

CENTRO UNIVERSITÁRIO DE BRASÍLIA - CEUB
PROGRAMA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

MARIA GABRIELA MARTINS BONFIM

Matrícula 21951465

**PROCESSO DE ADSORÇÃO SIMULTÂNEA DOS ÍONS Cu^{2+} , Zn^{2+} e Ni^{2+} EM MEIO
AQUOSO PELO ÓXIDO DE NIÓBIO(V)**

BRASÍLIA

2021

MARIA GABRIELA MARTINS BONFIM

Matrícula 21951465

**PROCESSO DE ADSORÇÃO SIMULTÂNEA DOS ÍONS Cu^{2+} , Zn^{2+} e Ni^{2+} EM MEIO
AQUOSO PELO ÓXIDO DE NIÓBIO(V)**

Relatório final de pesquisa de Iniciação Científica apresentado à Assessoria de Pós-Graduação e Pesquisa.

Orientação: Dra. Maria José de Souza Serafim

BRASÍLIA

2021

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus que sempre guia minhas escolhas e abençoa meu caminho, A minha família que sempre apoiou minha formação acadêmica.

E principalmente agradeço à Professora Dra. Maria José por ter me inspirado durante todo esse processo com seus ensinamentos e por ter me convidado para participar dessa pesquisa. Sou muito grata à professora e a todo o conhecimento que aprendi com ela.

A equipe técnica do LABOCIEN do campus da Asa Norte do UniCEUB, por toda a ajuda com os materiais utilizados nessa pesquisa.

Ao Centro Universitário de Brasília (UniCEUB) que proporcionou essa experiência maravilhosa que nunca esquecerei.

Agradecimento ao Dr. Kelson C. F. Faial do Instituto Evandro Chagas – Ananindeua/PA pela realização das análises por Espectroscopia de Emissão Ótica, que muito contribuíram para conclusão satisfatória dessa pesquisa.

RESUMO

Os metais pesados já existentes e que ajudam no equilíbrio dos ecossistemas vêm se acumulando em quantidades excessivas devido à ação antrópica no meio ambiente. Diversos estudos vêm sendo desenvolvidos com intuito de remover esses metais da Natureza, de modo que não afetem o meio ambiente e organismos vivos, e que seja um método eficiente e de baixo custo. Um processo de despoluição bastante utilizado na remoção de metais pesados em rejeitos aquosos é a adsorção, onde adsorventes, orgânicos e inorgânicos, são aplicados. Dentre os materiais, o óxido de nióbio(V) hidratado ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) pode ser utilizado como um adsorvente inorgânico, pois, apresenta propriedades adequadas e existe em abundância no Brasil. Diante do exposto, esse trabalho teve como finalidade avaliar a eficácia do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ como adsorvente frente aos íons metálicos Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} . Para tal, foram realizadas reações de adsorção para quantificar os íons de cobre(II), zinco(II) e níquel(II) que o óxido adsorve em condições pré-determinadas, de acordo com o planejamento fatorial. Os experimentos foram realizados em triplicata onde os parâmetros: massa do adsorvente, tempo de agitação e volume de solução multielementar contendo os íons, todos em dois níveis - 2^3 , resultaram em 8 experimentos. A solução multielementar apresentou pH ácido de 5,2. As reações foram preparadas de duas formas distintas: uma direta com o volume da solução multielementar e outra, completando o volume do meio reacional para 50 mL com água deionizada. Os resultados obtidos quanto ao percentual de íons adsorvidos de cada elemento, os quais variaram entre 63,30% e 91,32%. Observou-se nos 16 experimentos o cobre(II) foi o que apresentou maior adsorção pelo óxido de nióbio(V) hidratado. Os melhores percentuais de adsorção ocorreram nos experimentos com menor tempo de agitação e menor volume da solução multielementar e com maior massa do adsorvente para o cobre(II). A ordem de adsorção dos metais estudados foi: $\text{Cu} > \text{Ni} > \text{Zn}$. O quantitativo de íons adsorvidos foi satisfatório, o que favorece o desenvolvimento de pesquisas envolvendo reações de adsorção, utilizando-se óxido de nióbio(V) hidratado como adsorvente, para a remoção de outros metais poluentes do meio ambiente, visando assim uma melhor qualidade de ambientes aquáticos.

