



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**  
**INSTITUTO DE QUÍMICA**

**JOÃO VICTOR MARTINS PRIMO**

**SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DO Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> NA  
FOTODEGRADAÇÃO DE POLUENTES ORGÂNICOS E PRODUÇÃO DE H<sub>2</sub>  
VERDE**

**UBERLÂNDIA, MG**

**2024**

**JOÃO VICTOR MARTINS PRIMO**

**SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DO Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> NA  
FOTODEGRADAÇÃO DE POLUENTES ORGÂNICOS E PRODUÇÃO DE H<sub>2</sub>  
VERDE**

Trabalho de Conclusão de Curso de Bacharelado em Química Industrial do Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial para a obtenção do título de bacharel em Química Industrial.

Orientador: Prof. Dr. Osmando Ferreira Lopes

**UBERLÂNDIA**

**2024**

COMISSÃO EXAMINADORA:

---

Prof. Dr. Osmando Ferreira Lopes  
Universidade Federal de Uberlândia

---

Profa. Renata Cristina de Lima  
Universidade Federal de Uberlândia

---

Me. Marcos Eduardo Gomes do Carmo  
Universidade Federal de Uberlândia

UBERLÂNDIA

2024

*“Viver é enfrentar um problema atrás do outro. O modo como você o enfrenta é que faz a diferença.” – Mario Sergio Cortella*

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Orli e João, pelo amor, apoio e investimento na minha educação. Aos meus irmãos Lucas e Natalia por tornarem minha vida mais engraçada e repleta de boas histórias. Agradeço aos meus avós Geral e Sebatião por estarem tão presentes na minha vida.

A Brenda Frachoni pela companhia, alto astral, pelo todo suporte e motivação em todos os momentos e por todo carinho. Também agradeço aos meus amigos, Michael, Gabriel R., Milenny, Eduardo, Thiago, que me apoiaram nessa trajetória e me proporcionaram bons momentos.

Ao meu orientador, prof. Osmando Ferreira Lopes, por todo conhecimento compartilhado didaticamente e pela confiança. Agradeço ao Prof. Antonio Otavio de T. Patrocínio, à Dra. Juliane Zacour e Me. Lucas Leão por terem contribuído com a minha trajetória científica.

Ao Hugo Rocha por toda tranquilidade, conselhos e por me auxiliar durante toda a graduação.

A QUÍMEJ, que pude me desenvolver muito mais, e agradeço a toda equipe que trabalhei, onde percebi que o trabalho em equipe é essencial para crescer.

Agradeço também à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG, processos: APQ-00282-21 e RED-00175-22) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Processos: 406026/2023-8 e 405819/2022-6) pelo financiamento do recursos.

A Rede de Laboratórios Multiusuário (RELAM/PROPP) da Universidade Federal de Uberlândia por fornecer o(s) equipamento(s) e suporte técnico para a realização dos experimentos.

Agradeço a CBMM - Araxá, pela disponibilização do precursor para realização das sínteses.

## Resumo

O  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  é um semicondutor que apresenta propriedades eletrônicas e texturais excelentes para ser aplicado como fotocatalisador, adicionalmente o Brasil é o maior detentor das reservas mundiais de Nióbio, o que torna o desenvolvimento de aplicações para este metal altamente requerido. Apesar disto, até o momento o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foi pouco estudado para aplicações fotocatalíticas. Portanto, este trabalho teve por objetivo obter o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  por uma rota de síntese hidrotérmica e avaliar o efeito da temperatura de calcinação nas propriedades físico-químicas deste material, incluindo o desempenho fotocatalítico na oxidação do corante azul de metileno (AM) e na produção de  $\text{H}_2$ . A análise de difração de raios-X demonstrou que o método de síntese hidrotérmico foi eficiente, sendo obtido a fase cristalina pseudo-hexagonal do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . Pode ser verificado ainda, que a calcinação à  $600^\circ\text{C}$  mudou a fase cristalina do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  para a ortorrômbica e a tornou mais cristalina. Estes resultados foram confirmados pela análise de espectroscopia Raman. A amostra obtida pelo tratamento hidrotérmico ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-TH}$ ) apresentou uma área superficial específica (AES) de  $212 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ , à medida que a temperatura de calcinação foi aumentada a AES foi reduzida, sendo que a amostra calcinada a  $600^\circ\text{C}$  ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-600}$ ) apresentou uma AES de  $30 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ . Os materiais apresentaram um *band gap* na faixa de 3,2 a 3,4 eV, sendo ativos apenas sob radiação ultravioleta. As imagens de microscopia eletrônica de varredura demonstraram que o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  possui uma morfologia esférica com nanopartículas menores que 50 nm. Os testes fotocatalíticos demonstraram que todas as amostras foram ativas, e que a amostra obtida no reator hidrotérmico sem posterior calcinação ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-HT}$ ) apresentou uma maior atividade fotocatalítica, provavelmente devido a sua maior área superficial específica e maior quantidade de grupos superficiais. A mesma amostra modificada com Ag também apresentou uma maior atividade na produção fotocatalítica de  $\text{H}_2$ . Foi demonstrado que o método de síntese foi eficiente na obtenção das amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , e que as amostras obtidas foram eficientes na degradação do corante azul de metileno e na produção de  $\text{H}_2$ .

**Palavras-chave:** Processos oxidativos avançados, Tratamento de água, Hidrogênio verde, Fotocatálise heterogênea.

## Abstract

$\text{Nb}_2\text{O}_5$  is a semiconductor that presents excellent electronic and textural properties for application as a photocatalyst. Additionally, Brazil holds the largest reserves of Niobium worldwide, making the development of applications for this metal highly sought after. Despite this,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  has been few explored for photocatalytic applications so far. Therefore, this work aimed to obtain  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  through a hydrothermal synthesis route and evaluate the effect of calcination temperature on the physicochemical properties of this material, including its photocatalytic performance for methylene blue dye (MB) oxidation and hydrogen evolution. X-ray diffraction analysis demonstrated that the synthesis method was efficient, yielding the pseudo-hexagonal crystalline phase of  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . It was also observed that calcination at  $600^\circ\text{C}$  changed the crystalline phase to orthorhombic one and increase the material's crystallinity. These results were confirmed by Raman spectroscopy analysis. The sample obtained by hydrothermal treatment ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-HT}$ ) presented a specific surface area (SSA) of  $212\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ , and as the calcination temperature increased, the SSA decreased, with the sample calcined at  $600^\circ\text{C}$  ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-600}$ ) presenting an SSA value of  $30\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$ . As expected, the materials exhibited a band gap in the range of 3.2 to 3.4 eV. Scanning electron microscopy images demonstrated that  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  has a spherical morphology with nanoparticles smaller than 50 nm. Photocatalytic tests showed that all samples were active, and the sample obtained in the hydrothermal reactor without subsequent calcination ( $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-HT}$ ) exhibited highest photocatalytic activity, probably due to its highest SSA value.  $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-HT}$  was also active in hydrogen production. It was demonstrated that the synthesis method was efficient in obtaining  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  samples with high photoactivity

**Keywords:** Advanced Oxidative Processes, Water Treatment, Green Hydrogen, Heterogeneous Photocatalysis

## Sumário

<b>1. Introdução.....</b>	<b>9</b>
<b>1.1 Aspectos ambientais .....</b>	<b>9</b>
<b>1.2 Fotocatálise heterogênea .....</b>	<b>11</b>
<b>1.3 Fotocatalisadores Heterogêneos .....</b>	<b>12</b>
<b>1.4 Reação Hidrotermal .....</b>	<b>14</b>
<b>2. Objetivos.....</b>	<b>16</b>
<b>3. Metodologia.....</b>	<b>17</b>
<b>3.1 Síntese das nanopartículas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> .....</b>	<b>17</b>
<b>3.2 Caracterização das amostras sintetizadas .....</b>	<b>17</b>
<b>3.3 Avaliação das propriedades fotocatalíticas .....</b>	<b>18</b>
<b>3.3.1 Degradação fotocatalítica.....</b>	<b>18</b>
<b>3.3.2 Produção de H<sub>2</sub>.....</b>	<b>18</b>
<b>4. Resultados e discussão.....</b>	<b>20</b>
<b>4.1 Caracterização microestrutural do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> .....</b>	<b>20</b>
<b>4.2 Ensaios de Fotodegradação do Azul de Metileno .....</b>	<b>25</b>
<b>4.3 Análise fotocatalítica de produção de H<sub>2</sub>.....</b>	<b>27</b>
<b>5. Conclusão .....</b>	<b>29</b>
<b>Referências:.....</b>	<b>30</b>

## 1. Introdução

### 1.1 Aspectos ambientais

Com suas vastas florestas e ecossistemas únicos, o Brasil possui abundantes recursos naturais e biodiversidade. Segundo WORLD BANK (2021) seu imenso território e capacidade produtiva contribuem significativamente para o equilíbrio ambiental global. No entanto, o Brasil também enfrenta obstáculos significativos na proteção de seu meio ambiente, principalmente em termos de poluição da água causada por poluentes de indústrias como a têxtil e a farmacêutica.

