

TITANOSSILICATOS DE FERRO UTILIZADOS NA FOTODEGRADAÇÃO DE ORGANOCLORADO 2,4-DICLOROFENOL

Liziane Marçal (PG)*, Michelle Saltarelli (PG), Gustavo P. Ricci (PG), Emerson H. de Faria (PG), Lucas A. Rocha (PQ), Eduardo J. Nassar (PQ), Paulo S. Calefi (PQ), Katia J. Ciuffi (PQ).

*e-mail: lizianemarcal@yahoo.com.br ou ciuffi@unifran.br

Universidade de Franca, Av. Dr. Armando Salles Oliveira, 201 Franca – SP, CEP 14404-600.

Palavra-Chave: Titanossilicatos de ferro, fotodegradação, organoclorado

Introdução

A presença de organoclorados em ambientes aquáticos é bastante estudada e já foi estabelecido que sua presença, mesmo em níveis de ppm, afeta significativamente as propriedades organolépticas da água que causam efeitos carcinogênicos. Vários processos relacionados à geração de radical hidroxila têm sido estudados, dentre os principais estão a fotólise, a fotocatalise e a oxidação com o ar, com peróxido de hidrogênio e ozônio, além dos sistemas combinados constituídos de oxidantes, adsorventes e catalisadores^{1,2}. Este trabalho consiste na síntese e caracterização de titanossilicatos de ferro, pelo método sol-gel, empregando-se catálise ácida ou básica. Os materiais foram caracterizados pelas seguintes técnicas: área superficial, espectroscopia na região do infravermelho, análises térmicas, difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura, posteriormente, testou-se a atividade fotocatalítica destes materiais na degradação do 2,4-Diclorofenol.

Resultados e Discussão

Preparou-se as matrizes pelo método sol-gel hidrolítico, pela reação do tetraetilortossilicato (TEOS) com o isopropóxido de titânio (IPTi) e cloreto de ferro (III). Realizou-se a hidrólise dos alcóxidos precursores em presença de água e etanol utilizando-se ácido (HCl) ou base (NH₄OH) como catalisadores, sendo as amostras denominadas **TiSiFe/H⁺** e **TiSiFe/OH⁻**, respectivamente.

Por meio da termogravimetria (TG), observou-se uma perda inicial de massas correspondente à eliminação de moléculas de água e solventes que estão fracamente adsorvidos nas amostras (50-250°C), a segunda perda de massa foi atribuída a desidroxilação da superfície, como por exemplo, conversão de grupos silanóis para siloxanos, comuns em matrizes preparadas pelo processo sol-gel (350-450°C). Na análise térmica diferencial (DTA) observou-se um pico exotérmico em cerca de 500°C, o qual corresponde ao início da cristalização do titânio, onde ocorreu a transição do TiO₂ amorfo para a fase anatase e outro pico exotérmico, por volta de 850°C relacionado à transição do Ti-anatase para a fase rutilo. Frente a estes dados fez-se tratamento térmico dos materiais nas temperaturas de 450 e 900°C. Nos difratogramas de raios-x das amostras observou-se a presença de apenas fase amorfa para os materiais sem tratamento térmico e tratadas a 450 °C e para as matrizes tratadas a 900 °C foram atribuídos picos de fase cristalina referentes a Ti-anatase e Ti rutilo, e

também de uma fase denominada pseudorutilo., além de sílica provavelmente amorfa. O comportamento das isotermas de adsorção de N₂ corresponde a do tipo 1 ou Langmuir. O que segundo a IUPAC, é a curva característica de materiais microporosos. As áreas superficiais dos materiais foram de 167 e 221 m²/g para **TiSiFe/H⁺** e **TiSiFe/OH⁻**. Os espectros de absorção na região do infravermelho dos materiais **TiSiFe/H⁺** e **TiSiFe/OH⁻**, apresentaram bandas em 610 cm⁻¹ referente a ligação Fe-O, 1080 cm⁻¹, característica de sílica (vibração assimétrica Si-O-Si), em 935 cm⁻¹ atribuída a vibração envolvendo SiO₄ tetraédrico ligado ao átomo de titânio, por meio da ligação Si-O-Ti, em torno de 2970 cm⁻¹ relacionada ao estiramento C-H de carbono tetraédrico, e na região de 3440 cm⁻¹ vibração dos grupos OH presentes na superfície dos materiais. As micrografias dos ferro-titanossilicatos, secos a 50°C e tratados a 450 e 900°C. Observa-se que esses materiais apresentam o mesmo comportamento dos materiais sintetizados sem o ferro. O aumento da temperatura propiciou um aumento da rugosidade das partículas da ordem de 30 µm, e a presença de elevações semelhantes a escamas.

Os experimentos realizados para atividade fotocatalítica do organoclorado demonstraram que os materiais tratados a 900 °C foram mais eficientes sendo que o material **TiSiFe/H⁺900** teve uma remoção de 20% enquanto que o **TiSiFe/OH⁻900** uma de 37% em um tempo de 5 horas utilizando irradiação UV artificial.

Conclusão

O processo sol-gel mostrou-se um método muito eficiente para a preparação dos titanossilicatos com ferro, visto que, por meio das técnicas de caracterização, como análise térmica e espectroscopia na região do Infravermelho, observou-se que ocorreu a formação da matriz de titanossilicato de ferro, nos materiais. Notou-se que as matrizes que foram tratadas termicamente à 900°C apresentaram maior atividade fotocatalítica pelo fato dessas matrizes apresentarem alta cristalinidade, o que favorece a atividade fotocatalítica do titânio, na degradação de compostos orgânicos.

Agradecimentos

FAPESP, CAPES e CNPq.

¹ Gonçalves, M.; de Castro, C. S.; Oliveira, L. C. A.; Guerreiro, M. C.; *Quim. Nova*, **2009**, 32, 1723.

² Britto, J. M.; Rangel, M. do C.; *Quim. Nova*, **2008**, 31, 114.