Palavras-chave: Óxido de nióbio(V) hidratado; Adsorção; Metais pesados

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO.....	5
1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	7
1.1. Metais pesados.....	7
1.1.1. Metais pesados e saúde.....	8
1.1.1.1. Cobre (Cu).....	9
1.1.1.2. Níquel (Ni).....	10
1.1.1.3. Zinco (Zn).....	11
1.2. Nióbio (Nb).....	12
1.2.1. Histórico do nióbio.....	12
1.2.2. Propriedades e aplicações do nióbio.....	12
1.2.3. Disponibilidade do nióbio.....	13
1.2.4. Óxido de Nióbio(V) Hidratado.....	14
1.3. Adsorção.....	15
1.3.1 Equilíbrio de adsorção.....	15
2. MATERIAL E MÉTODOS.....	16
2.1. Reagentes.....	16
2.2. Equipamentos.....	17
2.3. Vidrarias.....	17
2.4. Preparo de solução multielementar.....	17
2.5. Reações de adsorção.....	17
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	19
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	26
5. REFERÊNCIAS.....	27

INTRODUÇÃO

Com o rápido crescimento da população mundial e o consequente aumento na fabricação de produtos de primeira necessidade, a atividade industrial adquiriu um caráter essencial na sociedade contemporânea. Apesar da sua indiscutível importância, a atividade industrial costuma ser responsabilizada pela poluição ambiental causada por metais pesados, devido à descarga de resíduos sem qualquer tipo de tratamento. As principais fontes de poluição por metais pesados são provenientes dos efluentes industriais, da mineração e da lavoura (RODRIGUES et al., 2006; MOREIRA et al., 2012).

Em virtude desta situação, várias pesquisas têm sido desenvolvidas buscando alternativas tecnológicas capazes de diminuir o volume e a toxicidade dos efluentes industriais. A remoção de metais pesados presentes em efluentes industriais pode ser feita por meio de diversos processos físico-químicos tais como: coagulação, floculação, sedimentação, filtração, etc.(AGUIAR et al., 2002; MOREIRA et al., 2009). Embora todas essas técnicas sejam amplamente difundidas, o período de detenção é longo e são ineficientes para baixas concentrações de íons metálicos tóxicos (SAQUETO et al., 2010).

Em contrapartida, Francischetti (2004) sugere procedimento eficaz e versátil definido como adsorção, uma operação unitária que se vale da dinâmica entre uma fase fluida e uma sólida. Além disso, sua aplicabilidade pode ser efetuada por troca catiônica ou adsorção não específica, ambas são condicionadas pelas propriedades do metal (valência, grau de hidratação e coordenação com o oxigênio), pH, condições de oxirredução, natureza do adsorvente, das concentrações e propriedades de outros metais presentes, e da existência de ligantes solúveis (PINTO, 2005).

O carvão ativado tem se destacado entre os principais adsorventes em função do melhor desempenho para remover vários compostos orgânicos e agentes metálicos tóxicos oriundos de efluentes líquidos. Considera-se, contudo, um tratamento extremamente oneroso, pois para ser industrializados demanda projetos de alto investimento envolvendo ativação física em elevadas temperaturas e pressão, sob condições controladas (SANTIAGO et al. 2005).

A ação antrópica modifica fortemente o ambiente, seja de forma benéfica ou adversa (GASPAR, 2003). Tal fato pode ser atribuído ao crescente consumo e exploração de recursos

naturais como fósseis e minerais cujos processos de industrialização e mineração geram efluentes contendo íons metálicos pesados (MOREIRA, 2004).