Os setores têxtil e farmacêutico contribuem significativamente para a economia brasileira, contribuindo para a criação de empregos e o estímulo ao crescimento econômico. Contudo, é importante reconhecer que essas indústrias também acarretam impactos ambientais adversos. A má gestão de poluentes como corantes e compostos farmacêuticos resulta na contaminação dos corpos d'água, constituindo uma ameaça para os ecossistemas aquáticos e comprometendo a qualidade da água. Isso ocorre devido aos efeitos prejudiciais persistentes dos corantes têxteis, o que ressalta a necessidade de abordar essas questões de forma sustentável e responsável (Jamee, Siddique, 2019 & Nannou e col. 2020).

Dentre as alternativas para tratamentos de efluentes orgânicos, os Processos Oxidativos Avançados (POA's) vêm merecendo destaque devido a sua simplicidade e alta eficiência na degradação de inúmeros compostos orgânicos. Este método não possui seletividade, podendo oxidá-los parcialmente ou convertê-los completamente em CO<sub>2</sub>. Os POA's são baseados na geração do radical hidroxila (-•OH), espécie altamente reativa e com alto poder oxidante, com potencial de redução padrão de  $E_0 = 2,80V$ . (Lopes e col. 2014; Fiozere e col., 2018). Os POA's possibilitam a desinfecção de águas e a eliminação de uma grande porcentagem de poluentes presentes.

A combinação de irradiação UV com agentes oxidantes potentes, como peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), ozônio (O<sub>3</sub>) e catalisadores como por exemplo dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), resulta em diversos tipos de POA's fotoquímicos capazes de degradar ou destruir poluentes por meio de três processos distintos: foto-decomposição (baseada na excitação e degradação de moléculas de poluentes pela irradiação UV), oxidação direta por H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e O<sub>3</sub>,

e oxidação por fotocatalise com  $\text{TiO}_2$ , gerando radicais hidroxila. A fotólise do peróxido de hidrogênio por irradiação UV ( $\text{H}_2\text{O}_2/\text{UV}$ ) é um processo que pode ocorrer naturalmente, apresentando-se como uma alternativa viável para degradar compostos orgânicos tóxicos. (Araújo e col. 2016, Silva e col. 2020) No entanto, o desenvolvimento de fotocatalisadores que apresentem um alta atividade e estabilidade permanece como o principal desafio para esta linha de pesquisa.

Outra problemática da sociedade atual é a demanda energética global que avança gradativamente. Sua previsão de crescimento até o final de 2040 é de aproximadamente 30%, o equivalente a adicionar dois países superpopulosos, como uma China e uma Índia, à demanda global atual (IEA, 2019). A busca por novas tecnologias favoráveis ao meio ambiente tem sido o foco atual da pesquisa científica. Trabalhos recentes têm explorado abordagens inovadoras para a remediação ambiental, enquanto outros buscam tecnologias de energia mais limpa e renovável. Entre as tecnologias em investigação, a aplicação da fotocatalise para produção de combustíveis renováveis se destaca (Khin, Nair e Babu, 2012).

Neste sentido, a produção de hidrogênio verde surge como alternativa para substituir os combustíveis fósseis e diminuir os impactos ambientais relacionados a emissão de gases estufa. O  $\text{H}_2$  como combustível, quando queima com oxigênio, gera apenas água como produto, o que é uma queima limpa, diferentemente da queima de combustíveis fósseis, que gera, entre outros, gás carbônico ( $\text{CO}_2$ ), que contribui para o efeito estufa (Ismael, M. 2021). Contudo, pouco hidrogênio existe na forma molecular na natureza, a sua maior parte está combinada com outros átomos, como os que formam a água e os hidrocarbonetos, por exemplo (Atkins e col. 2018). O trabalho pioneiro sobre a fotólise da água através da fotocatalise foi relatado no trabalho de Fujishima e Honda (1972), pela constatação da evolução de  $\text{H}_2$  a partir da decomposição da água empregando um sistema de fotoeletrodo que consistia em um fotoanodo de dióxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) irradiado pela luz solar e um cátodo de platina (Pt). Portanto, a fotocatalise heterogênea é também uma estratégia promissora na utilização da radiação solar para produzir um combustível limpo ( $\text{H}_2$ ).

O Brasil, com sua combinação de recursos naturais, *expertise* científica e tecnológica, além de seu papel como líder regional, tem a oportunidade de enfrentar esses desafios. Através da pesquisa e desenvolvimento de tecnologias inovadoras, como a fotocatalise heterogênea utilizando materiais como o pentóxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ), é

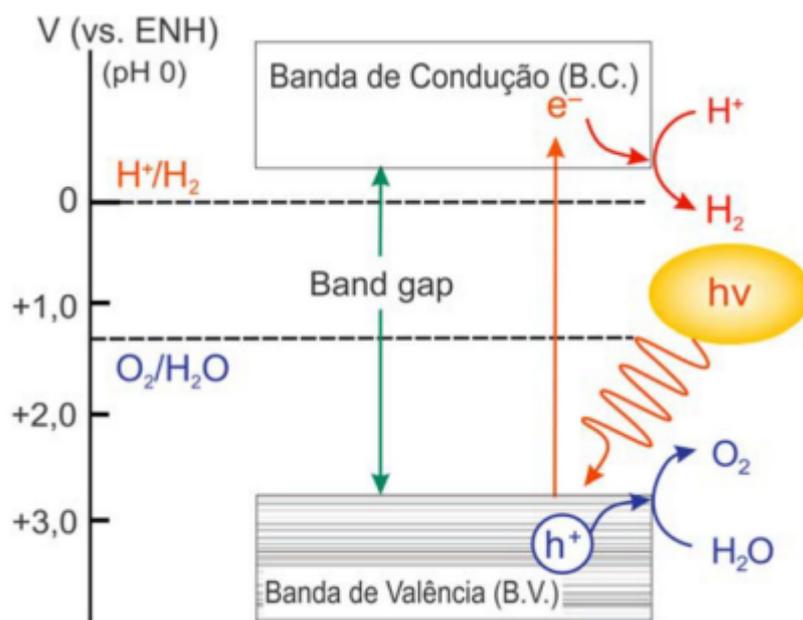
possível encontrar soluções para a degradação dos poluentes originados pelas indústrias têxtil e farmacêutica.

## 1.2 *Fotocatálise heterogênea*

A fotocatalise é um fenômeno fotoquímico que ocorre quando um semicondutor é exposto a uma fonte de luz que desencadeia a formação de elétrons e buracos e que pode resultar na formação de espécies reativas que aceleram reações, como a decomposição de poluentes orgânicos. Na fotocatalise homogênea, o catalisador está completamente solubilizado na solução, formando uma única fase. Já na fotocatalise heterogênea, o catalisador e a substância a ser degradada estão em diferentes estados físicos, facilitando a recuperação do material para reutilização posterior (Likodimos, 2020).

No processo de fotocatalise (Figura 1), a exposição à radiação em um material semicondutor desencadeia reações de oxirredução. O semicondutor possui uma estrutura de bandas de energia, a banda de valência (BV) — onde os elétrons ocupam o nível de maior energia — e a banda de condução (BC) — o nível de energia mais baixo não ocupado por elétrons. A energia de band gap é a separação energética entre a BV e a BC (LI, X. e col., 2020).

Quando o material semicondutor é excitado por fótons com energia igual ou superior à sua energia de band gap, ocorre a transferência de elétrons da BV para a BC, resultando na formação de pares fotoinduzidos de elétrons/vacâncias ( $e^-/h^+$ ) (SADEGHFAR; GHAEDI; ZALIPOUR, 2021). Uma parte desses pares se recombinará, enquanto outros migrarão para a superfície do fotocatalisador, iniciando reações com as espécies adsorvidas ali. As vacâncias formadas na BV desencadeiam reações de oxidação, produzindo radicais hidroxila que catalisam reações químicas e geram subprodutos. Os elétrons excitados para a BC reduzem o oxigênio dissolvido na água, formando espécies reativas como ânions superóxido e peróxido, que por sua vez são reduzidos a radicais hidroxila, oxidando compostos orgânicos (Garcia-segura; Brillas, 2017).



