

ESTUDO DO EFEITO DA TEMPERATURA NA SÍNTESE DO $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ POR PRECIPITAÇÃO EM SOLUÇÃO HOMOGÊNEA E TROCA IÔNICA

André Luís de Castro Peixoto¹, **Fábio Henrique de S. Reis**², **Gilberto L. C. P. da Silva**³, **Maria Lucia C. P. da Silva**⁴

¹Faculdade de Engenharia Química de Lorena/Laboratório de Novos Materiais-Departamento de Engenharia Química, Rodovia Itajubá-Lorena km 74,5, Cx 116, Lorena – SP,

alcpaixoto@yahoo.com.br

²Faculdade de Engenharia Química de Lorena/ Laboratório de Novos Materiais Departamento de Engenharia Química, Rodovia Itajubá-Lorena km 74,5, Cx 116, Lorena – SP,

fabio@dequi.fauenquil.br

³Faculdade de Engenharia Química de Lorena/ Laboratório de Novos Materiais Departamento de Engenharia Química, Rodovia Itajubá-Lorena km 74,5, Cx 116, Lorena – SP,

gjardim@dequi.fauenquil.br

⁴Faculdade de Engenharia Química de Lorena/ Laboratório de Novos Materiais Departamento de Engenharia Química, Rodovia Itajubá-Lorena km 74,5, Cx 116, Lorena – SP,

micaetano@dequi.fauenquil.br

Palavras-chave: Troca iônica, óxido de nióbio (V) hidratado, precipitação em solução homogênea

Área do conhecimento: Engenharia

Resumo- Neste trabalho foi estudado o efeito da temperatura na preparação dos óxidos de nióbio (V) hidratados ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) pelo método da precipitação em solução homogênea a 45 e a 90 °C. A partir da síntese desses materiais foi então possível determinar a capacidade de troca iônica (CTI) para cada óxido a partir dos metais Na^+ , Ag^+ e Pb^{2+} pelo processo batelada a temperatura ambiente. Os resultados mostraram que o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ preparado a 90 °C apresentou melhor CTI que o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ preparado a 45 °C com relação a todos os íons estudados.

Introdução

Troca iônica é um processo de sorção especial, onde há a permuta de íons de mesmo sinal de carga, entre uma solução e um corpo sólido altamente insolúvel que está em contato com esta. O sólido (trocador de íons) deve ter uma estrutura molecular aberta, permeável, de modo que os íons e as moléculas do solvente possam mover-se livremente através deste. [2],[3],[7]

A capacidade de troca iônica dos óxidos hidratados é influenciada pelo tamanho e forma dos cristais que depende da técnica de precipitação, do tipo de agente precipitante utilizado. [5],[6]

O óxido de nióbio (V) hidratado preparado a partir do nióbio metálico por precipitação convencional foi preparado por Serafim [4] que estudou a troca iônica de íons potássio e dicromato. A preparação do óxido de nióbio (V) hidratado por precipitação em solução homogênea foi estudada por Tagliaferro [5].

Também foram estudadas por Tagliaferro [6] as melhores condições de preparação com o objetivo de melhorar as características do óxido preparado.

Fungaro [1] estudou a troca catiônica dos metais cádmio, zinco e cobre em zeólitas sintetizadas a partir de cinzas residuárias, por

meio de isotermas de Langmuir, cujo objetivo era o estudo do material no tratamento de águas e efluentes. A expressão linear de Langmuir é:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_0 \cdot b} + \frac{C_e}{Q_0}$$

sendo C_e a concentração do metal ao se atingir o equilíbrio da troca iônica ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$), q_e a quantidade adsorvida de íons no equilíbrio ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$), Q_0 ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) e b ($\text{L} \cdot \text{mg}^{-1}$) constantes relacionadas com a capacidade de adsorção máxima e energia de adsorção, respectivamente. A característica essencial da isoterma pode ser expressa pela constante adimensional chamada parâmetro de equilíbrio, o qual é definida como:

$$R_L = 1/(1+b \cdot C_0)$$

na qual C_0 é a concentração inicial mais alta do metal ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) e b a constante de Langmuir. O valor de R_L entre 0 e 1 indica adsorção favorável.