Jimenez *et. al* (2004) afirmam que o Brasil detém uma produção anual de milhões de toneladas de resíduos industriais potencialmente nocivos. Todavia, somente parte desse material é submetido a tratamento enquanto o restante é indevidamente acondicionando em lixões e descartado diretamente em corpos d'água.

Estudos conduzidos por Oliveira (2018) demonstram que os metais presentes nos efluentes não-tratados são altamente móveis e bioacumulativos. Desse modo, representam uma ameaça potencial à saúde pública, à fauna e à flora, pois muitos são conhecidos pela natureza carcinogênica e tóxica.

Conforme Kieling (2009) os metais mais danosos são o alumínio, cromo, manganês, ferro, cobalto, níquel, cobre, zinco, cádmio, mercúrio e o chumbo. As emissões dessas substâncias são controladas por normas, definidas como Leis e Decretos, resultante de uma política ambiental exigente, na qual se tem buscado o estabelecimento de padrões de concentração cada vez menores para tais poluentes (VIEIRA, 2009).

Uma redução significativa dos íons metálicos do meio ambiente pode ocorrer mediante a utilização do método da adsorção, com o uso de adsorventes inorgânicos, uma vez que estes apresentam propriedades químicas adequadas, que propiciam a interação com os íons metálicos. Os óxidos hidratados de metais polivalentes ocupam uma importante posição entre os sorventes inorgânicos (SERAFIM, 1994), pois são praticamente insolúveis em água e a maioria deles apresenta estrutura rígida, sofrendo pouca dilatação ou contração quando imersos em solução aquosa, características necessárias para um bom desempenho como adsorvente em meios aquáticos (TAGLIAFERRO *et. al.*, 2005). Dentre os óxidos metálicos inorgânicos utilizados como trocador iônico pode ser destacado o óxido de nióbio(V) hidratado – $Nb_2O_5 \cdot nH_2O$.

Diante do exposto, o óxido de nióbio(V) hidratado representa um adsorvente adequado, pois o nióbio é disponível a baixo custo, visto que as reservas deste metal no Brasil são consideráveis. Sabe-se que a presença de íons de metais pesados torna a água inadequada para o consumo humano, é necessária sua remoção da maneira mais econômica possível. Em se tratando da incorporação que visam minimizar a poluição ambiental, este estudo torna-se bastante viável, principalmente devido ao baixo custo para implementá-la.

Neste contexto, o presente trabalho teve como objetivo geral avaliar a viabilidade do uso do óxido de nióbio(V) hidratado como adsorvente de baixo custo para a remoção de metais potencialmente tóxicos em solução aquosa e teve, como objetivos específicos, realizar revisão bibliográfica sobre o tema visando principalmente a questão ambiental; realizar as reações de adsorção conforme o planejamento fatorial proposto; verificar em que condições ocorrem melhor adsorção e conhecer a legislação atual sobre a poluição de meios aquosos causada por íons metálicos Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} .

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

1.1. Metais pesados

Acredita-se que os metais talvez sejam os agentes tóxicos mais conhecidos pelo homem. Há aproximadamente 2.000 anos A.C., grandes quantidades de chumbo eram obtidas de minérios, como subproduto da fusão da prata e isso provavelmente tenha sido o início da utilização desse metal pelo homem (SALGADO, 1996).

Os metais pesados ou elementos traço são os elementos químicos que não são encontrados naturalmente em nenhum organismo vivo. E os principais são: chumbo, mercúrio, cádmio, cromo, arsênio, manganês, níquel entre outros.

Os metais pesados são bem diferentes dos outros agentes tóxicos, porque não são sintetizados e nem destruídos pelo homem. Do ponto de vista da Química, eles são altamente reativos, o que torna mais difícil encontrá-los em estado puro na natureza. Habitualmente apresentam-se em concentrações pequenas, associados a outros elementos químicos, formando minerais em rochas. Porém, a atividade industrial diminuiu significativamente a permanência desses metais nos minérios, utilizando-os na produção de novos compostos, alterando dessa forma a sua distribuição pelo planeta.

