DESENVOLVIMENTO DE UM PROCEDIMENTO PARA SÍNTESE HIDROTÉRMICA DO Nb_2O_5

PAULO HENRIQUE ELEUTERIO FALSETTI[1], DOUGLAS MENDES DA SILVA DEL DUQUE[2], THAÍS APARECIDA RODRIGUES[3], VAGNER ROMITO DE MENDONÇA[4]

[1] Graduando em Licenciatura em Física, Bolsista PIBIC-PIBIT Edital 262/2016, "DESENVOLVIMENTO DE UM REATOR HIDROTÉRMICO PARA A SÍNTESE DE NANOMATERIAIS DE INTERESSE AMBIENTAL", IFSP, Câmpus Itapetininga, paulohefal7@gmail.com
[2] Graduado em Licenciatura em Física, IFSP, Câmpus Itapetininga, douglas.duque@ifsp.edu.br
[3] Graduanda em Licenciatura em Física, IFSP, Câmpus Itapetininga, thaisaprodrigues3@gmail.com
[4] Doutor em Ciências / Físico – Química, IFSP, Câmpus Itapetininga, vrm@ifsp.edu.br
Área de conhecimento (Tabela CNPq): 1.06.03.01-8 Cinética Química e Catálise

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

RESUMO: O Brasil é o maior produtor e exportador de nióbio do mundo, o que torna de grande interesse nacional a pesquisa sobre as propriedades desse elemento, seus compostos e suas aplicações. Desta forma, o presente trabalho demonstra um estudo experimental sobre a síntense hidrotérmica do semicondutor Nb_2O_5 via oxidação por peróxido, com posterior aplicação dos pós obtidos em fotocatálise heterogênea na degradação do corante Azul de Metileno (MB). Como precursor do Nb foi utilizado o oxalato amoniacal de nióbio, o qual recebeu tratamento térmico à 100 ºC em frascos de vidro em diferentes sistemas, estufa e banho de glicerina. Ambos os sistemas apresentaram resultados semelhantes no que concerne às características macroscópicas do pó. Estes foram submetidos a ensaios de fotocatálise heterogênea na degradação do MB com o objetivo de se verificar variações estruturais entre os materiais sintetizados. Os resultados dos ensaios demonstraram que ambos foram capazes de descolorir a solução do corante através de adsorção e fotodegradação, com eficiência comparável entre estes. Assim, para sínteses futuras, fica claro que o sistema em estufa se mostra mais adequado, uma vez que é possível a execução de um maior número de sínteses concomitantemente.

PALAVRAS-CHAVE: Nb_2O_5; semicondutores; fotocatálise heterogênea; síntese hidrotérmica.

DEVELOPMENT OF A SYSTEM FOR HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF Nb_2O_5

ABSTRACT: Brazil is the largest producer and exporter of niobium in the world, which makes research on the properties of this element, its compounds, and their applications of great national interest. Thus, the present work demonstrates an experimental study on the hydrothermal synthesis of Nb_2O_5 via oxidant peroxide method with subsequent application of the as-synthesized powders in heterogeneous photocatalysis by means Methylene Blue degradation. Niobium ammonium oxalate was used as Nb source, which was reacted with H_2O_2 and further treated at 100 ºC in glass bottles in different systems, lab stove and glycerin bath. Both systems presented similar results regarding the macroscopic characteristics of the powder. The materials were tested regarding their efficiency in a heterogeneous photocatalysis process in order to verify microscopic variations among the synthesized materials. The results demonstrated that both were able to decolorize the dye solution through adsorption and photodegradation, with comparable efficiency between them. Thus, for future syntheses, it is clear that the lab stove system is more adequate, since a larger number of samples can be synthesized concomitantly.

KEYWORDS: Nb_2O_5; semiconductors; heterogeneous photocatalysis; hydrothermal synthesis.