Neste trabalho é descrita a preparação do óxido $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, pelo método de precipitação em solução homogênea (PSH), usando carbonato de amônio como agente precursor de precipitação em diferentes temperaturas. Também é descrito neste trabalho troca de cátions Na^+ , Pb^{2+} e Ag^+ pelo processo descontínuo (batelada) em temperatura ambiente.

Materiais e Métodos

O $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ foi preparado segundo o método PSH usando como material de partida o nióbio metálico. A dissolução do Nb foi feita em meio HF/HNO_3 na proporção 2:1. Adicionou-se, em seguida, ácido bórico e carbonato de amônio. A mistura resultante foi levada ao aquecimento (45 °C) por 16 horas. O precipitado foi lavado exaustivamente com água deionizada e seco a 50 °C. Um segundo material foi preparado de maneira similar modificando a temperatura de precipitação para 90 °C. [5],[6]

No processo de troca dos íons Na^+ , Pb^{2+} e Ag^+ , 50,0 mL da solução salina contendo o metal em estudo foram colocados em contato com pequena massa do óxido hidratado em um frasco de polietileno. Em seguida, agitou-se o sistema por 6 horas conforme proposto por Tagliaferro [6] a temperatura ambiente em uma mesa de agitação.

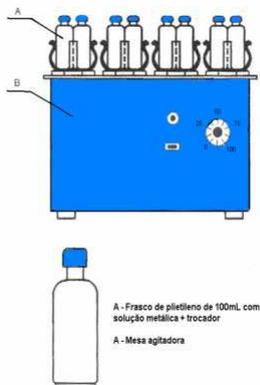


Figura 1: Sistema utilizado nos processos de troca iônica em processo batelada.

Para os óxidos de nióbio (V) hidratados preparados a 45 e a 90 °C foi feita a troca do íon Na^+ utilizando 50,0 mL de NaCl 0,03 eq.L⁻¹ e 0,2000 g do material. A análise da capacidade de troca iônica (CTI) do material foi feita utilizando-se o fotômetro de chama para determinar as concentrações das soluções antes e depois da troca iônica. Os resultados da CTI dos óxidos hidratados foram representados em miliequivalente de Na^+ trocado por grama do material utilizado (meq/g).

Para a troca dos íons Pb^{2+} utilizaram-se 50,0 mL de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ a diversas concentrações e 0,1000 g do óxido. O mesmo procedimento foi seguido para a troca de Ag^+ , utilizando, no entanto, soluções de AgNO_3 . A análise de troca dos íons Pb^{2+} e Ag^+ foi feita utilizando-se o espectrofotômetro de absorção atômica (AAS) para determinar as concentrações das soluções antes e depois do processo. Com os resultados obtidos utilizou-se o modelo de Langmuir [1] para descrever o processo de remoção do metal.

Resultados

Primeiramente, foi determinada a capacidade de troca iônica (CTI) dos óxidos de nióbio (V) hidratados sintetizados a 45 e a 90 °C com íon Na^+ conforme descrito no item *Materiais e Métodos*. O óxido hidratado preparado a 45 °C apresentou CTI igual a (0,743±0,080) meq/g e aquele obtido a 90 °C apresentou CTI igual a (0,757±0,002) meq/g.

Posteriormente foram determinadas as trocas de íons Pb^{2+} e Ag^+ . As Figuras de 2 a 5 a seguir mostram o estudo da adsorção dos metais Pb^{2+} e Ag^+ através das isotermas de Langmuir a 25 °C.