Atualmente o progresso tecnológico depende significativamente da evolução do domínio dos metais, pois ele é utilizado em muitas construções no intuito de melhorar as condições de vida da sociedade moderna. Em transportes, estruturas e ferramentas são usadas grandes quantidades de ferro fundido e aço. Em quase todas as aplicações elétricas é utilizado cobre. À nossa volta observa-se uma crescente utilização de alumínio e de outros metais leves, como o titânio (BIANCHINI, *et al.*, 2007).

Porém, muitas pessoas não sabem que estes metais podem ser muito danosos à saúde dos seres vivos, quando estão em excesso no meio-ambiente.

1.1.1. Metais pesados e saúde

O descarte dos metais pesados no meio ambiente traz enormes problemas para os organismos vivos, pois contaminam os ecossistemas terrestres e aquáticos, além disso, são absorvidos pelos tecidos vegetais e animais, onde são bioacumulados. Esse processo provoca graves doenças. Quando chegam ao ambiente marinho, reagem com a água salgada, aonde parte desses poluentes sedimenta-se no leito desse ecossistema, representando um estoque permanente de contaminação para a fauna e flora aquática, o que acarreta na infecção das populações que dependem da pesca nesses locais.

O consumo habitual de água e alimentos – como peixes de água doce ou do mar – contaminados com metais pesados coloca em risco a saúde, principalmente das populações que moram em torno das fábricas de baterias artesanais, indústrias de cloro-soda que utilizam mercúrio, indústrias navais, siderúrgicas e metalúrgicas.

Todas as formas de vida são afetadas pela presença de metais pesados dependendo da dose e da forma química. Muitos metais são essenciais para o crescimento de todos os tipos de organismos, desde as bactérias até mesmo o ser humano, mas eles são requeridos em baixas concentrações, pois podem danificar sistemas biológicos (SALGADO, 1996).

As consequências dos efeitos tóxicos dos metais sempre foram consideradas como eventos de curto prazo, agudos e evidentes, porém atualmente, ocorrências a médio e longo prazo são observadas, e as relações causa-efeito são pouco evidentes e quase sempre subclínicas. A manifestação dos efeitos está associada à dose e pode distribuir-se por todo o organismo, afetando vários órgãos, alterando os processos bioquímicos, organelas e membranas celulares (BIANCHINI, *et al.*, 2007).

Na maioria das vezes esses efeitos são difíceis de serem distinguidos, pois podem ser provocados por outras substâncias tóxicas ou por interações entre esses agentes químicos. Estudos realizados por vários cientistas levam-nos a acreditar que pessoas idosas e as crianças são mais susceptíveis às substâncias tóxicas.

Este projeto tem como objetivo analisar o comportamento na adsorção em meio aquoso, de alguns metais pesados: cobre, níquel e zinco. Algumas características e efeitos desses metais sobre a saúde humana estão descritas a seguir.

1.1.1.1. Cobre (Cu)

Configura-se como vigésimo quinto elemento mais abundante da crosta terrestre e a principal fonte deste metal é o minério calcopirita (CuFeS_2), porém também é extraído de sulfetos Cu_2S , do carbonato básico $\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$ (malaquita) e os minérios com o arsênio Cu_3AsS_4 . Este metal possui propriedades que lhe confere caráter universal em diversas aplicações. Essas propriedades são a maleabilidade, a ductibilidade e a resistência à corrosão (SILVA, 2001).

Entre as indústrias que usam o cobre têm-se a indústria elétrica, que o utiliza devido a sua elevada condutividade, as indústrias de tubulações de água, por causa da sua inércia química. As indústrias de mineração e de metalurgia são as que geram a maior quantidade de efluentes contendo cobre (SILVA, 2001).