**Figura 1:** Princípio básico de geração fotocatalítica de  $H_2$  através da irradiação de luz em semicondutores. (adaptado de Maeda, K., & Domen, K.2007)

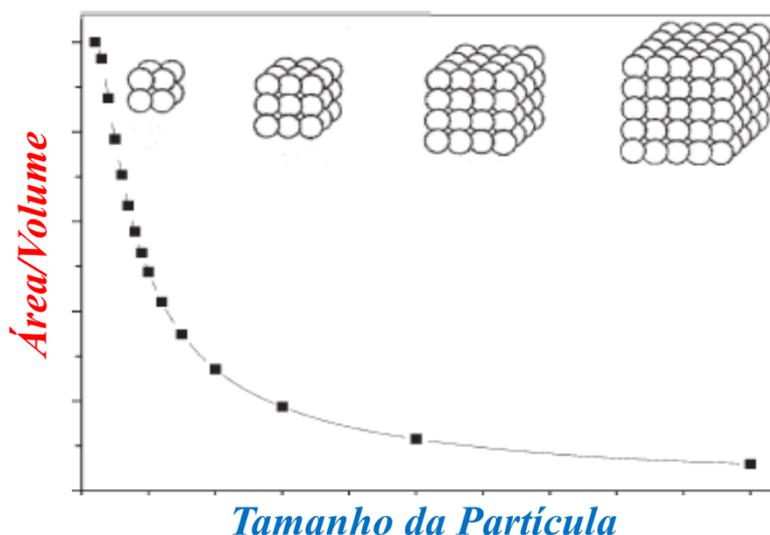
### 1.3 Fotocatalisadores Heterogêneos

Os catalisadores mais comumente utilizados na fotocatalise heterogênea incluem óxidos de metais de transição, como o dióxido de titânio ( $TiO_2$ ), o dióxido de zinco ( $ZnO$ ), o óxido de ferro ( $Fe_2O_3$ ) (Gao e col. 2021 & Wang e col. 2019). Neste sentido, o  $Nb_2O_5$  se destaca, pois é um semicondutor de grande importância do ponto de vista tecnológico, é um semicondutor tipo “n”, ou seja, um metal dopado com grupos orgânicos que doam elétrons livres para a rede cristalina, com *band gap* variando de 3,1 a 4,0 eV, a depender da fase cristalina. É um sólido branco, estável ao ar e insolúvel em água. É consideravelmente mais estável à redução do que óxido de vanádio, que pertence ao grupo 5. Possui sítios ácidos de Bronsted e Lewis, com alta acidez ( $H_0 = -5,6$ ) e características anfotéricas, podendo ser dissolvido tanto em ácidos fortes como em bases fortes. É particularmente interessante pelas suas notáveis propriedades químicas e físicas que fazem dele um material promissor para aplicação em sensor de gases, catálise, células fotovoltaicas e em componentes eletrocromicos. (Leite e colaboradores, 2006)

Adicionalmente, o  $Nb_2O_5$  apresenta grande absorção de energia na região do ultravioleta, e pode ser utilizado na proteção de materiais sensíveis a esta radiação. Este

apresenta um *band gap* na faixa de 3,2 eV e taxa de recombinação do par elétron/buraco similar ao TiO<sub>2</sub>. Tais características fazem dele um potencial candidato para aplicação em fotocatalise. Como o Brasil é maior produtor mundial de nióbio, é importante que estudos sejam direcionados no sentido da geração de aplicações tecnológicas que agreguem valor ao nióbio e seus compostos. (Lopes, O. F. e Col., 2014; Falcão e col. 2023).

No entanto, para promover o melhoramento da atividade fotocatalítica do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é necessário obtê-lo em escala nanométrica. Isso se deve ao fato de materiais nanométricos apresentarem maior razão Área/Volume, tendo como consequência o fato de a mesma massa de um determinado material na escala nanométrica apresentar maior área superficial do que a mesma massa deste mesmo material em escala micrométrica (Heiligtag e Niederberger 2013). O gráfico apresentado na Figura 2 ilustra qualitativamente este ponto.



**Figura 2:** Relação entre a razão área/volume pelo de partícula, ambos os eixos em unidades arbitrárias. (Roduner ,2006)

Um fator limitante na aplicação de semicondutores em fotocatalise consiste na elevada taxa de recombinação dos pares elétron-buraco gerados após a excitação. Uma possibilidade para se contornar essa questão é o acoplamento e a formação da interface semiconductor/semiconductor ou semiconductor/metal, formando assim heteroestruturas, tal que a junção entre os materiais é denominada heterojunção. A adequabilidade de uma determinada heteroestrutura em um processo está diretamente relacionada com a migração

de cargas que ocorre na interface de conexão entre os dois materiais. Esta migração de carga se dá por conta da diferença dos potenciais químicos dos elétrons na estrutura cristalina, representados pelo nível de Fermi. Combinando-se semicondutores diferentes, obtém diversas heteroestruturas, tendo diversas aplicações dependendo de seu objetivo. Para isso, deve ser levado em consideração o sentido de migração de cargas na interface de conexão entre os materiais, ocorrendo devido à diferença da energia potencial das BC e BV de cada material (De Mendonça e col., 2014; Marques e col. 2017).

Yan e col., (2014) mostraram que a heterojunção formada por Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> aprimorou a oxidação fotocatalítica do o-feniletanol, em comparação com os materiais isolados. Ferraz e col., (2017) sintetizaram heteroestruturas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e TiO<sub>2</sub> em diferentes proporções. Neste estudo, observou-se que as heteroestruturas apresentaram melhor desempenho em comparação com o semicondutor Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> puro. No entanto, não houve aumento de eficiência em relação ao TiO<sub>2</sub> puro. Sacco e col. (2020) sintetizaram uma heterojunção entre Pt-TiO<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Os óxidos foram misturados na proporção molar de 1:1 na presença de isopropanol sob agitação constante até a evaporação do solvente. A superfície do material obtido foi modificada com a adição de H<sub>2</sub>PtCl<sub>6</sub>, para obtenção de nanopartículas de Pt na superfície dos materiais. A atividade fotocatalítica da heterojunção foi estudada na presença dos fármacos diclofenaco e cetoprofeno sob radiação UV. Os resultados mostram que a adição de Pt na mistura dos óxidos de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> resultou na melhor atividade fotocatalítica para degradação e mineralização desses compostos.

#### *1.4 Reação Hidrotérmica*

O método hidrotérmico tem possibilitado a síntese de materiais nanoestruturados com diversas morfologias, oferecendo um controle refinado ao ajustar os parâmetros reacionais, como pH, meio de reação (ácido, base, oxidantes, solvente orgânico), temperatura e tempo de reação. Essa abordagem permite alcançar com precisão o tamanho e formato desejados da estrutura sintetizada, abrindo novas perspectivas na área. (Raba e col., 2016; Teixeira e col., 2015; Zhu).

Essa técnica implica na formação e crescimento de cristais, geralmente realizados em ambientes fechados como autoclaves e reatores sob pressão. Nessas condições, uma solução aquosa é aquecida acima de sua temperatura de ebulição (Shi e col., 2013). Essa

abordagem pode desencadear processos de dissolução e recristalização de materiais que normalmente são pouco solúveis em condições convencionais, permitindo um controle preciso das etapas de nucleação, crescimento e aumento da cristalinidade. Isso resulta na obtenção de materiais com propriedades adequadas para as aplicações desejadas. (SOUSA FILHO e SERRA, 2015).

Essa metodologia apresenta diversas vantagens, incluindo elevado grau de homogeneidade, temperaturas e pressões de síntese mais brandas, realização do processo em única etapa reacional, eliminação da necessidade de procedimentos de calcinação e controle preciso da morfologia do material. Além disso, oferece maior cristalinidade e facilidade de aplicação em escala industrial. Os produtos resultantes não requerem tratamento térmico adicional e têm um custo reduzido. Portanto, esta metodologia será empregado na síntese do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (Sousa Filho e Serra, 2015).

