

### Estudo da adsorção do contaminante Azul de Metileno sobre $Nb_2O_5$

JACQUELINE DE F. GOMES<sup>1</sup>, DOUGLAS DEL DUQUE<sup>2</sup>, VAGNER ROMITO DE MENDONÇA<sup>3</sup>,

<sup>1</sup> Graduando em licenciatura de física, Bolsista CNPq, IFSP, Campus Itapetininga, jacqueline.f@aluno.ifsp.edu.br

<sup>2</sup> Graduado em licenciatura de física e técnico em química, IFSP, Campus Itapetininga Del-duque@hotmail.com

<sup>3</sup> Doutor em Ciência, Professor EBTT, IFSP, Campus Itapetininga, vagneromito@gmail.com

Área de conhecimento (Tabela CNPq): 1.06.03.08-5 – Termodinâmica Química

**RESUMO:** Sendo o Brasil o maior detentor de minerais contendo Nióbio no mundo, é de interesse nacional o desenvolvimento de tecnologias para utilização deste metal. Uma possibilidade é a aplicação do Pentóxido de Nióbio ( $Nb_2O_5$ ) no tratamento de efluentes contendo contaminantes orgânicos, como corantes. Neste projeto, diferentes rotas de síntese, baseadas em tratamento hidrotérmico, foram estudadas, a fim de se maximizar a eficiência dos materiais. Como a adsorção é um efeito de superfície, variou-se o tempo de tratamento hidrotérmico com o intuito de se promover variações superficiais que pudessem maximizar a eficiência de remoção do corante. O  $Nb_2O_5$  se mostrou eficiente na remoção de contaminante catiônico em água por adsorção, sendo esta eficiência inversamente proporcional ao tempo de tratamento hidrotérmico. Isotermas de adsorção mostraram uma capacidade de remoção superior a 600 mg de MB / g de  $Nb_2O_5$ , valor este superior ao relatado na literatura.

**PALAVRAS-CHAVE:** Tratamento de Efluentes, Adsorção, Corante, Pentóxido de Nióbio

### Study of Methylene Blue adsorption over $Nb_2O_5$

**ABSTRACT:** With Brazil being the largest holder of niobium-containing minerals in the world, it is a national interest the development of technologies for the use of this metal. One possibility is the application of Niobium Pentoxide ( $Nb_2O_5$ ) in the treatment of effluents containing organic contaminants, such as dyes. Different synthesis routes, based on hydrothermal treatment, were studied in order to maximize the efficiency of the materials. With adsorption being a surface effect, hydrothermal treatment time was varied in order to promote surface variations that could maximize the efficiency of dye removal.  $Nb_2O_5$  proved to be efficient in removing cationic contaminant in water by adsorption, its efficiency being inversely proportional to the hydrothermal treatment time. Adsorption isotherms showed a removal capacity greater than 600 mg MB/g of  $Nb_2O_5$ , a value higher than that reported in the literature.

**KEYWORDS:** Effluent Treatment, Adsorption, Dye, Niobium Pentoxide

### INTRODUÇÃO

Com o crescente aumento populacional a necessidade de desenvolvimento econômico se intensificou, em contrapartida graves problemas ambientais são consequência desse processo, entre eles a contaminação de água potável por compostos orgânicos, oriundos de efluentes agrícolas e industriais (OLIVEIRA, 2016). Devido a isso iniciativas sustentáveis tem sido continuamente propostas para a promoção da redução de contaminantes orgânicos. Neste contexto, o  $Nb_2O_5$  se mostra interessante (DA SILVA, 2019). O Brasil se destaca como detentor de mais de 90% das reservas mundiais exploráveis de Nióbio, sendo ainda seu maior produtor e exportador (LOPES, 2015). Diante do exposto, este trabalho teve por objetivo o desenvolvimento de metodologias de síntese hidrotérmica para obtenção do  $Nb_2O_5$  e o estudo de suas propriedades de adsorção para remoção de contaminantes catiônicos de água.