Pode-se dizer que é um elemento vital, sendo necessário à síntese da hemoglobina, uma pessoa adulta tem no organismo cerca de 100 mg deste metal. Embora pequenas quantidades de cobre sejam essenciais aos seres humanos, quantidades maiores são tóxicas. As necessidades diárias na alimentação humana são da ordem de 4 a 5 mg de cobre, e em animais a deficiência deste metal resulta na incapacidade de aproveitar o ferro armazenado no fígado, provocando, desta forma, anemia. A absorção do cobre em excesso pelo homem pode resultar no mal de Wilson, no qual o excesso de cobre é depositado no cérebro, ossos, pâncreas, miocárdio e fígado (BRITO, *et al.*, 2005).

A maioria do cobre despejado nos corpos d'água ocorre na forma de material particulado, é adsorvido pela matéria orgânica, pela argila ou pelos óxidos hidróxidos de ferro e manganês, e se deposita ou precipita nos sedimentos. A afinidade de ligação com estes componentes apresenta a seguinte ordem: óxido hidróxido de manganês > matéria orgânica > óxido hidróxido de ferro > aluminossilicatos > argila (HARRISON; BISHOP, 1984).

Segundo a Resolução do CONAMA nº 430 (2011), a qual dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as

condições e padrões de lançamento de efluentes, o limite máximo permissível de cobre presente em um efluente industrial para descarte é de $1,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (FERREIRA, 2019).

1.1.1.2. Níquel (Ni)

O níquel é um metal branco-prateado, dúctil, maleável e possui grande resistência mecânica à corrosão e à oxidação. É também um bom condutor de eletricidade e de calor. Pode ser encontrado em diversos minerais, em meteoritos e também no centro da Terra. A sua forma mais conhecida é o níquel(II).

Segundo Silva (2001) este metal é muito utilizado na sua forma pura para a proteção de peças metálicas, pois oferecer grande resistência à oxidação. Ele é aplicado também em ligas ferrosas e não-ferrosas para consumo no setor industrial, em material militar, em moedas, em transporte/aeronaves, em aplicações voltadas para a construção civil e em diversos tipos de aços especiais, altamente resistentes à oxidação, como os aços inoxidáveis, bem como em ligas para fabricar ímãs, em ligas elétricas, magnéticas e de expansão, ligas de alta permeabilidade, ligas de cobre-níquel e em outras ligas não-ferrosas.

O homem está exposto ao níquel através do ar que respira, da água ingerida e com a qual tem contato, do fumo dos cigarros, e ingerem-o diariamente em alimentos como cocos, alguns frutos secos, nabos, chocolate, gorduras e flocos de aveia que possuem altos níveis de níquel em sua constituição (SILVA, 2001).

O níquel é primordial a saúde do homem e de outros organismos vivos, porém em excesso pode causar sérios danos. Os efeitos iniciais da contaminação por níquel envolvem dores de cabeça frontais, vertigens, náuseas, vômitos, insônia, irritação do trato respiratório e, posteriormente, sintomas pulmonares semelhantes a uma pneumonia viral. As lesões pulmonares patológicas incluem hemorragias, edemas e desarranjo celular. O fígado, rins, glândula adrenal, baço e o cérebro também são afetados. O níquel e seus compostos ainda podem ser carcinogênicos quando suas concentrações são muito superiores às que o organismo consegue suportar.

Segundo a Resolução do CONAMA nº 430 (2011), a qual dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, o limite máximo permissível de níquel total presente em um efluente industrial para descarte é de $2,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

1.1.1.3. Zinco (Zn)

O zinco (do alemão *zinke* – dente) é um elemento comumente encontrado na natureza principalmente sob a forma de sulfetos, associado ao chumbo, cobre, prata e ferro (galena, calcopirita, argentita e pirita, dentre outros). O minério sulfetado de zinco está sujeito a grandes transformações na zona de oxidação formando óxidos, carbonatos e silicatos. As minerações ocorrem, principalmente, nas rochas calcárias que são as hospedeiras usuais (MEDEIROS, 2012). O zinco ocorre em ambientes aquáticos principalmente no estágio de oxidação +II. A adsorção é um processo dominante resultando no seu enriquecimento no material particulado suspenso e nos sedimentos.

