

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
www.cnpdia.embrapa.br  
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1a edição**

1a impressão (2013): tiragem 50

Todos os direitos reservados.  
A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).  
CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.  
Embrapa Instrumentação

---

Anais do VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

## ESTUDO DA FOTOCATALISE DO $Nb_2O_5$ SINTETIZADO PELO METODO HIDROTHERMAL SOBRE PESTICIDAS EM AGUA

Érico Daniel Witzel dos Reis<sup>1</sup>; Luiz Ferreira Neves Jr.<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 Físico Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP;

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

Projeto Componente: PC5 Plano de Ação: PA3

### Resumo

Reservas de água no mundo apresentam traços de pesticidas exigindo tratamentos especiais. Um método para resolver este problema baseia-se no uso de processos de oxidação avançada (POA), o qual consiste na produção de radicais livres 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 nanopartículas de  $Nb_2O_5$  obtidas pelo método hidrotermal, utilizando  $NH_4[NbO(C_2O_4)_2H_2O]H_2O$  como fonte de cátions. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de raios-X (DRX). A resposta de degradação da atrazina foi analisada por espectroscopia de UV-visível.

**Palavras-chave:** fotocatalise heterogênea, pentóxido de nióbio, atrazina, hidrotermal

### Introdução

A Maior parte dos reservatórios de água mundo apresenta algum traço de pesticida orgânico. Os pesticidas, mesmo em concentrações aceitáveis, podem ocasionar danos a saúde humana devido aos seus efeitos cumulativos.

Devido aos métodos tradicionais usados no tratamento de água serem ineficientes, segundo Hamby (1996) para esses compostos se tornam fundamentais métodos capazes de degradar estes pesticidas em água.

Um dos métodos mais promissores para resolver esse problema baseia-se na utilização de Processos Oxidativos Avançados (POAs), os quais consistem na formação de radicais altamente oxidantes, levando a quebras sucessivas da estrutura orgânica do resíduo inicial, resultando em subprodutos atóxicos.

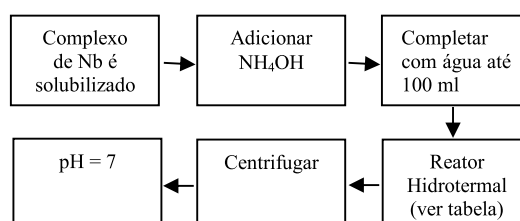
Um dos métodos POAs possíveis é a fotoexcitação na faixa do ultravioleta-vísivel de alguns semicondutores nanoestruturados. Como o  $Nb_2O_5$  é um semiconductor de grande importância do ponto de vista tecnológico e apresenta grande absorção de energia na região do ultravioleta, pode ser utilizado na proteção de materiais sensíveis a esta radiação. O  $Nb_2O_5$  é particularmente interessante pelas suas notáveis propriedades

químicas e físicas que o fazem um material promissor para aplicação em catálise.

Nanopartículas de  $Nb_2O_5$  foram obtidas pelo método do hidrotermal, utilizando  $NH_4[NbO(C_2O_4)_2H_2O]H_2O$  como fonte de cátions. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). A resposta de degradação da atrazina por fotocatalise heterogênea utilizando-se  $Nb_2O_5$  sob radiação UVC foi analisada por espectroscopia de UV-visível.

### Materiais e métodos

As Nanopartículas de pentóxido de nióbio ( $Nb_2O_5$ ) foram preparadas pelo método hidrotermal acordo com o fluxograma abaixo:



Amostra	Reagente	NH <sub>4</sub> OH (ml)	T(°C)	t(min)
g001	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 <sub>n</sub>	20	150	300
g002	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 <sub>n</sub>	20	200	1440
g008	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 <sub>n</sub>	15	200	720

Para esse método foram usados oxalato amoniacal de nióbio (CBMM), NH<sub>4</sub>OH P.A. (Synth) e reator hidrotermal (figura 1).



