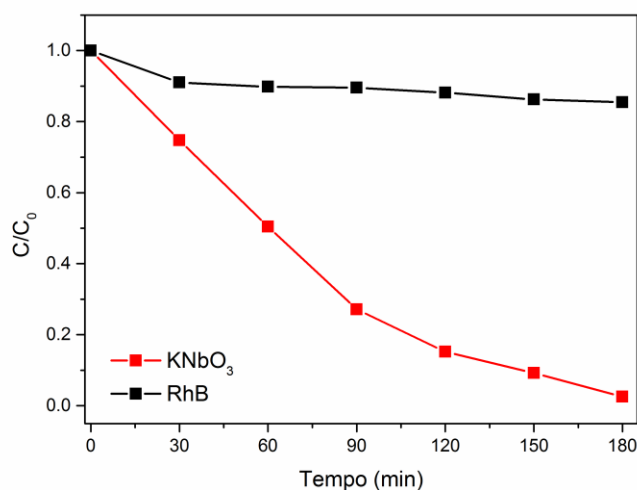


Figura 5: Descoloração da RhB frente ao KNbO_3 .

4. CONCLUSÕES

Dessa maneira, a tentativa de obtenção do material foi concluída, e as análises de caracterização básica para o pó foram também realizadas e obtidos resultados considerados bons. Bem como seu uso na fotodegradação do corante de RhB, na qual teve sua descoloração sem uso do semicondutor em cerca de 18% e com seu uso por volta de 97,5%, deixando assim evidente o benefício do uso do KNbO_3 auxiliando na reação.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- MOUYANE, M. et al. Flash combustion synthesis of electron doped- CaMnO_3 thermoelectric oxides. *Powder technology*, [S.l.], v.264, p.71–77, 2014.
- TEJUCA, L. G.; FIERRO, J. L. G.; TASCÓN, J. M. Structure and reactivity of perovskite-type oxides. *Advances in catalysis*, [S.l.], v.36, p.237–328, 1989.
- SANTOS, H.; PAULA, C. S. Ludmila de; PASSOS, F. B. Aplicação de Óxidos Mistos do Tipo Perovskita para Obtenção de Gás de Síntese a Partir da Conversão do Metano. *Revista Virtual de Química*, [S.l.], v.7, n.4, p.1441–1468, 2015.
- LIU, J.; CHEN, G.; LI, Z.; ZHANG, Z. Hydrothermal synthesis and photocatalytic properties of ATaO_3 and ANbO_3 (A= Na and K). *International Journal of Hydrogen Energy*, [S.l.], v.32, n.13, p.2269–2272, 2007.
- SHI, H.; ZOU, Z. Photophysical and photocatalytic properties of ANbO_3 (A= Na, K) photocatalysts. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, [S.l.], v.73, n.6, p.788–792, 2012.
- SILVA, A. S. d. B. et al. Síntese e caracterização de KNbO_3 aplicado na fotodegradação remazol amarelo ouro em solução fotodegradação de remazol amarelo ouro em solução aquosa., [S.l.], 2014.
- SILVA, B. G. C. et al. Obtenção de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ e $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{MWCNTs}$ nanoestruturados e avaliação das suas propriedades eletroquímicas. , [S.l.], 2019.
- ZHU, X.; HANG, Q. Microscopical and physical characterization of microwave and microwave-hydrothermal synthesis products. *Micron*, [S.l.], v.44, p.21–44, 2013.
- CERVANTES, T. N.; ZAIA, D. A.; SANTANA, H. d. Estudo da fotocatalise heterogênea sobre Ti/TiO_2 na descoloração de corantes sintéticos. *Química Nova*, [S.l.], v.32, n.9, p.2423–2428, 2009.
- GOLIN, Rossean et al. Descoloração de Rodamina B via reação Fenton usando nanopartículas de ferro suportadas em biomassa da casca de Castanha-do-Brasil. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 27, 2022.
- PAULA, A. J.; PARRA, R.; ZAGHETE, M. A.; VARELA, J. A. Synthesis of KNbO_3 nanostructures by a microwave assisted hydrothermal method. *Materials letters*, [S.l.], v.62, n.17-18, p.2581–2584, 2008.