

Síntese de niobatos de metais de transição para aplicações catalíticas em meio aquoso

Gabriele Aparecida Passos (IC), Fabricio Vieira de Andrade (PQ)¹

¹Universidade federal de Itajubá.

Palavras-chave: Contaminantes orgânicos. Fotocalisador. Niobato de cobre. Processos oxidativos avançados.

Introdução

O surgimento de novas indústrias nas mais diversas áreas acaba acarretando no descarte incorreto de seus produtos, muitas vezes nocivos, como por exemplo: corantes, herbicidas, inseticidas, defensivos agrícolas, entre outros (MONTAGNER et al., 2017). Nos últimos anos, acerca dos estudos sobre tratamento de águas contaminadas, tem sido muito investigados os processos oxidativos avançados (POA), onde o composto não é apenas transferido de fase e sim destruído e transformado em dióxido de carbono, água e ânions inorgânicos não tóxicos ou de menor potencial tóxico (CALLISTER, C et al., 2002). Deste modo, o objetivo deste trabalho é desenvolver fotocatalisadores flutuantes para auxiliar no processo de oxidação avançada.

Metodologia

Para a síntese de nanopartículas de niobato de cobre II foi utilizado o método de precursores poliméricos (Pechini). Os reagentes utilizados foram: Nitrato de cobre II, Oxalato Amoniacal de Nióbio, Ácido cítrico ($C_6H_8O_7$) da marca Vetec, Etileno glicol ($HOCH_2CH_2OH$) da marca Alphatec, Hidróxido de amônio (NH_4OH) da marca Synth.

Primeiramente foram medidos 50 ml de Nitrato de cobre II $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$ e 50 ml de Oxalato Amoniacal de Nióbio $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$, transferidos para dois béqueres respectivamente e aquecidos até 50°C . Após alcançar 50°C . Foram adicionados 5,7673 g de ácido cítrico ($C_6H_8O_7$) nas duas soluções, aguardou-se 30 minutos e então as duas soluções foram aquecidas até chegar em 90°C . Posteriormente foram adicionados 2,1 ml de etileno glicol ($HOCH_2CH_2OH$) em cada solução e aguardou-se novamente 20 minutos. Em seguida, a temperatura foi resfriada a 50°C e então foram adicionados 10 ml de hidróxido de amônio (NH_4OH) na solução de nitrato de cobre. Após isso, as duas soluções foram misturadas e colocadas em repouso até atingir a temperatura ambiente. Após atingir a temperatura ambiente, o material foi aquecido até 110°C na estufa e mantido por cerca de 6 horas, e então foi levado ao forno a 700°C até restar apenas sólido.

Uma vez formado o sólido e resfriado, ele é lavado com 50 ml de HCl $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ e em seguida é agitado por 1 minuto no VORTEX. A solução então é aquecida a 50°C mantendo agitação constante por 1 hora. Em seguida, a solução é colocada na centrífuga por 10 minutos. Após a centrifugação, o HCl é descartado e é adicionado 50 ml de água destilada na solução, e esta, novamente, é centrifugada. Este processo de centrifugação com água destilada é repetido por mais duas vezes.

Para os testes fotocatalíticos foram preparadas soluções de corantes (vermelho congo, alaranjado de metila, índigo carmin), onde foram dissolvido 0,0125 g de corante em 250 ml de água destilada. No primeiro experimento foi utilizado 0,03g de niobato de cobre II junto à 50 μL de peróxido de hidrogênio. No segundo experimento foi colocado apenas niobato de cobre II. No terceiro experimento foi utilizado apenas 50 μL de peróxido de hidrogênio. O primeiro e segundo experimento são levados ao banho ultrassônico por 10 minutos antes de serem colocados no reator sob agitação e luz ultravioleta. São coletadas amostras de 1 ml e estas são misturadas em 3 ml de água destilada a cada 1 hora por 5 horas. Em seguida, os experimentos 1 e 2 são colocados na centrífuga por 15 minutos sob agitação de 4000 rpm, e então, as amostras são levadas para leitura no espectrometro.