INTRODUÇÃO

O nióbio é um metal raro, sendo sua abundância de 20 ppm (LOPES, 2013). No entanto, cerca de 98% das reservas conhecidas desse elemento se encontram no Brasil, o que o torna um verdadeiro monopólio brasileiro. O nióbio possui várias aplicações, dentre elas: automóveis; turbinas de avião; gasodutos; tomógrafos de ressonância magnética; indústrias aeroespacial, bélica e nuclear. Sob essas circunstâncias, é imprescindível que o Brasil invista em pesquisas direcionadas a esse metal, visando valorizar as suas reservas (CPRM, 2017).

O pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) é um dos mais importantes compostos do nióbio. O Nb_2O_5 é um sólido branco, estável no ar e insolúvel em água. Possui características anforéticas, podendo ser dissolvido em ácidos fortes e em bases fracas. O Nb_2O_5 apresenta alta complexidade estrutural por causa do polimorfismo encontrado neste material, o qual está relacionado às variáveis de preparação, como a natureza dos precursores, o tempo e a temperatura de tratamento. Suas prorpiedades físicas e químicas o fazem um material promissor para aplicação em sensor de gases, catálise, células fotovoltaicas e em componentes eletrocrômicos (LOPES, 2013).

O objetivo do presente trabalho foi estudar diferentes procedimentos de síntese hidrotérmica do Nb_2O_5, utilizando-se para tal uma metodologia descrita na literatura, comparando-os quanto às características finais dos materiais. De modo a se verificar diferenças nas propriedades dos óxidos obtidos, estes foram testados quanto à capacidade de descoloração de uma solução do corante MB sob radiação UV.

MATERIAL E MÉTODOS

- *Síntese hidrotérmica do Nb_2O_5*: Anteriormente às sínteses, realizou-se testes com o sistema reacional de autoclave de frasco de vidro tendo em vista conhecer as suas condições de funcionamento. Definida as limitações do funcionamento do sistema, as sínteses (LEITE, 2006) consistiram em dissolver 2,0 g de oxalato amoniacal de nióbio ($NH_4[NbO(C_2O_4)_2(H_2O)_2]_n.H_2O$, fornecido pela CBMM) em 50 mL de uma solução aquosa contento 4 mL de H_2O_2 (30 %, Dinâmica). Posteriormente à dissolução do sólido, houve a formação de uma solução de coloração amarelada a qual foi tratada termicamente a uma temperatura controloda de 100 ºC por 3 horas em diferentes sistemas: estufa e banho de glicerina com agitação. Os pós obtidos foram lavados até que o sobrenadante atingisse o pH da água de lavagem, centrifugados e submetidos a um processo de secagem a 50 ºC em estufa. Esses materias serão posteriormente caracterizados com o objetivo de se conhecer as fases cristalinas formadas.

- *Fotocatálise heterogênea*: visando verificar as propriedades fotocatalíticas dos pós obtidos, realizou-se um ensaio de fotocatálise heterogênea. O ensaio consistiu em dissolver 5 mg dos pós obtidos nas diferentes rotas de síntese em 20 mL do corante azul de metileno (MB) a uma concentração de 5 mg/L, sendo realizado em um fotoreator munido de lâmpadas UV ($\lambda_{Máx.Int.}$ = 254 nm). O monitoramento da concentração do corante foi realizado com um espectrofotômetro 600 S FEMTO em 664 nm, comprimento de onda de máxima absorção do MB, em diferentes tempos de reação.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A síntese foi realizada em duas situações diferentes. Na estufa a síntese foi realizada com a temperatura controlada, no entanto não havia garantia de homogeneidade da solução aquosa no interior da autoclave (Fig. 1a). Desta maneira, a síntese foi testada em um outro sistema, banho de glicerina (Fig. 1b), com controle da temperatura através de um termopar acoplado e agitação magnética, a qual proporcionava maior homogeneidade térmica da solução no interior da autoclave. Ambos os testes resultaram em materiais macroscopicamente semelhantes.

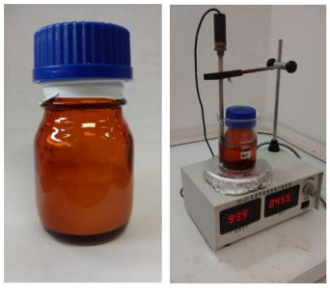

FIGURA 1. (a) Autoclave de frasco de vidro utilizada nas sínteses; (b) Sistema de aquecimento acoplado à agitação.

