

SÍNTESE HIDROTÉRMICA DE Nb_2O_5 E AVALIAÇÃO DO SEU POTENCIAL NO TRATAMENTO DE EFLUENTES ORGÂNICOS

THAÍS A. RODRIGUES¹, PAULO H. E. FALSETTI², VAGNER R. de MENDONÇA³, DOUGLAS M. da S. D. DUQUE⁴.

¹ Graduanda em Lic. em Física, Bolsista PIBIFSP, IFSP- Câmpus Itapetininga, thaisaprodrigues3@gmail.com.

² Graduando em Lic. em Física, Bolsista PIBIC-PIBIT, IFSP- Câmpus Itapetininga, paulohefal7@gmail.com.

³ Professor no IFSP- Câmpus Itapetininga, vrn@ifsp.edu.br.

⁴ Graduado em Lic. em Física, IFSP- Câmpus Itapetininga, douglas.duque@ifsp.edu.br.

Área de conhecimento: 1.06.03.01-8 Cinética Química e Catálise

Apresentado no
8º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP
06 a 09 de novembro de 2017 - Cubatão-SP, Brasil

RESUMO: Apesar de o Brasil ser o maior produtor de minerais contendo Nióbio no mundo, programas governamentais sobre sua adequada exploração e comercialização são escassos, fator este que é consequência do pouco conhecimento sobre as mais variadas aplicações destes materiais. Um destes, o Óxido de Nióbio (Nb_2O_5), se destaca por conta de suas promissoras características estruturais, eletrônicas e superficiais. Considerando o exposto, fica clara a necessidade de pesquisas básicas envolvendo o preparo e aplicações destes materiais em concordâncias com interesses nacionais. Desta forma, este projeto visou o estudo de metodologias de síntese e aplicações em sistemas de interesse ambiental do Nb_2O_5 . Estes foram sintetizados pelo método de oxidação por peróxido e posterior tratamento hidrotérmico em diferentes tempos. Os materiais foram testados quanto à sua fotoatividade frente a degradação do corante Azul de Metileno (MB). Todos os materiais mostraram grande poder de adsorção do corante catiônico, e o material obtido em menor tempo de reação apresentou maior eficiência. Os resultados demonstram a aplicabilidade do processo na busca de materiais de interesse ambiental.

PALAVRAS-CHAVE: Óxido de Nióbio; Nanomateriais; Síntese Hidrotérmica; Fotocatálise Heterogênea

HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF Nb_2O_5 AND EVALUATION OF THE POTENTIAL IN EFLUENTS TREATMENT

ABSTRACT: Despite the fact that Brazil is the largest Niobium-containing minerals producer in the world, government programs on its proper exploitation and commercialization are scarce, a consequence of the lack of knowledge about the most varied applications of these materials. Niobium Oxide is highlighted because of its promising structural, electronic and surface characteristics. Considering the above, it is clear the need for basic research involving the preparation and applications of Nb_2O_5 in accordance with national interests. Thus, this project aimed the study of synthesis methodologies and applications of Nb_2O_5 . The materials were synthesized by peroxide oxidation and hydrothermal treatment at different times. The materials were tested for their photoactivity against Methylene Blue (MB) dye photodegradation. All of the materials showed great adsorption capability of the cationic dye, and the material obtained in lower treatment time presented higher efficiency. The results demonstrate the applicability of the process in the search for materials of environmental interest.

KEYWORDS: Niobium Oxide; Nanomaterials; Hydrothermal Synthesis; Heterogeneous Photocatalysis

INTRODUÇÃO

Sendo o Brasil maior detentor das reservas exploráveis de nióbio mundiais, e o maior produtor e exportador (LOPES *et.al.*, 2015), além do atual crescente uso na indústria tecnológica, o Ministério de Minas e Energia do Brasil (LIMA, 2010) publicou material incentivando o seu uso nas indústrias siderúrgicas e metalúrgicas e aumentou o fomento de pesquisas de diferentes setores que empreguem este metal.

O dióxido de titânio, graças às suas propriedades, é o semicondutor mais utilizado e que possui melhores resultados em processos de fotocatalise heterogêna para a degradação de contaminantes em corpos aquáticos. Contudo, vem surgindo incentivos para que se possa utilizar outros óxidos alternativos. Analisando compostos específicos do nióbio que se comportam como semicondutores com valores de banda proibida entre 3,0 e 4,0 eV (TANAKA *et.al.*, 1993) e potencial redox adequados para as bandas de valência e condução, verifica-se que estes materiais se configuram em boas alternativas para aplicação nestes processos (PRADO, PEDROSO e MOURA, 2008).

Diante do exposto, este trabalho teve por objetivo o desenvolvimento de metodologias de síntese hidrotérmica para obtenção do Nb₂O₅ e o estudo de suas propriedades fotocatalíticas frente a degradação de contaminantes emergentes, como alternativa ao TiO₂, de modo a se agregar valor a este metal de grande importância econômica para o país.

MATERIAL E MÉTODOS

Síntese - Para a síntese do Nb₂O₅, foram adicionados 2,0 g do reagente oxalato amoniacal de nióbio (NH₄NbO(C₂O₄)₂.nH₂O), em 4,0 mL de H₂O₂ (Dinâmica, 30%), formando uma solução amarela de peróxido complexo de Nb. Várias destas misturas tiveram o volume ajustado para 50 mL e foram levadas para tratamento hidrotérmico em estufa a 100 °C por diferentes períodos de tempo. O reator utilizado para o tratamento hidrotérmico foi de vidro com tampa de plástico previamente testado quanto à sua capacidade de vedação, que foi satisfatória para a temperatura utilizada durante a síntese e a pressão por esta atingida. As amostras foram identificadas de acordo com o tempo de tratamento.