## MATERIAL E MÉTODOS

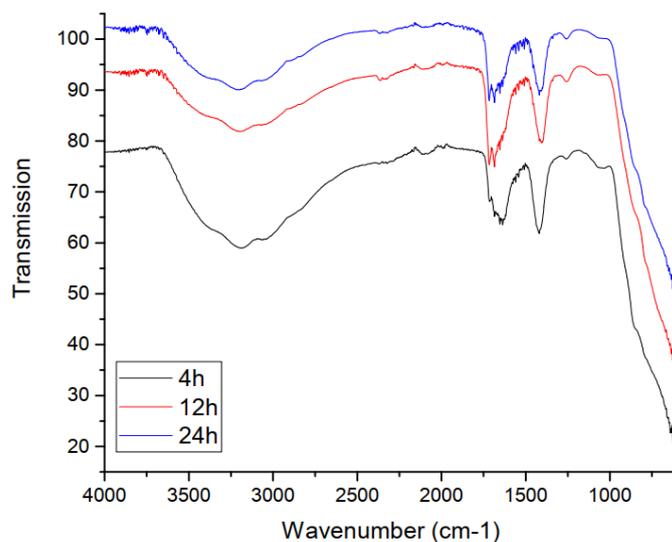
Para a síntese do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foi empregada inicialmente a metodologia denominada Método de Oxidação por Peróxido, um método de síntese limpo que consiste na formação de um complexo metálico solúvel e estável pela adição de  $\text{H}_2\text{O}_2$  a um precursor do metal de interesse, com posterior cristalização sob condições hidrotérmicas. Em um procedimento típico de síntese, utilizou-se, 2,0 g do precursor Oxalato Amoniacal de Nióbio ( $\text{NH}_4\text{H}_2[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot\text{NH}_2\text{O}$ ) disperso em água, onde foram acrescentados 4,0 mL do Peróxido de Hidrogênio ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), formando uma solução amarelada, que foi colocada em balão volumétrico e o volume completado com água para 50 mL. Depois, a solução formada foi levada termicamente tratada em estufa sob temperatura de 100 °C por 4 h, 12 h e 24 h, para resultar em modificações superficiais nos sólidos.

Estes materiais foram testados frente a remoção do corante Azul de Metileno (MB) em água via adsorção. Primeiramente foi estudada a cinética de adsorção. Para tanto, as amostras foram imersas em um béquer contendo solução de concentração conhecida do corante. As amostras ficaram em uma câmara escura e a concentração do corante foi acompanhada por espectrofotometria UV-Vis em intervalos de tempo regulares, utilizando o espectrofotômetro FEMTO 600S.

Posteriormente, com o objetivo de se obter a capacidade máxima de adsorção do corante sobre o sólido, foram obtidas isotermas de adsorção, utilizando-se 6 mg de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (imersos em solução aquosa de MB) nas concentrações de 0,5 g/L, 0,25 g/L, 0,10 g/L, 0,05 g/L, e 0,025 g/L. As amostras foram agitadas por 24 h no escuro. A concentração de MB foi obtida por espectrofotometria UV-Vis, utilizando espectrofotômetro FEMTON 600S, após obtenção de uma curva de calibração com as soluções puras.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como o processo de adsorção é, essencialmente, um fenômeno de superfície, as amostras aqui sintetizadas foram analisadas via espectroscopia no infravermelho (FTIR) e os resultados são apresentados na Figura 1.



**Figura 1:** Espectros de Infravermelho das amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  sintetizadas por diferentes tempos de tratamento hidrotérmico.

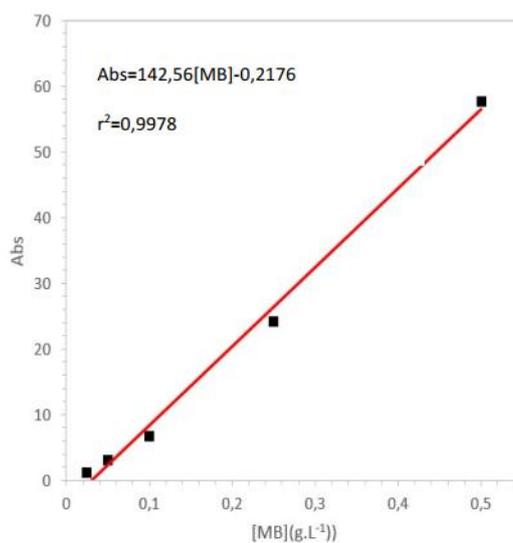
Como pode ser verificado pelos espectros apresentados na Figura 1, o principal efeito do tempo de tratamento hidrotérmico sobre os materiais está na intensidade da banda referente à presença de grupamentos hidroxila (OH) na superfície do material, que aparecem em torno de 3000  $\text{cm}^{-1}$ . A diminuição da intensidade é um indicativo de que a concentração destes grupamentos diminui com o tempo. Este fator é de extrema importância, uma vez que pares de elétrons livres do oxigênio podem atuar como ponto de interação com cargas positivas do adsorvato. As bandas em torno de 1700  $\text{cm}^{-1}$  e 1400  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionadas com grupamentos carbonílicos e/ou carboxílicos oriundo do oxalato presente no precursor, enquanto que as bandas abaixo de 1000  $\text{cm}^{-1}$  estão relacionadas com a ligação Metal-Oxigênio, não tendo grandes variações entre estas para as amostras sintetizadas.