Estes materiais foram testados quanto suas capacidades em descolorir uma solução de MB e os resultados são apresentados na Fig. 2. O sistema permaneceu no escuro por 12 h antes do ensaio fotocatalítico para verificar a capacidade de adsorção do corante sobre o óxido.

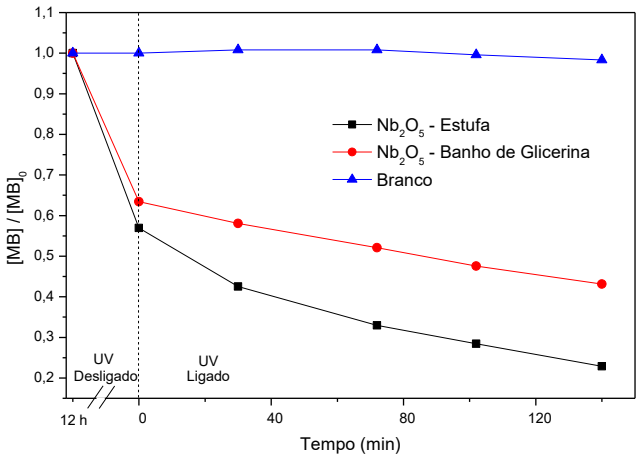

FIGURA 2. Decaimento percentual de [MB] (mg/L) com o tempo (min).

No período de 12 h no qual os sistemas permaneceram no escuro, nota-se que houve diminuição da concentração do corante, em torno de 40 %. Além disso, foi possível observar visualmente que houve adsorção do corante sobre os pós utilizados na fotocatálise. Como observado na Fig. 2, o material obtido na síntese realizada em estufa apresentou uma maior eficiência do que aquele obtido em banho de glicerina, mesmo o primeiro não apresentando uniformidade de temperatura em seu interior durante a formação do óxido. Este fato ocorre, possivelmente, por conta da maior capacidade de adsorção do material obtido sem agitação, o que acarretaria em maior concentração de peróxido durante a síntese e consequente maior número de grupamentos peróxidos na superfície do material sólido (FRANCATTO et al., 2016). Desta forma, em estudos seguintes a estufa foi sistematicamente empregada na síntese do material, uma vez que este sistema permite a realização de diversas sínteses de forma concomitante, aumentando-se assim o rendimento energético da reação.

CONCLUSÕES

Os resultados da fotocatálise heterogênea demonstrou que os pós obtidos apresentaram propriedades fotocatalíticas, evidenciando a possível formação do Nb_2O_5, a qual será verificada com caracterizações realizadas posteriormente e, consequentemente, demonstrou aplicabilidade desses sistemas nos quais foram realizadas as sínteses. Com os resultados, a metodologia de síntese utilizada no presente trabalho pode ser expandida visando alterar as condições de síntese, esta que já está sendo estudada pelo grupo de pesquisa.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao IFSP - câmpus Itapetininga; ao CNPq pela bolsa PIBIC-PIBITI - Edital 262/2016 e financiamento Processo 468956/2014-0; à CBMM - Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração - pelo fornecimento do reagente oxalato amoniacal de nióbio.

REFERÊNCIAS

CPRM - Serviço Geológico do Brasil. Nióbio Brasileiro. Disponível em: <http://www.cprm.gov.br/publique/Redes-Institucionais/Rede-de-Bibliotecas---Rede-Ametista/Canal-Escola/Niobio-Brasileiro-2616.html>. Acesso em: 05 jul 2017.

FRANCATTO, P. et al. Enhanced reactivity of peroxo-modified surface of titanium dioxide nanoparticles used to synthesize ultrafine bismuth titanate powders at lower temperatures. Química Nova, Vol. 42. 15767 – 15772, 2016.

LEITE, E. R.; VILA, C.; BETTINI, J.; LONGO, E. J. Phys. Chem. C 2006, 110, 18088.

LOPES, Osmando Ferreira. Síntese e caracterização de nanopartículas de Nb2O5 e estudos de suas propriedades fotocatalíticas. 2013. 45f. Dissertação (Mestrado em Físico-Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2013.