

NbOPO₄ COMO FOTOCATALISADOR EMERGENTE: SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO NA DESCOLORAÇÃO DE RODAMINA B

RITA FERREIRA HUNG¹; MATEUS MENEGHETTI FERRER²; TIAGO MORENO VOLKMER³

¹Universidade Federal de Pelotas – rita.hung@ufpel.edu.br

²Universidade Federal de Pelotas – mateusmferrer@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

A poluição da água, causada tanto por atividades naturais quanto humanas, tornou-se um problema global que gera impactos tanto de curto quanto de longo prazo para os seres humanos e os ecossistemas (TIJANI et al. 2014). O uso de corantes orgânicos na indústria como a Rodamina B leva a uma poluição ambiental significativa (RAFIQ et al. 2021).

A fotocatalise, como um dos Processos Oxidativos Avançados (POAs), destaca-se por ser uma alternativa mais eficiente e sustentável à oxidação química tradicional na degradação de compostos tóxicos, devido ao seu baixo custo, não-toxicidade, propriedades ajustáveis e alta estabilidade durante o uso prolongado (CHATTERJEE et al. 2005; SARAVANAN et al. 2017).

Compostos de nióbio, como o Nb₂O₅, já mostraram ótimo desempenho fotocatalítico (PRADO et al. 2008; LACERDA et al. 2020; ÜCKER et al. 2021). Já o NbOPO₄, pouco explorado, tem sido usado principalmente como catalisador multifuncional (YANI et al. 2022; ZHOU et al. 2022). Sua aplicação em fotocatalise representa uma abordagem inovadora.

O objetivo deste trabalho é sintetizar, caracterizar e avaliar o desempenho fotocatalítico do NbOPO₄ na degradação da Rodamina B em solução aquosa, estabelecendo a relação entre suas propriedades estruturais e a eficiência fotocatalítica.

2. METODOLOGIA

A síntese do NbOPO₄ foi realizada a partir de NbCl₅ dissolvido em HCl e água destilada, seguida da adição de solução de H₃PO₄. A mistura foi homogeneizada, aquecida a 90 °C sob agitação, centrifugada e seca a 100 °C por 24 h. As amostras obtidas foram submetidas à calcinação em diferentes temperaturas por 2 h (200, 300, 400, 500 e 800 °C, além de uma amostra sem tratamento térmico (Wen et al. 2021; Tao et al. 2022).

As caracterizações incluíram Difração de Raios X (XRD) para identificação de fases cristalinas (D2 Phaser, Bruker, Cu K α , 30 kV, 10 mA) e Espectroscopia Raman para análise de modos vibracionais (Confocal Raman Imaging Alpha 300 R, Oxford Instruments).

Os testes fotocatalíticos utilizaram 50 mg de NbOPO_4 em 100 mL de RhB (1×10^{-5} M) sob luz UV ($\lambda = 254$ nm), com coleta de alíquotas a cada 15 min por 75 min. A degradação foi monitorada por UV-Vis (SP-2000UV).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1a observam-se os difratogramas de NbOPO_4 calcinado em diferentes temperaturas. As amostras sem tratamento térmico e a 200 °C apresentam apenas um halo difuso, típico de material amorfo, no qual os átomos estão organizados de forma aleatória e não periódica (STACHURSKI, 2011). A 300–500 °C já surgem picos largos e pouco intensos, indicando cristalização parcial, enquanto em 800 °C aparecem reflexões bem definidas, características da fase tetragonal de NbOPO_4 (ICSD 2410), em concordância com Wen et al. (2021), Tao et al. (2022) e Zhao et al. (2024).

Na Figura 1b, os espectros Raman mostram que, para as amostras até 300 °C, as bandas na região de 700–1100 cm^{-1} aparecem alargadas e pouco definidas e a partir de 500 °C, essas bandas tornam-se mais intensas e estreitas; em 800 °C são claramente observados picos em 807 cm^{-1} e 978 cm^{-1} , atribuídos às vibrações Nb=O e P-O, em acordo com CHEN et al. (2025), indicando que a calcinação em altas temperaturas favorece a organização estrutural do NbOPO_4 .

