**Síntese em fase sólida do composto LiNbWO₆ e sua aplicação na degradação fotocatalítica do azul de metileno**

**André F. Coelho (PG)1\*, Noemí C. S. de Souza (PG)1, Geraldo M. de Lima (PQ)2, Renata P. L. Moreira (PQ)1**

1Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa (UFV), Av. Peter Henry Rolfs, S/N,   
Campus Universitário, Viçosa, MG 36570-900, Brasil.

2Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Av. Antônio Carlos, 6.627,   
Belo Horizonte/MG. 31270-901, Brasil.

andre.f.coelho@ufv.br

**RESUMO**

No presente estudo investigou-se a degradação fotocatalítica do corante azul de metileno (AM) utilizando o Tungstato Niobato de Lítio (LiNbWO₆) como catalisador. Para tanto, foram realizadas caracterizações do material e investigada a degradação do corante sob condições controladas. Os resultados demonstraram a eficácia do LiNbWO6, com uma degradação de aproximadamente 52% em 120 minutos, evidenciando uma alta atividade inicial. Conclui-se que o LiNbWO₆ é um fotocatalisador promissor, sendo a otimização de parâmetros um aspecto crucial para maximizar sua eficiência e aplicabilidade.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Palavras-chave: Fotocatálise; corantes; processos oxidativos avançados; materiais a base de nióbio.*

*\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_*

**Introdução**

A presença de corantes orgânicos em efluentes industriais, como o azul de metileno, constitui um grave problema ambiental, em razão de sua elevada toxicidade, resistência à degradação e impacto negativo sobre os ecossistemas aquáticos. Frente a esse cenário, os Processos Oxidativos Avançados (POAs), em especial a fotocatálise heterogênea, têm se destacado como tecnologias limpas e eficazes para a mineralização de poluentes orgânicos recalcitrantes(1). Esse processo se baseia na utilização de semicondutores capazes de gerar espécies oxidantes altamente reativas sob irradiação luminosa, promovendo a quebra de moléculas complexas em subprodutos menos nocivos, como CO₂ e H₂O. No entanto, a busca por materiais com alta eficiência quântica, estabilidade estrutural e boa separação de cargas fotogeradas ainda é um desafio técnico relevante(2). Neste contexto, este trabalho investiga a aplicação do tungstato niobato de lítio (LiNbWO₆) como fotocatalisador na degradação do azul de metileno (AM), destacando seu potencial como alternativa promissora e contribuindo para o desenvolvimento de novos sistemas fotocatalíticos com desempenho superior.

**Experimental**

*Síntese do LiNbWO₆*

O fotocatalisador tungstato niobato de lítio (LiNbWO₆) foi sintetizado por via no estado sólido. Quantidades estequiométricas de WO₃, Li₂CO₃ e Nb₂O₅·5H₂O, na proporção molar de 2:1:1, foram misturadas em almofariz e a mistura resultante compactada em pastilhas. As pastilhas foram então colocadas em um cadinho de alumina e calcinadas a 760 °C por 12 horas em forno tubular Lindberg/Blue M (6,0 kW – 220 V). Após o aquecimento, o forno foi resfriado à temperatura ambiente. As pastilhas obtidas foram moídas, homogeneizadas novamente em almofariz e recompactadas. O processo de aquecimento e resfriamento foi repetido, e o material final, correspondente ao LiNbWO₆, foi então moído e armazenado à temperatura ambiente.

*Caracterização do Fotocatalisador*

A caracterização estrutural do material foi realizada por difração de raios X (DRX) de pó em um difratômetro PANalytical Empyrean, utilizando radiação Cu Kα (λ = 1,5406 Å) com tensão e corrente de 40 kV e 40 mA, respectivamente.

*Metodologia de Fotodegradação*

A atividade fotocatalítica do LiNbWO₆ foi avaliada por meio da fotodegradação do corante azul de metileno (AM) sob irradiação UV. Para cada ensaio, 100 mL de uma solução aquosa de AM, com concentração inicial de 25 mg·L⁻¹, foram adicionados a um reator de vidro de borossilicato, no qual 100 mg do fotocatalisador LiNbWO₆ foram dispersos. O sistema foi mantido a 25 °C, com agitação magnética contínua para garantir a homogeneidade da suspensão. A irradiação foi realizada por exposição superior à luz UV (λ = 254 nm), utilizando quatro lâmpadas de 15 W dispostas acima do reator, de modo a assegurar a iluminação uniforme da superfície da suspensão.