Portanto, fica claro a necessidade de desenvolver novos métodos de obtenção do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  em escala nanométrica. Dentre os poucos trabalhos realizados até então, as maiores partes tiveram um enfoque apenas na síntese do material na escala nanométrica, com pouca exploração acerca de suas propriedades, incluindo-se quanto à fotocatalise heterogênea.

## 2. Objetivos

O presente trabalho teve como objetivo geral a avaliação do efeito do tratamento hidrotérmico e da calcinação em diferentes temperaturas nas propriedades físico-químicas e no desempenho fotocatalítico de amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  frente à degradação de poluentes orgânicos e produção de  $\text{H}_2$ .

Concomitantemente, os objetivos específicos foram:

- Síntese e caracterização do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  a partir de tratamento hidrotérmico e calcinação em diferentes temperaturas;
- Avaliação do desempenho e propriedades físico-químicas fotocatalítico das amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  na fotodegradação de poluentes orgânicos (azul de metileno);
- Avaliação do efeito das propriedades físico-químicas do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  modificado com Ag na sua atividade fotocatalítica na produção fotocatalítica de  $\text{H}_2$ .

### 3. Metodologia

#### 3.1 Síntese das nanopartículas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Na primeira etapa de síntese foi utilizado tratamento hidrotérmico, para obter o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> cristalino (Lopes e col. 2014). Foi pesado 2 g do precursor oxalato amoniacal de nióbio, que foi adicionado juntamente com 100 mL de água e 2,7 mL de Peróxido de Hidrogênio 200 volumes (proporção 10:1 de peróxido de hidrogênio e precursor respectivamente) sob agitação constante por aproximadamente 5 minutos. Após esse processo foi colocado no reator hidrotérmico por 4 horas com temperatura à 200 °C. Após esse processo de tratamento, foi realizado a lavagem e separação por centrifugação, esta amostra foi nomeada como Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT. Para estudar o efeito das propriedades físico-químicas na atividade fotocatalítica do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, a amostra sintetizada pela rota hidrotérmica foi tratada em diferentes temperaturas em uma mufla à 300 °C, 400 °C, 500 °C e 600 °C, com rampa de aquecimento 5 °C/min.

#### 3.2 Caracterização das amostras sintetizadas

A difração de raios-X do pó foi realizada em um equipamento da Shimadzu XRD 6000 disponível no RELAM-UFU, as condições de rotina utilizados na análise foram: varredura de 2° entre 10 e 70°, passo angular de 0,2° com tempo de integração de 4s.

Os espectros Raman foram obtidos no Laboratório Multiusuário do Instituto de Física – UFU (INFIS-UFU) utilizando um espectrômetro LabRAM HR Evolution marca Horiba com laser de excitação de 633 nm em potência de 5% e grade de 600 linhas/mm. Cada espectro obtido baseou-se no ajuste de 8 varreduras no intervalo de 100 a 1000 cm<sup>-1</sup>.

Os espectros vibracionais na região do infravermelho foram obtidos em um espectrofotômetro FT-IR Frontier Single Range – MIR da Perkin Elmer, disponível no Laboratório de Fotoquímica e Ciência de Materiais (LAFOT-CM) do Instituto de Química da UFU. As análises das amostras foram feitas no estado sólido, com a utilização do acessório de Reflectância Total Atenuada (ATR), com cristal de diamante, na região compreendida entre 4000 e 220 cm<sup>-1</sup> e com 4 cm<sup>-1</sup> de resolução.

As imagens e os espectros EDS dos materiais foram obtidos por um microscópio

eletrônico de varredura, marca Tescan modelo Vega 3 com detector de elétrons secundários e tensão de aceleração de 5,0 kV, disponível no RELAM-UFU.

As medidas de área superficial e porosidade dos materiais foram realizadas a partir da análise de isotermas de fisissorção de N<sub>2</sub>, efetuadas por um analisador de superfície (NOVAtouch LX1 – Quantachrome). Antes dos ensaios as amostras foram tratadas sob vácuo durante 12h a 120 °C, a fim de remover umidade e impurezas adsorvidas. As medidas foram feitas a 77 K utilizando N<sub>2</sub> líquido para a manutenção da temperatura durante toda a análise. A área superficial dos materiais foi calculada pelo método de Brunauer-EmmettTeller (B.E.T.) (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938).

Espectros de reflectância difusa na região do UV-Vis dos pós dos materiais de trabalho, foram obtidos em um espectrofotômetro UVPC 2501 (Shimadzu), equipado com uma esfera de integração que usa o sulfato de bário como referência.

### *3.3 Avaliação das propriedades fotocatalíticas*

#### *3.3.1 Degradação fotocatalítica de poluentes orgânicos*

Para realizar os testes fotocatalíticos as diferentes amostras com a mesma quantidade foram preparadas pela dispersão de 5 mg da amostra, em 20,0 mL de solução aquosa de Azul de Metileno (10,0 mg L<sup>-1</sup>). Estes experimentos foram conduzidos em foto-reator termostaticado a 18°C com fonte de radiação UV (Lamps Phillips TUV, 15 W intensidade máxima em 254 nm). As amostras foram colocadas no foto-reator, e em intervalos de tempo regulares, as amostras foram coletadas e analisadas em um espectrofotômetro UV-Vis (Shimadzu – 1601PC) no modo de absorção. As amostras em solução de corante foram mantidas no escuro durante cerca de 24 horas antes dos testes fotocatalíticos, a fim de avaliar os possíveis efeitos de adsorção.

#### *3.3.2 Produção fotocatalítica de H<sub>2</sub>*

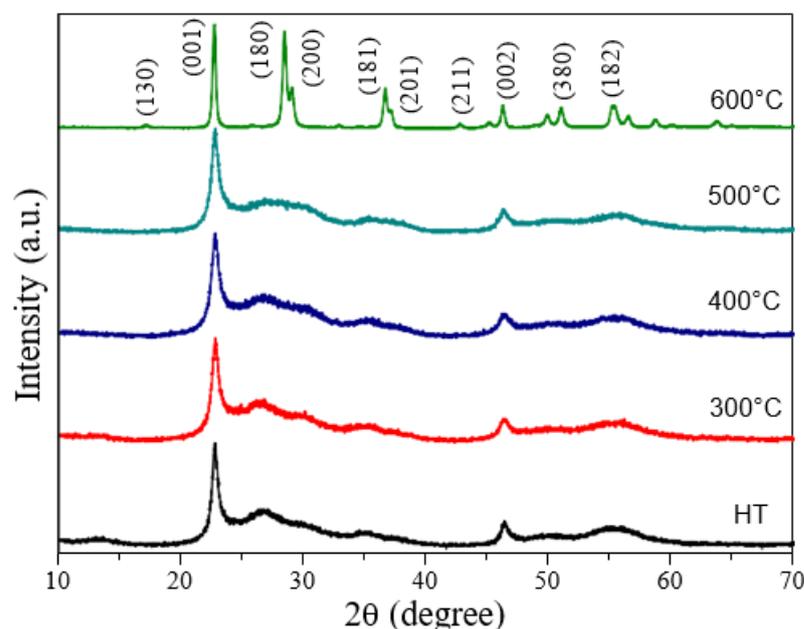
Na produção fotocatalítica de H<sub>2</sub> foi utilizado um reator de 10mL sobre um agitador magnético e conectado a um banho termostaticado a 20 °C. O reator foi exposto à radiação proveniente de uma lâmpada de xenônio de 300 W, à uma distância de 15 cm. A produção de H<sub>2</sub> foi monitorada em intervalos de tempos regulares por meio de um cromatógrafo

gasosa marca PerkinElmer modelo Clarus 580, equipado com duas colunas empacotadas (porapak N2mm e peneira molecular) e um detector de condutividade térmica (TCD). As temperaturas de análise foram de 120 °C no injetor, forno programado por uma rampa térmica de 35-120 °C e detector a 150 °C, utilizando o argônio como gás de arraste com fluxo de 30 mL min<sup>-1</sup>. Foram feitas análises, 20% v/v de metanol em água, sob radiação UV com 5 mg do material sintetizado, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 600 °C.