Nos ensaios fotocatalíticos, a atividade do NbOPO_4 mostrou forte dependência da temperatura de calcinação. A amostra calcinada a 500 °C apresentou o melhor desempenho, enquanto as não tratadas e a 200 °C também foram ativas, embora em menor grau. Em contraste, a 800 °C a eficiência caiu, possivelmente pela maior cristalinidade e menor área superficial disponível para adsorção do corante (Ücker et al., 2019). Esse efeito foi visível na descoloração das soluções, com destaque para a amostra de 500 °C. Segundo Ambreen et al. (2025), materiais amorfos tendem a ser mais eficazes adsorventes do que os cristalinos, o que justifica a boa performance das amostras até 500 °C.

Esses resultados demonstram que a relação entre a estrutura cristalina e a fase obtida desempenha um papel crucial na atividade fotocatalítica do NbOPO_4 , sendo a temperatura de calcinação um fator determinante para otimizar a interação do material com as moléculas de Rodamina B em solução.

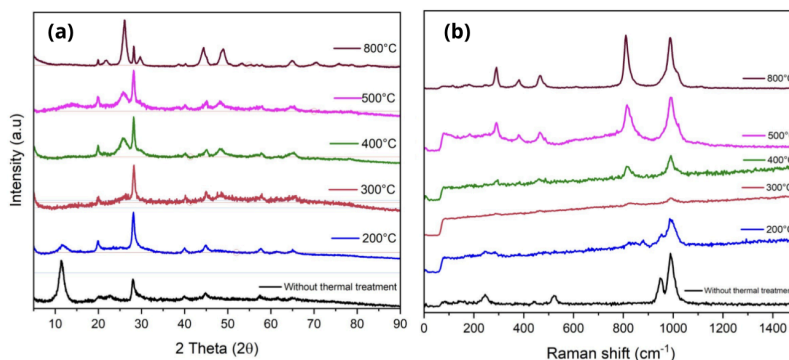


Figura 1. (a), DRX das amostras de NbOPO_4 submetidas a diferentes temperaturas de Calcinação, (b), espectro Raman das amostras de NbOPO_4 calcinadas a diferentes temperaturas

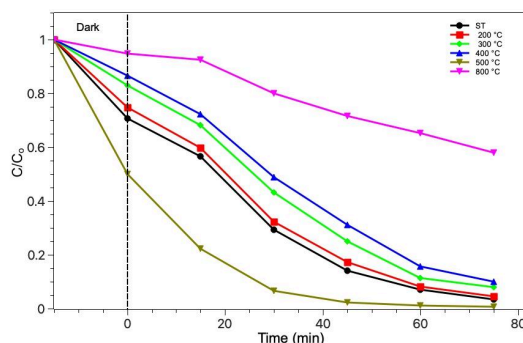


Figura 2. Desempenho fotocatalítico do NbOPO_4 na degradação da Rodamina B

4. CONCLUSÕES

Este trabalho contribui para o entendimento do comportamento estrutural e fotocatalítico do NbOPO_4 , evidenciando que sua estrutura é fortemente influenciada pela temperatura de calcinação, o que afeta diretamente sua eficiência fotocatalítica. Foi demonstrado que o material pode ser ajustado entre fases amorfas e cristalinas de forma controlada, com a fase tetragonal sendo favorecida em altas temperaturas, impactando positivamente suas propriedades catalíticas.