Nos testes de adsorção foram preparadas soluções de corantes (vermelho congo, índigo carmin), onde foi dissolvido 0,125g de corante em 250 ml de água destilada. Em seguida, foi retirado 50 ml da solução de corante e adicionado à ela 0,03 g de niobato de cobre II. A solução é colocada por 10 minutos em banho ultrassônico para dispersão das moléculas. Após o banho ultrassônico, a solução é colocada sob agitação e coberta por uma caixa de papelão para que não haja presença de luz. Durante as 5 horas de experimento são coletadas amostras de 1 ml a cada uma hora. Em seguida, os experimentos são colocados na centrífuga por 15 minutos sob agitação de 4000 rpm, e então, as amostras são levadas para leitura no espectrometro.

Resultados e discussão

A síntese do niobato de cobre II foi realizada com sucesso e esta foi caracterizada por difração de raio-x (DRX) e microscopia eletrônica de transmissão (MET).

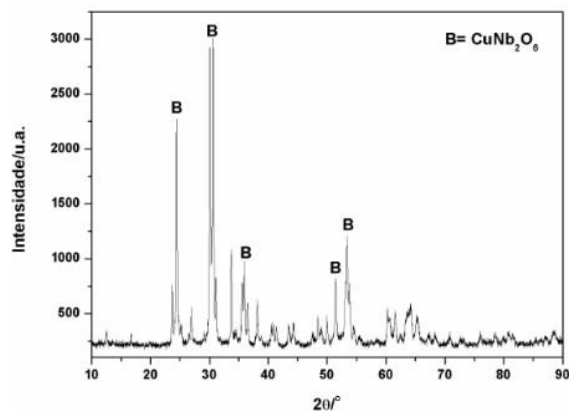


Figura 1- difração de raio-x (DRX) do niobato de cobre
Fonte: autor

A Figura acima representa o resultado de DRX do niobato de cobre (CuNb₂O₆) purificado com solução de HCl. Percebe-se que neste difratograma, também existe a presença de fases secundária. Porém, pode-se perceber também que a fase majoritária é realmente o CuNb₂O₆, pois, são dessa fase os picos mais intensos.

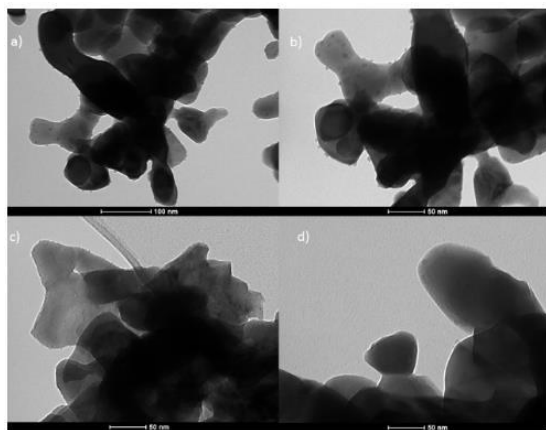


Figura 2 - Microscopia eletrônica de transmissão (MET) do niobato de cobre
Fonte: autor

Com os resultados do MET, foi possível obter as imagens da morfologia das amostras, sugerindo que o material analisado possui morfologia semelhante a lâminas ou folhas, conforme mostrado na Figura 2. Além da regularidade na morfologia do material, pela escala das figuras, percebe-se que o material obtido, está na escala nanométrica.

Os testes fotocatalíticos foram comparados de acordo

com a porcentagem de degradação na presença de niobato de cobre II e em sua ausência.