Jesus (2001) ressalta que os principais minerais de zinco são a blenda ou esfalerita (ZnS), willemita (Zn₂SiO₄), smithsonita (ZnCO₃), calamina ou hemimorfita (2ZnO.SiO₂.H₂O), wurtzita (Zn,Fe)S, franklinita (Zn,Mn)Fe₂O₄, hidrozincita [2ZnO₃.3Zn(OH)₂] e zincita (ZnO), com destaque no caso do Brasil para os minérios calamina, willemita e esfalerita. Conforme, o mesmo autor, este metal é caracterizado como um metal de cor branco-azulada, forma cristalina hexagonal compacta, número atômico: 30, peso atômico: 65,38 u, massa específica (em 25°C): 7,14 g.cm⁻³, dureza: 2,5 (escala de Mohs), ponto de fusão: 419°C (à pressão de 760 mm de Hg) e ponto de ebulição: 920°C.

Medeiros (2012) afirma que a ação bioquímica do zinco é considerável: ele está presente em mais de 100 enzimas; ele intervém no funcionamento de certos hormônios; é indispensável à síntese das proteínas, à reprodução e ao funcionamento normal do sistema imunológico, auxiliando na cicatrização de ferimentos sendo importante para manter o equilíbrio ácido-base no organismo e manter em ordem as percepções de sabor e odor (PERES; KOURY, 2020).

Dias Júnior *et al.* (1998) citam em seu trabalho que a presença de zinco em concentrações próximas ou abaixo dos limites estabelecidos afetam a população microbiana do solo e em seus processos, como mineralização e fixação de N₂, e sobre as plantas, podem causar um decréscimo na quantidade de substratos liberados na região rizosférica.

Segundo a Resolução nº 430 do CONAMA (2011), o valor máximo admissível para o lançamento de efluentes contendo zinco total é 5,0 mg.L⁻¹.

1.2. Nióbio (Nb)

1.2.1. Histórico do nióbio

O elemento 41 da Tabela Periódica é chamado de colômbio no setor indústria dos EUA e de nióbio pelo resto do mundo. John Winthrop, um cientista e colecionador de rochas, descobriu, por volta de 1734, um mineral, o qual batizou de columbita $[(\text{Fe}, \text{Mn})(\text{Nb}, \text{Ta})_2\text{O}_6]$. Em 1753 esse mineral foi enviado ao Museu Britânico, onde, décadas mais tarde, Charles Hatchet, um químico, tentou analisar a composição do mineral. Hatchet encontrou um elemento ainda desconhecido, e nomeou-o colômbio. Junto a este elemento havia outro, que mais tarde, em 1802, o químico sueco A. G. Ekeberg, o identificou como tântalo, e o minério tantalita.

Em 1844, Heinrich Rose, produziu dois diferentes ácidos a partir dos minerais columbita e tantalita. Mais tarde, em 1950, a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC) finalmente adotou Nióbio como nome oficial do elemento 41 da tabela periódica (GREENWOOD, 1998; LOPES *et al.*, 2015).

O Brasil ocupa um importante papel na história do nióbio. Enquanto em 1801 foi celebrado como o ano da descoberta do elemento, o primeiro produto de fato comercializado, a liga ferro-nióbio, foi obtido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) no Brasil em 1975.

1.2.2. Propriedades e aplicações do nióbio

O nióbio é um metal refratário, possui cor cinza brilhante, mas em contato por um longo período com o ar passa a adquirir uma coloração azulada, é dúctil. Apresenta alto ponto de fusão (246° C), é maleável e resiste a altas temperaturas e à ação de ácidos. Suas propriedades químicas são muito semelhantes às do Tântalo, principalmente a alta resistência ao ataque das substâncias orgânicas e a corrosão por ácidos minerais (exceto o ácido fluorídrico) (SERAFIM, 1994).