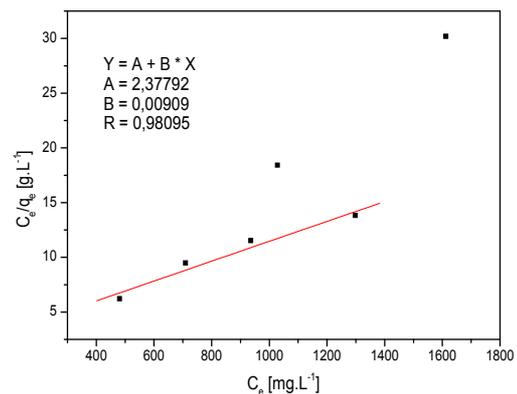


Figura 2: Isoterma de adsorção de Langmuir para Pb^{2+} a 25 °C utilizando óxido de nióbio (V) hidratado preparado a 45 °C.

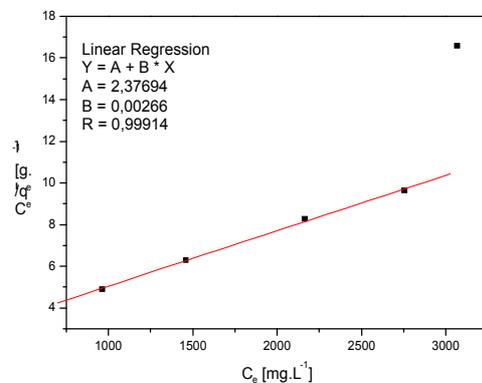


Figura 3: Isoterma de adsorção de Langmuir para Pb^{2+} a 25 °C utilizando óxido de nióbio (V) hidratado preparado a 90 °C.

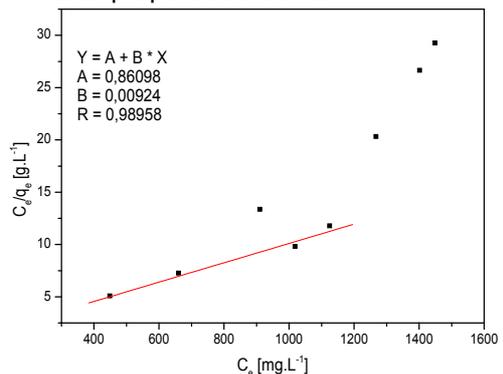


Figura 4 - Isoterma de adsorção de Langmuir para Ag^+ a 25 °C utilizando óxido de nióbio (V) hidratado preparado a 45 °C.

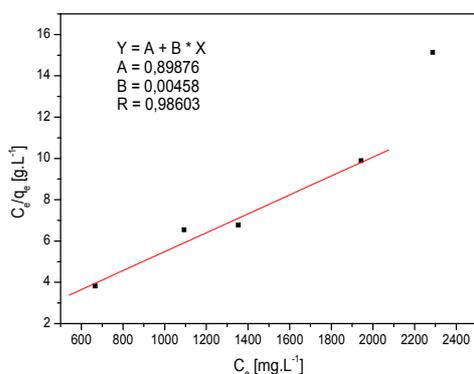


Figura 5: Isoterma de adsorção de Langmuir para Ag^+ a 25 °C utilizando óxido de nióbio (V) hidratado preparado a 90 °C.

Com as isotermas obtidas (Figuras 2 a 5), aplicou-se a regressão linear e, em seguida, calcularam-se os parâmetros de adsorção para o Pb^{2+} e para a Ag^+ . Os resultados experimentais obtidos dos coeficientes de correlação das retas de adsorção, ou seja, da regressão linear de cada curva estão representados na Tabela 1 a seguir.

Tabela 1: Coeficientes de correlação das isotermas de troca iônica para os metais Pb^{2+} e Ag^+ a partir do modelo de Langmuir.

	Pb^{2+}	Ag^+
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (45 °C)	0,98603	0,98958
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (90 °C)	0,99914	0,98095

Os parâmetros de adsorção para os íons Pb^{2+} e Ag^+ encontrados pelo modelo estão mostrados nas Tabelas 2 e 3, respectivamente.