## 4. Resultados e discussão

### 4.1 Caracterização microestrutural do $Nb_2O_5$

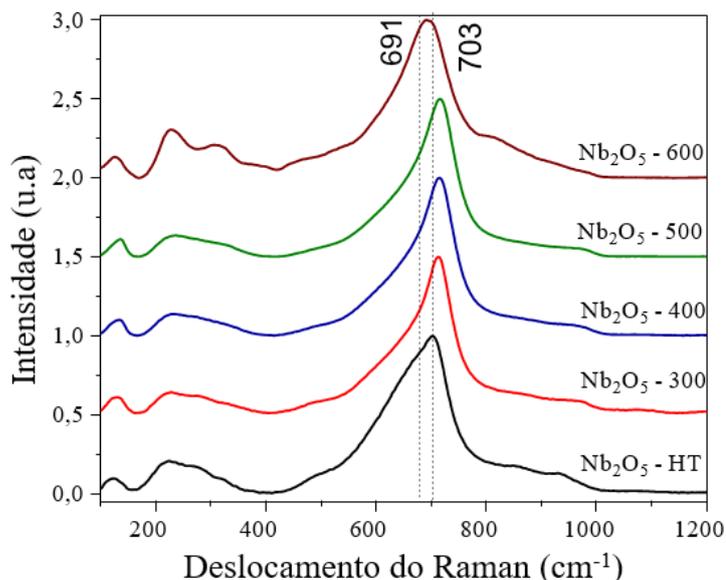
No primeiro momento foram realizadas análises no difratograma de raios-X, para analisar a fase cristalina das amostras obtidas. O difratogramas de raios X das amostras obtidas em função da temperatura e tempo de tratamento hidrotérmicos, são mostrados na Figura 3. Os difratogramas de raios-X confirmaram que foi obtido o  $Nb_2O_5$  na fase pseudo-hexagonal, onde picos de difração para a amostras obtida pelo tratamento hidrotérmico e para as amostras calcinadas a 300, 400 e 500°C correspondem a ficha cristalográfica JCPDS nº 28-0317 (Marins e col. 2019). Os picos alargados e de baixa intensidade que aparecem em 12° e 26° estão relacionados ao óxido de nióbio hidratado, os picos de baixa intensidade apresentadas são devido à baixa temperatura utilizada na síntese, o que pode ter influenciado sua cristalinidade (Marins e col. 2019). Por outro lado, a amostra calcinada em 600°C apresentou a fase cristalina ortorrômbica JCPDS nº 37-1413.



**Figura 3:** Difratogramas de raios-X das amostras obtidas em função da temperatura.

A Figura 4 apresentam espectros Raman das amostras sintetizadas em função da temperatura. As amostras apresentam picos entre de 691 e 703 que são bem definidos, e

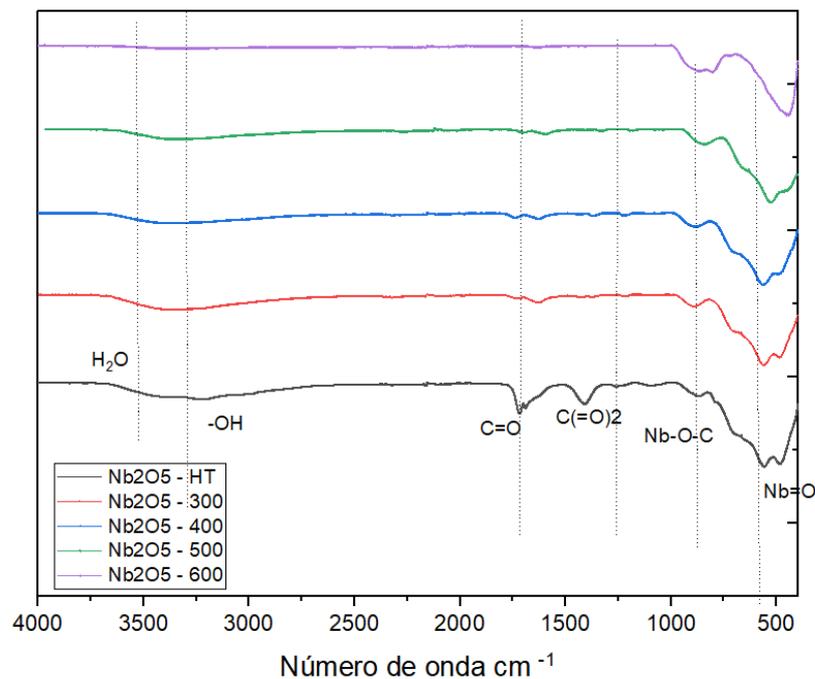
característicos da fase pseudo-hexagonal do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , indicando que as amostras possuem uma quantidade pequena da fase  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$  em relação a fase pseudo-hexagonal. Pôde ser observado também que, no aumento da temperatura houve a diminuição do pico em  $960 \text{ cm}^{-1}$ , de modo que pode ser evidenciado a diminuição dos grupos  $\text{Nb}=\text{O}$ , garantido aumento da cristalinidade das amostras e a diminuição dos grupos ácidos superficiais (Leite & al, 2006). Estes resultados estão de acordo com o observado na análise de DRX.



**Figura 4:** Espectroscopia micro- Raman das amostras em função da temperatura.

A Figura 5 apresenta os espectros de infravermelho das amostras sintetizadas em função da temperatura. Na tabela 1, os modos vibracionais do FTIR foram identificados em função das bandas observadas. Foram observados bandas na região de  $800$  a  $1200 \text{ cm}^{-1}$  referentes as ligações  $\text{Nb}-\text{O}$ , confirmando a formação do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . Na fase tratada hidrotermicamente, fica evidenciado a presença de impurezas na superfície do material como os íons do grupo oxalato e do estiramento da ligação ( $\text{N}-\text{O}$ ) devido a oxidação da amônia aos grupos ( $\text{NO}_x$ ), no entanto, quando a amostra foi calcinada acima de  $300^\circ\text{C}$  esses picos diminuiram sua intensidade. Estas impurezas são referentes aos resíduos do sal precursor do Nióbio. Alguns trabalhos indicam que a presença dessas impurezas é importante para formação e estabilização da fase pseudo-hexagonal do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , isto por que esta fase é metaestável (Leite et.al, 2006). As amostras calcinadas em menores temperaturas apresentaram uma maior quantidade dos grupos  $-\text{OH}$  superficiais.

Adicionalmente, foi demonstrado anteriormente que a presença de grupos ( $\text{-OH}$ ) pode proporcionar um efeito positivo na fotoatividade, pois podem agir como capturador de buracos e formar os radicais hidroxila. Este resultado está de acordo com o observado pela espectroscopia Raman que demonstrou que o aumento na temperatura de tratamento térmico reduziu a quantidade dos grupos ácidos.