O nióbio apresenta vários compostos químicos, mas o pentavalente é o mais estável e usado. São conhecidos também compostos em que o metal é di, tri e tetravalente sendo NbO_2 preto e NbO um pó cinza, que são formados quando Nb_2O_5 é reduzido pelo hidrogênio ou carbono (SERAFIM, 1994).

O metal é utilizado em maior escala na produção de aços especiais e superligas. O nióbio tem a função de “refinar”. Bastam apenas 400 gramas por tonelada para gerar aços mais leves e resistentes. O nióbio é vendido na forma da liga ferronióbio (com cerca de dois terços de teor de nióbio e um terço de ferro) e empregado em automóveis, turbinas de avião, gasodutos, navios, aparelhos de ressonância magnética, aceleradores de partículas, lentes e até piercings e bijuterias (BMS, 2020).

1.2.3. Disponibilidade de nióbio

O nióbio é encontrado em mais de 50 minerais, tais como niobita, niobita-tantalita, euxenita e pirocloro-microlita. O pirocloro é sem dúvida o mais importante, sendo responsável por 85% de suprimento mundial, sendo que o pirocloro brasileiro apresenta níveis bastante reduzidos de tântalo. Minerais que contêm nióbio geralmente possuem também o tântalo (SERAFIM, 1994).

No Brasil, a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) é portadora de mais de 90% das reservas de nióbio em atividades do mundo (SANTOS, *et al.*, 2017. Apesar de controlar 80% da oferta mundial, o Brasil não é o único país com reservas desse metal (BMS, 2020). Segundo dados da Agência Nacional de Mineração (ANM), além do Brasil, os outros dois países que participam do mercado global são o Canadá e Austrália. De acordo com os dados do Instituto Brasileiro de Mineração (IBRAM), existem 85 jazidas quantificadas no mundo, incluindo Canadá, Austrália, Rússia, Estados Unidos e diversos países da África (BMS, 2020).

A maior reserva de nióbio em operação do planeta, fica na cidade de Araxá, na região do Triângulo Mineiro e Alto Paranaíba. Só em Araxá, as reservas são estimadas em mais de 800 milhões de toneladas de minério, volume suficiente para garantir ainda mais de 100 anos de produção, mantida a atual demanda. Mas se forem considerados os depósitos minerários em rochas subterrâneas, a capacidade de exploração é estimada em mais de 400 anos (BMS, 2020).

Mas além das reservas de Araxá, há produção de nióbio em Goiás e em pequenas quantidades no Amazonas e em Rondônia, além de reservas não exploradas em áreas indígenas (BMS, 2020). Atualmente, o nióbio que é produzido em Minas Gerais pela CBMM,

é exportado para mais de 50 países, em maior potencial para atender empresas siderúrgicas (BMS, 2020).

A exploração é toda feita a céu aberto, sem uso de explosivos, apenas com escavadeiras. A mineração é apenas uma das 15 etapas necessárias para se chegar aos produtos finais, que também incluem processos de concentração, refino (para redução de teores de fósforo e chumbo) e metalurgia. Do material que é retirado do solo, apenas uma fração, da ordem de 2,5%, é nióbio. Para cada 1 tonelada de minério extraído da mina, são produzidos apenas 15 kg de ferronióbio. O restante é encaminhado para barragens de rejeitos. Por dia, são produzidas cerca de 300 toneladas de produtos finais que saem do complexo industrial de Araxá em sacas, latas e cilindros, que variam de 10 kg a 2 toneladas. Cerca de 90% de tudo o que é produzido, tem como destino o exterior.