Tabela 2: Parâmetros do modelo de isoterma de Langmuir para o Pb^{2+} com os óxidos de nióbio (V) hidratados preparados a 45 e a 90 °C.

Material	Q_0 (mg.g^{-1})	b (L.mg^{-1})	R_L
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (45 °C)	218,34	0,00510	0,077
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (90 °C)	375,94	0,00112	0,211

Tabela 3: Parâmetros do modelo de isoterma de Langmuir para a Ag^+ com os óxidos de nióbio (V) hidratados preparados a 45 e a 90 °C.

Material	Q_0 (mg.g^{-1})	b (L.mg^{-1})	R_L
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (45 °C)	108,23	0,01073	0,066
$\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (90 °C)	110,01	0,00382	0,149

Discussão

A partir dos resultados dos coeficientes de correlação mostrados na Tabela 1, vê-se que o modelo de isoterma de Langmuir pode adequadamente descrever os dados de troca iônica.

Visto que a constante de Langmuir Q_0 está relacionada com a capacidade máxima de adsorção ou troca de íons, por comparação dos resultados das Tabelas 2 e 3, percebe-se que o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ preparado a 90 °C apresenta resultados mais favoráveis que o seu correspondente preparado a 45 °C por possuir valores mais elevados da constante Q_0 , tanto para o íon Pb^{2+} quanto para o íon Ag^+ .

Também pelas Tabelas 2 e 3, é verificado que o valor de R_L está entre 0 e 1 para as trocas dos metais Pb^{2+} e Ag^+ para ambos óxidos hidratados, indicando que os processos de troca iônica são favoráveis nas faixas de concentrações de íons estudadas.

Conclusão

Pelos resultados obtidos percebe-se que o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ obtido a 90 °C tem melhor capacidade de troca de íons Pb^{2+} e Ag^+ que aquele sintetizado a 45 °C.

Para a troca de Na^+ , vê-se que ambos óxidos hidratados têm resultados semelhantes, porém, com valor de CTI ligeiramente superior para o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ preparado a 90 °C.

Agradecimentos

Ao CNPq/PIBIC pela bolsa de Iniciação Científica concedida.

Referências

- [1] FUNGARO, D. A.; SILVA, M. G., "Utilização de zeólita preparada a partir de cinza residual de carvão como adsorvedor de metais em água", Química Nova, Vol. 25, N.º 6B, pp. 1081-1085, 2002.
- [2] INOUE, Y.; YAMAZAKI, H. and KIMURA, Y., "Studies on the Hydrated Niobium (V) Oxide Ion Exchange. I. A Method for Synthesis and Some Properties", Bull. Chem. Soc. Jpn., 58, p. 2481 - 2486, 1985

[3] NUNES, L. M.; AIROLDI, C., "Hidrogenofosfato de Titânio Lamelar: Síntese, Troca Iônica e Intercalação", *Química Nova*, Vol. 24, N.º 6, p. 799-807, 2001.

[4] SERAFIM, M. J.; NONO, M. C. A.; SILVA, M. L. C. P.; SILVA, G. L. P.; *Anais, 12º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais*, ÁGUAS DE LINDÓIA-SP, P105-112, DEZ. 1996.

[5] TAGLIAFERRO, G. V.; SILVA, M. L. C. P.; SILVA, G. L. J. P., PEREZ, E. A. C., "Estudo Comparativo dos Óxidos de Nióbio Hidratado Obtidos pela Precipitação Convencional e em Solução Homogênea", *Anais Assoc. Bras. Quím.*, 50(2), 83-87, 2001.

[6] TAGLIAFERRO, G. V., "Estudo das Variáveis de Preparação do Óxido de Nióbio (V) Hidratado para Utilização em Troca Iônica", Lorena, Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Faculdade de Engenharia Química de Lorena, p. 47-67, 2003.

[7] VOGEL, A. I. "Análise Química Quantitativa" 5ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1992.