Após o tratamento, iniciou-se o processo de lavagem para eliminação da acidez proveniente do peróxido adicionado. A lavagem foi feita por centrifugação até que o sobrenadante atingisse o pH da água de lavagem. Posteriormente, o pó foi lavado com álcool isopropílico e posto para secar em estufa a 60 °C por 12h.

Estudo das Propriedades Fotocatalíticas dos Materiais - Para os testes de fotocatalise heterogênea, foram adicionados em béqueres 20 mL de solução de MB a 10 mg.L⁻¹ e 5 mg dos compostos previamente sintetizados. Em um dos béqueres foi colocado apenas a solução do corante, para ser o branco do experimento. Para verificar a capacidade de adsorção dos materiais, os béqueres foram deixados no escuro por 30 minutos antes de começar os testes. Os béqueres foram posicionados simetricamente no fotoreator e expostos à radiação UV (254 nm) por diferentes períodos de tempo. Para medida do decaimento percentual da concentração do MB foi utilizado espectrofotômetro FEMTON 600 S no comprimento de onda de máxima absorção do corante – 664 nm.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta o rendimento das reações em diferentes tempos de tratamento, mostrando que o rendimento máximo é obtido por volta de 24 h de tratamento nas condições impostas.

Tabela 1. Rendimento das reações em diferentes tempos de tratamento hidrotérmico.

Amostra	4 h	12 h	24 h	48 h
Massa (g)	0,0364	0,2496	0,2906	0,2808

A Figura 1 apresenta o decaimento percentual da concentração de MB com o tempo. Todas as amostras apresentaram alto poder de adsorção após 30 minutos na ausência de luz.

O gráfico demonstra o potencial de aplicação do Nb₂O₅ no processo estudado, visto que todos os pós aceleraram a degradação do corante frente ao branco de experimentos. Interessantemente, nota-se que variando o tempo de síntese, o potencial fotocatalítico das amostras também se altera. Isto ocorre, possivelmente, devido a variações nas características morfológicas e superficiais das amostras, fato este que está sob investigação.

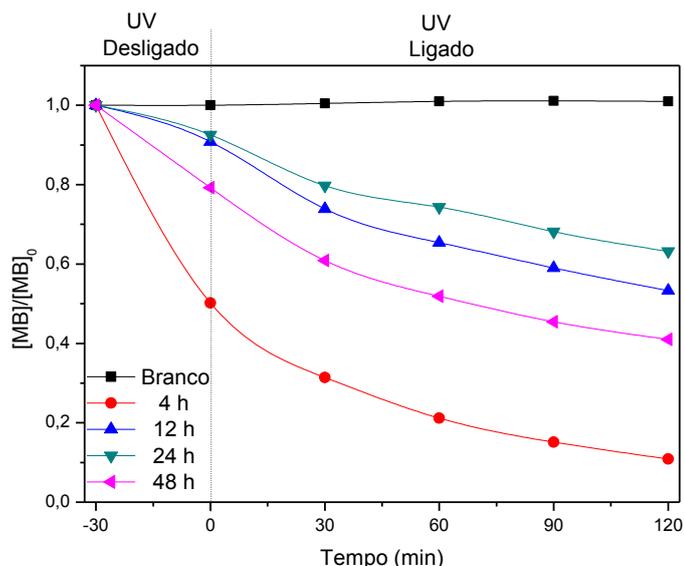


Figura 1. Decaimento percentual da concentração do MB com o tempo após exposição à radiação UV.

Ainda, para verificação da capacidade total de adsorção das amostras, estas foram deixadas com a solução do corante por várias horas e a absorbância final foi desprezível, confirmando-se a alta capacidade do material de se adsorver compostos catiônicos, tais quais o MB.

CONCLUSÕES

Este trabalho demonstra a aplicabilidade da técnica de síntese estudada na obtenção de materiais com potencial atividade fotocatalítica. As diferentes fotoatividades dos compostos alcançadas variando-se apenas um único parâmetro de síntese, o tempo de tratamento, mostra que a metodologia é versátil para a obtenção de uma gama de compostos com diferentes características morfológicas, estruturais e superficiais.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFSP pela bolsa concedida a aluna e autora principal desse projeto pelo programa PIBIFSP (Edital nº 723/2016), ao CNPq pelo auxílio financeiro (Processo 468956/2014-0) e à CBMM – Cia Brasileira de Metalurgia e Mineração, fornecedora do oxalato amoniacal de nióbio.

REFERÊNCIAS

- LIMA, J. M. G. Relatório Técnico 20 – Perfil da Mineração do Nióbio, Ministério de Minas e Energia, 2010.
- LOPES, O. F.; DE MENDONÇA, V. R.; SILVA, F. B. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. *Quím. Nova* **2015**, 38, 106.
- PRADO, A. G. S.; BOLZON, L. B.; PEDROSO, C. P.; MOURA, A. O.; COSTA, L. L. *Appl. Catal. B: Environ.* **2008**, 82, 219.
- TANAKA, T.; NOJIMA, H.; YOSHIDA, H.; NAKAGOWA, H.; FUNABIKI, T.; YOSHIDA, S. *Catal. Today* **1993**, 16, 297.