Fig 1: Reator Hidrotermal

As caracterizações das amostras obtidas foram realizadas por difração de Raios X (DRX), com o objetivo de determinar a(s) fase(s) cristalina(s) [2]. Para isto, empregou-se um difratômetro de raios X Shimadzu modelo XRD-6000 com radiação Cu K $\alpha$ , operando a 30kV e 30mA, uma velocidade de 1°C min<sup>-1</sup> e 2 $\theta$  variando de 10 a 80°. No intuito de se observar de forma direta a morfologia dos materiais sintetizados foi usado um microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (MEV-FEG) JEOL, JMS 6701F [NEVES, 2011].

Para o acompanhamento da reação de fotodegradação foram realizados testes fotocatalíticos, empregando-se 30 mL de solução de Atrazina (5mg L<sup>-1</sup>) e um valor de massa de catalisador igual a 0,01g para as AMOSTRAS g001, g002 e g008. Estes ensaios de foram realizados utilizando-se um fotorreator termostaticado, com fonte de radiação ultravioleta (UVC, emissão máxima em 254 nm). Nos intervalos 2<sub>n</sub>, onde n corresponde a números inteiros, as alíquotas foram coletadas e analisadas por espectroscopia UV-Visível em um equipamento Shimadzu UV-1601PC [NEVES, 2011].

## Resultados e discussão

O resultado da degradação da atrazina pela ação conjunta da radiação ultravioleta e da atividade fotocatalítica do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> esta representada na fig. 2:

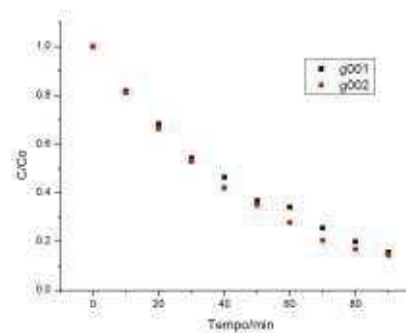


Figura 2: Espectro da degradação da atrazina

Os resultados da análise do DRX estão nas figs. 3 e 4:

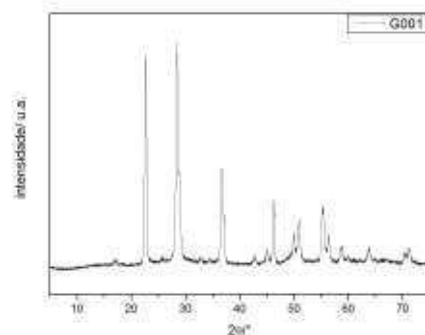


Fig 3: Analise DRX da amostra g001

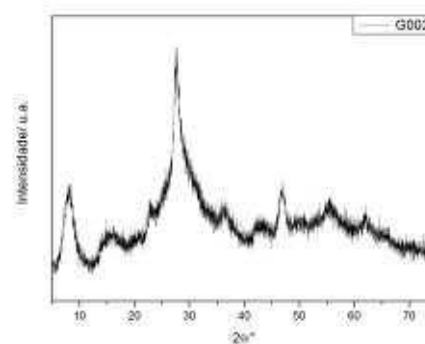


Fig 4: Analise DRX da amostra g002

## Conclusões

Pela análise do UV a degradação foi satisfatória apresentando concentração de atrazina 80% menor em menos de 90 minutos. Comparando com a análise do DRX, onde a primeira amostra formou fase – ainda será analisada – e a segunda amostra esta amorfa, podemos concluir que a degradação foi similar e o resultado independe da fase formada.

Os produtos de degradação da atrazina já foram caracterizados pela literatura [Pelizzetti et al.,1990], porém serão realizadas caracterizações posteriores para a comparação dos espectros obtidos.

---

### **Agradecimentos**

---

CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

---

### **Referências**

---

HAMBY, D. M. Sci. Total Environ 1996, 191(3), 203.

NEVES Jr., L. F. Síntese de oxido de nióbio para degradação de pesticidas. 2011. Dissertação (conclusão de curso) – Universidade Federal de São Carlos

PELIZZETTI, E.; MAURINO, V.; MINERO, C.; V. CARLI, V; PRAMAURO, E; ZERBINATI, O. Environ. Sci. Technol. 1990, 24, 1559-1565.