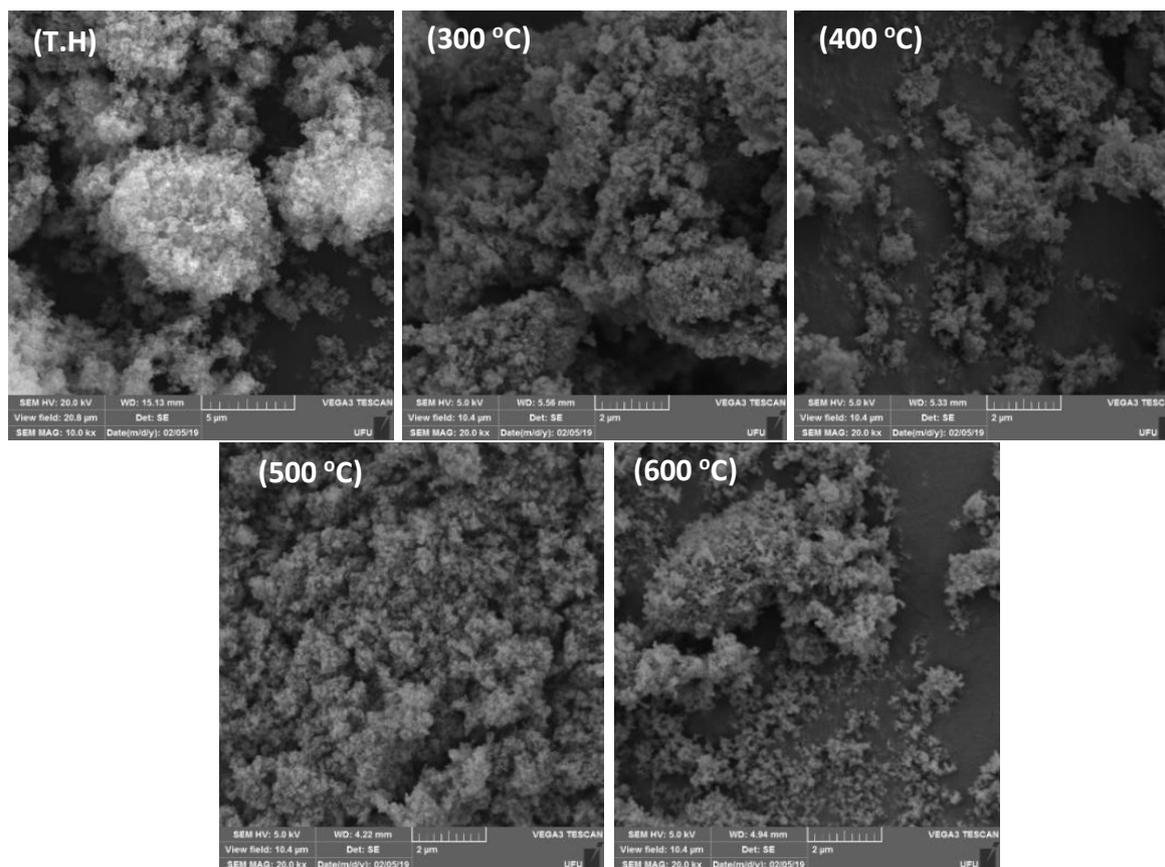


**Figura 5:** FTIR dos respectivos Óxidos de Nióbio.

**Tabela 1:** Frequência de absorção na região do infravermelho dos Grupos identificados no material.

<b>Frequência/ <math>\text{cm}^{-1}</math></b>	3400	3130	1720	1410	1260	1100	879
<b>Ligação</b>	$\text{H}_2\text{O}$	$\text{-OH}$	$\text{C=O}$	$\text{C(=O)}_2$	$\text{N-O}$	$\text{Nb-O-C}$	$\text{Nb=O}$

Para verificar a morfologia das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram obtidas imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figura 6). Foi observado que as amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> obtida via tratamento hidrotérmico, e calcinada em 300 °C, 400 °C e 500 °C, apresentaram pequenos aglomerados contendo nanopartículas esféricas. Para a amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 600°C, apresentou semelhanças, mas uma maior taxa de aglomeração, mostrando que a temperatura interfere no resultado de tamanho de partícula.



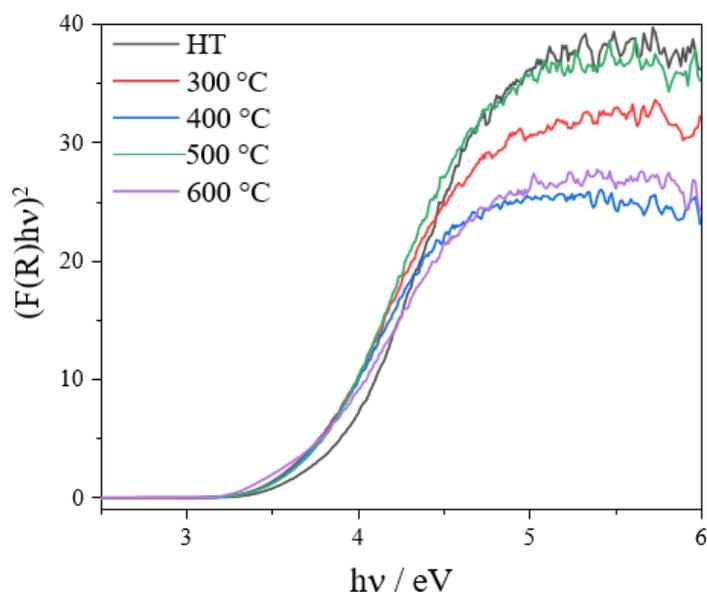
**Figura 6:** Imagens da microscopia eletrônica de varredura do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sintetizado em diferentes temperatura: HT: tratamento hidrotérmico.

As energias de *band gap* das amostras sintetizadas foram determinadas por espectroscopia de reflectância difusa UV-vis, utilizando a equação de Tauc:

$$\varepsilon h\nu = K(h\nu - E_g)^n$$

Onde  $a$ ,  $h$ ,  $\nu$ ,  $E_g$ ,  $A$  são o coeficiente de absorção, contante de Planck, Frequência da radiação, energia de *band gap* e uma constante, respectivamente. o valor da energia de *band gap* pode ser obtido traçando uma reta tangente no gráfico

de  $(a hv)^2$  por  $hv$ , tal que o valor da tangente do eixo x deve ser igual ao valor aproximado do band gap, como pode ser observado na figura 7, onde os valores variaram de 3,2 a 3,4 eV (Tabela 2) a depender da temperatura de calcinação.



**Figura 7:** Gráfico de  $(a hv)^2$  por  $hv$  dos dados de espectroscopia de refletância difusa UV-Vis das amostras sintetizadas.

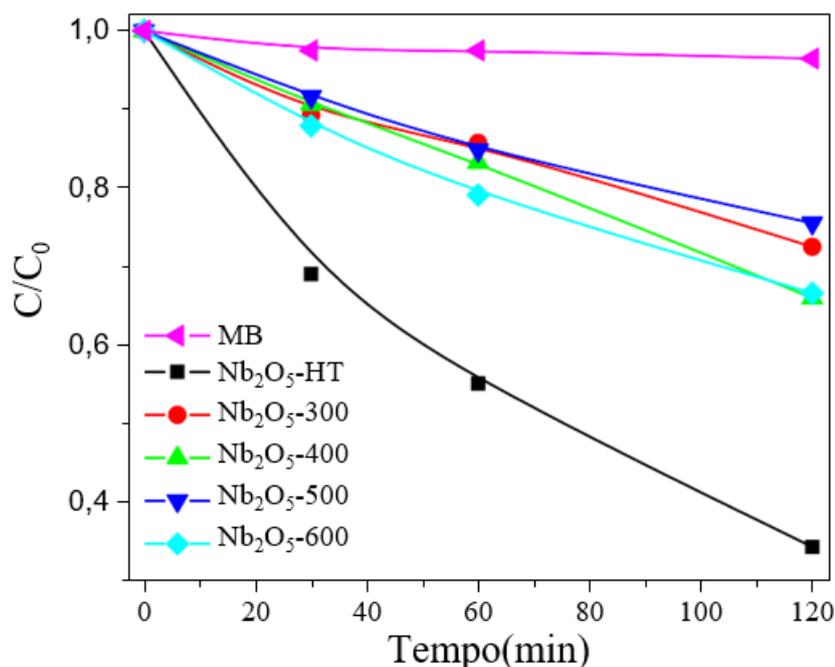
As áreas superficiais específicas dos óxidos foram obtidas aplicando dados de adsorção de  $N_2$  ao modelo matemático conhecido como BET (Branauer – Emmett- Teller). Este modelo considera que a adsorção de  $N_2$  pode ocorrer em multicamadas, e, conhecendo a quantidade de  $N_2$  adsorvida, a área superficial do material pode ser calculada. Como mostrado na tabela 2, o material que apresenta maior área superficial é amostra HT, devido ao fato de que, na calcinação, com elevadas temperaturas, pode ocorrer o processo de sinterização do material que muda sua morfologia passando a ser mais aglomerada. Como pode ser verificado a amostra calcinada a 600 °C possui área 7 vezes menor do que a tratada hidrotermicamente.

**Tabela 2:** Área superficial específica (AES) e band gap das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

<b>Amostras</b>	<b>AES (m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>)</b>	<b>Band Gap (eV)</b>
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – HT</b>	212	3,4
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>– 300</b>	206	3,3
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 400</b>	153	3,3
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 500</b>	109	3,3
<b>Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 600</b>	30	3,2

#### 4.2 Ensaio de Fotodegradação do Azul de Metileno

Com o objetivo de avaliar o desempenho fotocatalítico das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, estas foram aplicadas na fotodegradação do corante azul de metileno e acompanhado a concentração do corante em intervalos de tempo regulares sob irradiação ultravioleta (Figura 8). Este experimento foi importante para verificar o efeito catalítico das amostras sintetizadas. Pela fotólise direta, isto é, sem a presença de catalisador, não foi observado uma degradação significativa do azul de metileno. No entanto, todas as amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, apresentaram atividade na degradação do corante, na faixa de 20 a 70% de degradação após 120 minutos de exposição a radiação UV-Vis (figura 8). Pode ser observado também que a amostra obtida pelo tratamento hidrotérmico sem posterior calcinação apresentou a maior atividade na degradação do corante.



**Figura 8:** Curva de Fotodegradação do Azul de metileno, concentração do corante em função do tempo de exposição a radiação ultravioleta.