A inovação deste estudo reside na otimização do NbOPO_4 para aplicações fotocatalíticas, com foco na degradação de corantes em solução aquosa. Além disso, os resultados reforçam a importância da estrutura cristalina para o desempenho fotocatalítico, destacando o papel crucial da temperatura de calcinação nesse processo. Portanto, este trabalho abre novas perspectivas para o uso do NbOPO_4 em processos ambientais, particularmente na degradação de compostos orgânicos, e fortalece a relevância do material para o desenvolvimento de tecnologias em fotocatalise heterogênea.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMBREEN, Subia et al. Effect of chelation in alkoxide precursors of niobium oxide nanoparticles on photochemical degradation of rhodamine B. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, v. 98, n. 2, p. 319-334, 2021.

CHATTERJEE, Debabrata; DASGUPTA, Shimanti. Visible light induced photocatalytic degradation of organic pollutants. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, v. 6, n. 2-3, p. 186-205, 2005.

CHEN, Zhongteng et al. Tuning the Electronic Structure of Niobium Oxyphosphate/Reduced Graphene Oxide Composites by Vanadium-Doping for High-Performance Na^+ Storage Application. *Carbon Neutralization*, v. 4, n. 3, p. e70010, 2025.

DEWIL, Raf et al. New perspectives for advanced oxidation processes. *Journal of environmental management*, v. 195, p. 93-99, 2017.

LACERDA, Elenice Hass Caetano et al. Bentonite clay modified with Nb₂O₅: An efficient and reused photocatalyst for the degradation of reactive textile dye. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, v. 388, p. 112084, 2020.

PRADO, Alexandre GS et al. Nb₂O₅ as efficient and recyclable photocatalyst for indigo carmine degradation. *Applied catalysis B: environmental*, v. 82, n. 3-4, p. 219-224, 2008.

RAO, Ginjupalli Srinivasa et al. Vapour phase dehydration of glycerol to acrolein over NbOPO₄ catalysts. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, v. 89, n. 12, p. 1890-1897, 2014.

STACHURSKI, Zbigniew H. On structure and properties of amorphous materials. *Materials*, v. 4, n. 9, p. 1564-1598, 2011.

TAO, Tao et al. Microwave-assisted hydrothermal synthesis of three-dimensional NbOPO₄-reduced graphene oxide-carbon nanotube composite for high performance sodium-ion battery anode. *Journal of Power Sources*, v. 539, p. 231457, 2022.

TIJANI, Jimoh O. et al. A review of combined advanced oxidation technologies for the removal of organic pollutants from water. *Water, Air, & Soil Pollution*, v. 225, n. 9, p. 2102, 2014.

ÜCKER, Cátia L. et al. Influence of Nb₂O₅ crystal structure on photocatalytic efficiency. *Chemical Physics Letters*, v. 764, p. 138271, 2021.

ÜCKER, B.; RÜMMELE, S.; JONAS, U. Effect of crystallinity on photocatalytic activity of metal oxides. *Applied Catalysis B: Environmental*, Amsterdam, v.256, p.117809, 2019.

WEN, Bo et al. Niobium oxyphosphate nanosheet assembled two-dimensional anode material for enhanced lithium storage. *Journal of Energy Chemistry*, v. 53, p. 268-275, 2021.

YANI, Firda Tirta et al. Palm oil hydrodeoxygenation into green diesel over NiO/NbOPO₄ catalyst: A novel approach of synthesizing NbOPO₄ from NbCl₅. *Journal of Cleaner Production*, v. 354, p. 131704, 2022.

ZHANG, Yu et al. Mesoporous niobium phosphate: an excellent solid acid for the dehydration of fructose to 5-hydroxymethylfurfural in water. *Catalysis Science & Technology*, v. 2, n. 12, p. 2485-2491, 2012.

ZHAO, Jingqi et al. Amorphous metal–organic frameworks: Pioneering frontiers in cancer diagnostics and therapeutics. *Chemical Engineering Journal*, v. 492, p. 152295, 2024.

ZHOU, Hao et al. Hydrogenolysis cleavage of the Csp²–Csp³ bond over a metal-free NbOPO₄ catalyst. *ACS Catalysis*, v. 12, n. 9, p. 4806-4812, 2022.