O progresso da reação de degradação foi monitorado em intervalos de tempo predefinidos, através da retirada de alíquotas de 3 mL. As partículas do catalisador foram removidas por filtração, utilizando filtros de seringa de acetato de celulose com porosidade de 0,45 µm. A concentração remanescente do corante AM foi determinada por espectrofotometria de absorção molecular na região do visível (UV-Vis) a 664 nm, utilizando um espectrofotômetro Thermo Scientific Evolution Array e cubeta de quartzo com caminho óptico de 10 mm. A quantificação foi realizada com base em uma curva analítica previamente construída na faixa de concentração de 0,50 a 30 mg·L⁻¹. A eficiência de degradação (E%) foi calculada conforme a Equação 1.

(1)

Em que ***C₀*** representa a concentração inicial do corante, e ***C*** é a concentração em um determinado tempo de irradiação.

**Resultados e Discussão**

*Caracterização Estrutural*

A análise de difração de raios X (DRX) confirmou a estrutura cristalina do LiNbWO₆ sintetizado. O difratograma (Figura 1) exibe reflexões nítidas e bem definidas, evidenciando sua elevada cristalinidade. A indexação dos picos revelou que todas as reflexões pertencem à fase monoclínica do LiNbWO₆, associada ao grupo espacial P2/c. As posições dos picos estão em excelente concordância com os dados do cartão JCPDS nº 84-1764, confirmando a obtenção da fase pura, sem detecção de impurezas ou fases secundárias. A alta ordem estrutural observada no LiNbWO₆ é um aspecto fundamental, pois favorece a mobilidade dos portadores de carga (elétrons e buracos), o que pode contribuir significativamente para seu desempenho fotocatalítico.



**Figura 1.** Difratograma de raios X do fotocatalisador LiNbWO₆.

*Degradação Fotocatalítica do Azul de Metileno com LiNbWO6*

Os resultados da degradação do AM estão apresentados na Figura 2. Observa-se que o ensaio controle, realizado na ausência do fotocatalisador, resultou em apenas cerca de 6% de degradação após 120 minutos. Em contraste, o sistema contendo LiNbWO₆ demonstrou desempenho significativamente superior, com uma redução acentuada na concentração do corante já nos primeiros 15 minutos de irradiação. A partir desse ponto, a taxa de degradação se estabilizou gradualmente, atingindo aproximadamente 52% ao final do ensaio, momo mostrado na Figura 2.



**Figura 2.** Fotodegradação do AM mediada por LiNbWO₆

Como próximos passos, sugere-se investigar a concentração ideal do fotocatalisador, estender o tempo de reação e otimizar parâmetros operacionais, como pH e temperatura. A introdução de ativadores químicos e a realização de caracterizações complementares, como a determinação da energia de ativação, também são recomendadas para aprofundar a compreensão dos mecanismos envolvidos e potencializar a eficiência do processo fotocatalítico.

**Conclusões**

Em suma, este estudo demonstrou a promissora atividade fotocatalítica do LiNbWO₆ na degradação do azul de metileno (AM), destacando-se como uma abordagem sustentável por meio de uma rota sintética livre de solventes.

**Agradecimentos**

Os autores agradecem ao CNPq (Processos: 312400/2021-7; 405828/2022-5; 407799/2022-2), à FAPEMIG (APQ-01275-18; RED-00144-22, APQ-03572-23), à CAPES e Universidade Federal de Viçosa (UFV).

**Referências**

1. WANG, Jianlong; WANG, *Shizong. Advanced oxidation processes for wastewater treatment: Formation of hydroxyl radical and application.* ***Critical Reviews in Environmental Science and Technology***, v. 51, n. 19, p. 2237-2308, 2021.
2. KUMAR, Ashwini; RAJ, D.; SHARMA, G.; *et al. Overcoming the limitations of TiO₂-based photocatalysis: a review on design and engineering strategies.* ***Journal of Industrial and Engineering Chemistry***, v. 125, p. 1-25, 2023.