A atividade superior da amostra de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT em comparação com as amostras calcinadas pode ser devida, a sua maior área superficial específica, já que se trata de um processo heterogêneo quanto maior a área do catalisador maior o número de sítios ativos para que ocorra a reação de interesse. No entanto, esse fenômeno não pode ser inteiramente explicado pela diferença no valor de área superficial específica, visto que a amostra calcinada a 300°C apresentou um valor de área superficial específica muito próximo ao da amostra tratado hidrotermicamente. No entanto, o desempenho catalítico da amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-300 foi muito inferior ao da amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT.

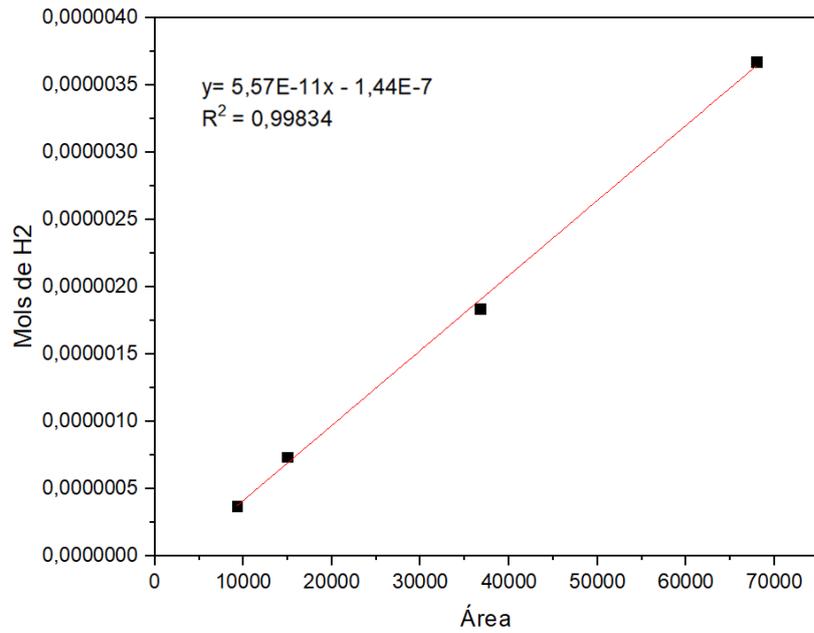
Provavelmente, a maior quantidade de grupos hidroxila na superfície da amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT em comparação com as demais amostras apresentou um papel importante na atividade fotocatalítica dessa amostra. Isto ocorre, pois esses grupos podem contribuir para o processo de fotocatalise, atuando como sítios para adsorção do poluente orgânico ou sendo oxidados diretamente pelos buracos para gerar radicais e atacar os poluentes orgânicos. É importante ressaltar que foi observado por FTIR e Espectroscopia Raman que a amostra obtida pela rota hidrotérmica sem posterior calcinação apresentou uma maior quantidade de grupos superficiais, em especial grupos hidroxilas.

### 4.3 Análise fotocatalítica de produção de H<sub>2</sub>

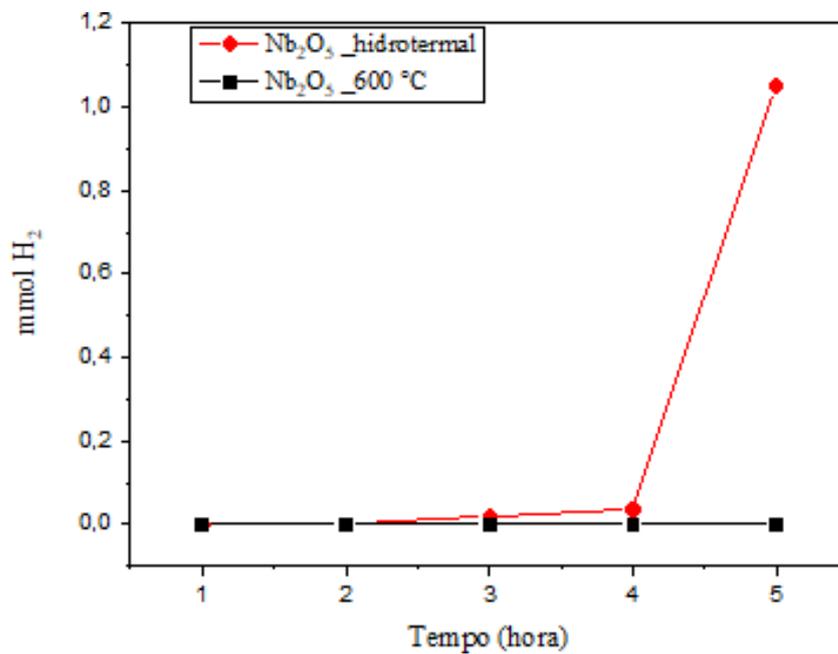
As amostras obtidas em condições extremas (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-600 °C,) foram aplicadas como fotocatalisadores da produção de H<sub>2</sub> para avaliar o efeito da cristalinidade do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> na sua atividade. A quantificação do gás H<sub>2</sub> produzido foi determinada através das curvas de calibração (Figura 9). Para a obtenção da curva, foi utilizado os mesmos reatores empregados nos ensaios fotocatalíticos, contendo a solução a 20% v/v de metanol em água deionizada em atmosfera de argônio.

A produção de gás hidrogênio foi monitorada de acordo com o tempo de exposição no simulador solar (Figura 10). Foi verificado que as amostras puras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> não apresentaram atividade catalítica na produção de H<sub>2</sub>. Desta forma, as amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram modificadas com Ag na superfície e foram aplicadas na produção fotocatalítica de H<sub>2</sub>. Na figura 10, pode ser observado que as amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> modificadas com Ag apresentaram atividade fotocatalítica na produção de H<sub>2</sub>, onde a amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT apresentou uma atividade superior a amostra Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-600 °C, de acordo com o observado nos experimentos de fotodegradação do azul de metileno. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-HT apresenta uma maior atividade provavelmente devido a sua maior área superficial específica e quantidade de grupos superficiais. No entanto, pode ser observado que a quantidade H<sub>2</sub> formado foi significativa somente após 4 h de experimento. Estudos mais aprofundados precisam ser realizados. Como já observado a fotocatalise consiste na ativação do semicondutor por uma luz solar ou artificial.

A respeito da atividade das amostras modificadas com Ag, sabe que quando um fóton com uma energia igual ou superior a energia do *band gap* incide sobre a superfície de um semicondutor, ocorre a promoção de um elétron da banda de valência para a banda de condução, com a geração concomitante de um buraco (h<sup>+</sup>) na banda valência. Heteroestruturas como Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/Ag apresentam um mecanismo diferente, pois os elétrons fotogerados na banda de condução do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> podem ser transferidos para a Ag, enquanto os buracos permanecem na banda de valência do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Isto resulta numa separação do par elétron/buraco que aumenta o seu tempo de vida, conseqüentemente, melhorando atividade fotocatalítica. (Jorge L e col, 2022 & Bueno e col. ,2019).



**Figura 9:** Curva de calibração para as análises de produção de H<sub>2</sub> no simulador solar.



**Figura 10:** Produção fotocatalítica de H<sub>2</sub> pelas amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> modificadas com Ag em função do tempo de exposição a radiação do simulador solar.

## 5. Conclusão

Portanto, pode se concluir que o método de síntese empregado foi eficiente na obtenção das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> cristalinas e em escala nanométrica. A temperatura de calcinação foi um parâmetro crucial para as propriedades físico-químicas do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, visto que por meio da sua variação foi possível controlar as propriedades eletrônicas, estruturais, morfológicas e texturas das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Adicionalmente, as amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> demonstram potencial na aplicação da fotodegradação de corantes e na produção de H<sub>2</sub>.

Ainda, a amostra de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> hidrotérmica sem posterior calcinação apresentou melhor desempenho fotocatalítico tanto na degradação do corante, quanto na produção de H<sub>2</sub>, a sua excelente atividade foi atribuída a sua maior área superficial específica e maior quantidade de grupos superficiais. A formação de uma heteroestrutura entre o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e Ag foi favorável na produção de hidrogênio devido ao aumento no tempo de vida dos portadores de carga. Portanto, este trabalho demonstra que o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> é um material promissor para aplicações nas áreas de ambiental e energia renovável.

## Referências:

Atkins, p.; Jones, I.; Laverman, I. *Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente*. 7. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2018.