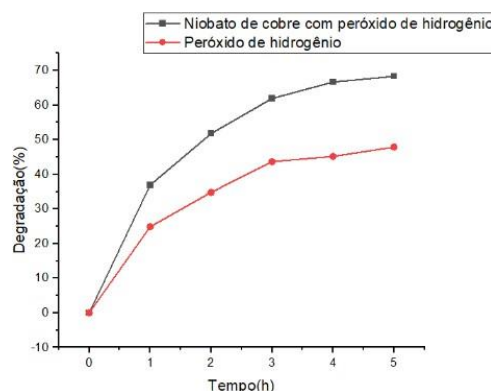


Figura 3: Degradação x tempo do vermelho congo.
Fonte: autor

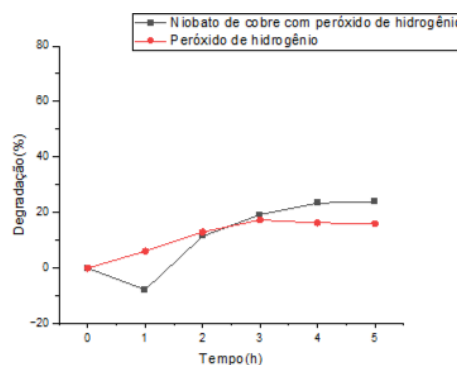


Figura 4: Degradação x tempo do alaranjado de metila.
Fonte: autor

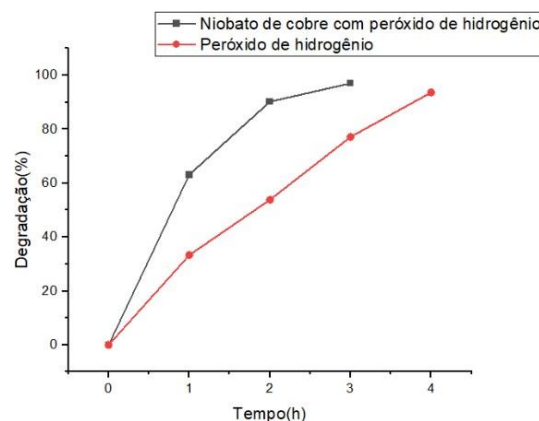


Figura 5: Degradação x tempo do índigo carmin.
Fonte: autor

Conforme as figuras 3 e 5 pode-se afirmar que o niobato de cobre auxiliou na degradação dos corantes vermelho congo e índigo carmin na presença de peróxido de hidrogênio, pois

houve uma maior porcentagem de degradação em um mesmo intervalo de tempo.

Na imagem 4, é visível que o niobato de cobre II auxilia na degradação do alaranjado de metila a partir de 3 horas de reação.

Os testes de adsorção foram feitos com os corantes vermelho congo e índigo carmim. Contudo, com o corante vermelho congo houve adsorção e esta se estabiliza depois de uma hora de experimento. No entanto, o mesmo não é observado com corante índigo carmim, já que ele não apresentou nenhuma adsorção mesmo após 5 horas de experimento.

Conclusões

O método de síntese por precursores poliméricos mostrou-se uma técnica eficaz para a síntese do niobato de cobre II. As técnicas de caracterização utilizadas apresentam resultados bastante interessantes, visto que o material obtido tem características nanométricas e formato de folha.

O niobato de cobre II não apresentou atividade catalítica quando utilizado sozinho, porém este cenário muda quando o mesmo é utilizado junto ao peróxido de hidrogênio. Para todos os corantes testados, o niobato de cobre II, mostrou-se eficaz para catalisação da degradação de componentes orgânicos.

A importância deste trabalho se dá pela demonstração de uma síntese de baixo custo, se tornando uma alternativa possível para remoção de componentes orgânicos em águas residuais.

Agradecimento

Agradeço ao professor Fabricio Vieira de Andrade pela paciência, orientação e suporte durante o trabalho.

À minha família por acreditarem em mim e me apoiarem.

À CNPQ pelo apoio financeiro.

À UNIFEI pelo suporte técnico.

Referências

MONTAGNER, C. C.; VIDAL, C.; ACAYABA, R. D. Contaminantes Emergentes Em Matrices Aquáticas Do Brasil: Cenário Atual E Aspectos Analíticos, Ecotoxicológicos E Regulatórios. *Química Nova*, v. 40, n. 9, p. 1094–1110, 1 set. 2017. DOI 10.215577/0100-4042.20170091. Disponível em: <http://static.sites.sbq.org.br/quimicanova.sbq.org.br/pdf/RV20170146.pdf>. Acesso em: 9 set. 2022.

ARAÚJO, Karla Santos et al. Processos oxidativos avançados: uma revisão de fundamentos e aplicações no tratamento de águas residuais urbanas e efluentes industriais. *Ambiente & Água*, Taubaté, v. 11, n. 2, p. 337-401, 2016. DOI 10.4136/ambi-agua.1862. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ambiagua/a/XjBbHvYf4bXbDxYnX3xR3r/?lang=pt>. Acesso em: 9 set.2022.

CALLISTER, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. John Wiley & Sons, Inc., 2002

V Simpósio de Iniciação Científica

Ciência, Tecnologia e Inovação no Brasil

2022