A cinética de adsorção mostra que o processo de adsorção depende da quantidade de corante ainda presente em solução, sendo caracterizado como um processo de primeira ordem. Interessantemente, a capacidade de adsorção foi inversamente proporcional ao tempo de tratamento hidrotérmico. Com a isoterma de adsorção, após 24h de agitação da amostra de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> suspensa em solução do corante MB, foram obtidos os seguintes resultados, mostrados na Tabela 1, na espectrofotometria UV-Vis:

**TABELA 1:** Dados de adsorção do corante MB sobre Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

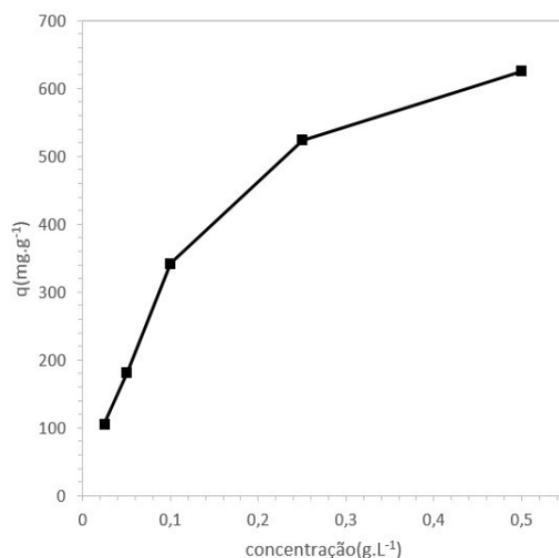
Concentração de MB (g/L)	Abs Inicial	Abs após contato com Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
0,025	4,620	1,090
0,050	7,332	3,035
0,100	12,456	6,720
0,250	34,780	24,225
0,500	71,600	57,680

Os dados foram corrigidos pelo fator de diluição utilizados nas análises. Estes foram convertidos em concentração de corante utilizando-se a Lei de Lambert-Beer, a fim de obter a massa adsorvida. Para tanto, foi ajustada uma curva de calibração com os dados das absorbâncias iniciais, como mostrado na Figura 2 abaixo.



**FIGURA 2:** Curva de calibração para concentração de MB vs Absorbância.

Tendo-se a curva de calibração, os dados de massa de MB adsorvido por massa de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram calculados para as diferentes concentrações iniciais de MB, e os resultados são apresentados na Figura 3. Importante salientar que os dados apresentados se referem à amostra obtida após 24 h de tratamento hidrotérmico, que é a amostra que apresentou menor capacidade de adsorção dentre as sintetizadas.



**FIGURA 3:** Isoterma de adsorção de MB sobre Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

A isoterma mostra que, mesmo para a amostra com menor capacidade de adsorção, o valor obtido para a capacidade é superior à 650 mg de MB por grama de material, mostrando o potencial das amostras para aplicação em processos de tratamento de efluentes.

### CONCLUSÕES

Este trabalho demonstrou a aplicabilidade da síntese na obtenção de materiais contendo o metal nióbio com alto poder de remoção de contaminantes catiônicos via adsorção. Assim, estes materiais serão aplicados na remoção de metais pesados de barragens de mineração localizadas no sul de Minas Gerais, em uma parceria com pesquisadores da UNIFAL de Poços de Caldas.

### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFSP e CNPq pela bolsa concedida à aluna e autora principal desse trabalho pelo programa PIBIC (134708/2019-9). À PRP pelo apoio via Edital 823/2018. Ao CNPq pelo apoio financeiro (409904/2016-3).

### REFERÊNCIAS

DA SILVA, G. T. S. T.; NOGUEIRA, A. E. N.; OLIVEIRA, J. A.; TORRES, J. A.; LOPES, O. F.; RIBEIRO, C. Appl. Catal. B 2019, 242, 349.

LOPES, O. F.; DE MENDONÇA, V. R.; SILVA, F. B.F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Quím. Nova, 2015, 38, 106.

OLIVEIRA, J. A. 84 f, Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - UNIFAL, Universidade Federal de Alfenas, 2016.