Bueno, R. T., Lopes, O. F., Carvalho, K. T. G., Ribeiro, C., & Mourão, H. A. J. L... (2019). Semicondutores heteroestruturados: uma abordagem sobre os principais desafios para a obtenção e aplicação em processos fotoquímicos ambientais e energéticos. *Química Nova*, 42(6), 661–675. <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170372>

BRUNAUER, S., EMMETT, P.,; TELLER, E.; Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society*, v. 60, n. 2, p. 309-319, 1938.

De Araújo, Karla Santos; Antonelli, Raissa; Gaydeczka, Beatriz; Granato, Ana Claudia; Malpass, Geoffroy Roger Pointer . (2016). Advanced oxidation processes: a review regarding the fundamentals and applications in wastewater treatment and industrial wastewater. *Ambiente e Água - An Interdisciplinary Journal of Applied Science*, 11(2), 387–. Doi:10.4136/ambi-agua.1862

Falcão Filho, Ronaldo Dos Santos. *Produção de fotocatalisadores de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> imobilizado em suporte cerâmico para fotodegradação de corante sintético em efluentes líquidos / Ronaldo Dos Santos Falcão Filho*. - Natal: UFRN, 2023.

FERRAZ, N. P.; MARCOS, F. C. F.; NOGUEIRA, A. E.; MARTINS, A. S.; LANZA, M. R. V; ASSAF, E. M.; ASENCIOS, Y. J. O. Hexagonal-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> /Anatase-tio<sub>2</sub> mixtures and their applications in the removal of methylene blue dye under various conditions. *Materials Chemistry and Physics*, [s. L.], v. 198, p. 131340, 2017.

Fioreze, M., Santos, E. P. Dos, & Schmachtenberg, N. (2014). Processos oxidativos avançados: fundamentos e aplicação ambiental. *Revista Eletrônica Em Gestão, Educação E Tecnologia Ambiental*, 18(1), 79–91. <https://doi.org/10.5902/2236117010662>

FUJISHIMA, A., HONDA, K. Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature* **238**, 37–38 (1972). <https://doi.org/10.1038/238037a0>

GARCIA-SEGURA, S.; BRILLAS, E. J. J. O. P.; REVIEWS, P. C. P. Applied photoelectrocatalysis on the degradation of organic pollutants in wastewaters. *Journal of*

Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews, v. 31, n., p. 1-35, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2017.01.005>.

Gao, X., Liu, X., Zhou, J., Liu, J., Jiao, Y., & Huang, Y. (2021). Effective removal of formaldehyde from air using Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-based photocatalysts. *Journal of Materials Science & Technology*, 70, 31-39.

HEILIGTAG, F.; NIEDEBERGER, M. *Materials Today*, 16, 262, 2013.

Ismael, M. (2021). Latest progress on the key operating parameters affecting the photocatalytic activity of tio<sub>2</sub>-based photocatalysts for hydrogen fuel production: A comprehensive review. *Fuel*, 303, 121207. Doi:10.1016/j.fuel.2021.121207

JAMEE, R.; SIDDIQUE, R. Biodegradação de corantes sintéticos presentes no efluente têxtil por micro-organismos: Uma abordagem ambientalmente e economicamente sustentável. *European Journal of Microbiology and Immunology*, p. 1-5, 2019. DOI: 10.1556/1886.2019.00018

JORGE L. Domínguez-Arvizu, Jaime A. Jiménez-Miramontes, Blanca C. Hernández-Majalca, Gabriela E. Valenzuela-Castro, Felipe A. Gaxiola-Cebreros, Jesús M. Salinas-Gutiérrez, Virginia Collins-Martínez, Alejandro López-Ortiz, Study of nife<sub>2</sub>o<sub>4</sub>/Cu<sub>2</sub>O p-n heterojunctions for hydrogen production by photocatalytic water splitting with visible light, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 21,2022,Pages 4184-4199,ISSN 2238-7854, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.026>.

Khin, M.M.; Nair, A.S.; Babu, V.J. A review on nanomaterial for environmental remediation. *Energy & Environmental Science*, 5, 2012, 8075-8109

LI, X.; YU, J.; JIANG, C. J. I. S.; TECHNOLOGY. Principle and surface science of photocatalysis. V. 31, n., p. 1-38, 2020. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102890-2.00001->

Lopes, O. F. E Colaboradores. *Applied Catalysis B: Environmental*. V. 144, p. 800-808, 2014.

Lopes, O. F., Paris, E. C., & Ribeiro, C. (2014). Synthesis of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles through the oxidant peroxide method applied to organic pollutant photodegradation: A mechanistic study. *Applied Catalysis B: Environmental*, 144, 800–808. Doi:10.1016/j.apcatb.2013.08.031

LOPES, O. F.; MENDONÇA, V. R. De; SILVA, F. B. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Oxido de nióbio: uma visão geral da síntese de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e sua aplicação na fotocatalise heterogênea. Química Nova. Doi:10.5935/0100-4042.20140280.

Marins, N. H., Silva, R. M., Ferrua, C. P., Łukowiec, D., Barbosa, A. M., Ribeiro, J. S., ... Carreño, N. L. V. (2019). Fabrication of electrospun poly(lactic acid) nanoporous membrane loaded with niobium pentoxide nanoparticles as a potential scaffold for biomaterial applications. Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials. Doi:10.1002/jbm.b.34503

MARQUES, Fabielle; STUMBO, Alexandre Moura; CANELA, Maria Cristina. Estratégias e materiais utilizados em fotocatalise heterogênea para a geração de hidrogênio através da fotólise da água. Química Nova, [s. l.], 2017.

NANNOU, Christina e col. Antiviral drugs in aquatic environment and wastewater treatment plants: A review on occurrence, fate, removal and ecotoxicity. Science of The Total Environment, v. 699, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.134322>

NAKATA, K.; FUJISHIMA, A. J. Photochem. Photobiol. C 2012, 13, 169.

RABA, Angela M e BAUTISTA-RUÍZ, Jorge e JOYA, Miryam R. Synthesis and structural properties of niobium pentoxide powders: a comparative study of the growth process. Materials Research, v. 19, p. 1381–1387, 2016<sup>a</sup>

SACCO, O.; MURCIA, J. J.; LARA, A. E.; HERNÁNDEZ-LAVERDE, M.; ROJAS, H.; NAVÍO, J. A.; HIDALGO, M. C.; VAIANO, V. Pt tio 2 Nb 2 O 5 heterojunction as effective photocatalyst for the degradation of diclofenac and ketoprofen. Materials Science in Semiconductor Processing, [s. L.], v. 107, 2020.

SADEGHFAR, F.; GHAEDI, M.; ZALIPOUR, Z. Chapter 4 - Advanced oxidation. In: Ghaedi, M. (Ed.). Interface Science and Technology: Elsevier, 2021. V.32, p.225-324. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-818806-4.00001-2>.

SHI, Guodong e colab. Hydrothermal synthesis of morphology-controlled knbo<sub>3</sub>, nanbo<sub>3</sub>, and (K, Na) nbo<sub>3</sub> powders. Ceramics International, v. 43, n. 9, p. 7222–7230, 2017.

Silva, L. R. Da, Rocha, A. P. T., Araujo, G. T. De, Araujo, T. J. R., Figueiredo, D. V. P. De, & Gomes, J. P. (2024). Tratamento de efluente de laticínio por processo oxidativo avançado tipo Fenton-fotocatalisado. *Química Nova*, 47(6), e-20240015.

SOUSA FILHO, Paulo C De e SERRA, Osvaldo A. Metodologias de síntese em fase líquida para a obtenção de nanomateriais inorgânicos à base de Terras Raras. *Química Nova*, v. 38, n. 5, p. 679–696, 2015.

Wang, Y., Deng, Y., Xu, Y., Zhang, X., & Wei, Y. (2019). Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles for efficient degradation of tetracycline in water under UV irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 382, 111945.

Wang, Zheng; Li, Can; Domen, Kazunari (2019). Recent developments in heterogeneous photocatalysts for solar-driven overall water splitting. *Chemical Society Reviews*, (), 10.1039.C8CS00542G-. Doi:10.1039/c8cs00542g

World Bank. (2021). Brazil Overview. Recuperado de: <https://www.worldbank.org/en/country/brazil/overview>

YAN, J.; WU, G.; GUAN, N.; LI, L. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> heterojunctions: Synthesis strategy and photocatalytic activity. *Applied Catalysis B: Environmental*, [s. L.], v. 152153, n. 1, p. 280288, 2014.