De acordo com a ANM, no Brasil, as exportações de produtos associados ao nióbio movimentam por ano cerca de R\$ 2 bilhões, apesar de ser um valor muito abaixo, por exemplo, do minério de ferro, representando menos de 5% das vendas de substâncias metálicas para o exterior, o negócio tem se mostrado bastante lucrativo para a CBMM.

A CBMM afirma que fechará o ano de 2019 com uma produção recorde de 110 mil toneladas de nióbio, tendo como grandes desafios ampliar o mercado e o número de clientes pelo mundo e convencer mais clientes a adotarem um insumo que praticamente só é produzido no Brasil. Além da CBMM, os outros 2 produtores que atuam no mercado mundial são a canadense NIOBEC e chinesa CMOC, responsável pela extração de nióbio na mina de Catalão (GO) (BMS, 2020).

1.2.4. Óxido de Nióbio(V) Hidratado

O óxido de nióbio(V) hidratado ou “ácido nióbico” ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) apresenta grande estabilidade com relação à maior parte dos reagentes ácidos, exceto aos ácidos fluorídrico, sulfúrico concentrado e clorídrico, além de demonstrar uma grande eficiência para catalisar várias reações que ocorrem em presença de água, como as reações de desidratação e esterificação.

A sua capacidade de adsorção está relacionada com o tamanho e forma de cristais, técnica de precipitação, tipo e concentração do agente precipitante utilizado, pois esses parâmetros definem o tipo de estrutura física dos óxidos hidratados (grau de hidratação) e

consequentemente o comportamento de adsorvente. Com o aumento da temperatura de aquecimento a sua capacidade de adsorção decresce, e é transformado em material cristalino a altas temperaturas (TAGLIAFERRO; SILVA, 2003).

1.3. Adsorção

Talvez você estranhe o nome "adsorção" ao invés de "absorção". A diferença é proposital, porque a absorção é um fenômeno em que uma substância permeia o volume de outra (por exemplo, uma esponja absorve água), enquanto a adsorção é um fenômeno de superfície. A adsorção é importante em inúmeras situações no dia-a-dia (por exemplo, em filtros de carvão ativado) e na indústria (por exemplo, em catalisadores) (CARVALHO, 2006). A adsorção é uma operação que consiste na retenção, à superfície de um sólido, de partículas líquidas ou gasosas (fluido), devido a uma atração entre as moléculas da superfície do adsorvente e as do fluido.

Existem dois tipos principais de adsorção: física e química. A adsorção física é não-específica, rápida e reversível. O adsorbato encontra-se ligado à superfície somente por forças de Van der Waals ou forças eletrostáticas (forças dipolo-dipolo e forças de polarização, envolvendo dipolos induzidos), ou seja, as espécies químicas encontram-se fracamente ligadas e os calores de adsorção são baixos (FOUST et al., 1982). A adsorção química é específica e envolve a formação de um composto bidimensional, onde há transferência de elétrons, equivalente à formação de ligações químicas entre o adsorbato e a superfície do sólido, como por exemplo, quando gases entram em contato com superfícies metálicas limpas (SANTOS, 2003; TADINI, 2016). Na adsorção física podem formar-se camadas moleculares sobrepostas (GOMIDE, et al., 1980) e na adsorção química se forma uma única camada molecular adsorvida – monocamada.

1.3.1 Equilíbrio de adsorção

O equilíbrio de adsorção é geralmente um requisito essencial para obtenção de informações relevantes sobre projeto e análise de um processo de separação por adsorção. Quando uma determinada quantidade de um sólido, este comumente chamado de adsorvente ou adsorbente, entra em contato com um dado volume de um líquido contendo um soluto adsorvível, este chamado adsorbato ou adsorbato, a adsorção ocorre até que o equilíbrio

seja alcançado. Isto é, quando o adsorvato é colocado em contato com o adsorvente, as moléculas ou íons tendem a fluir do meio aquoso para a superfície do adsorvente até que a concentração de soluto na fase líquida (C_e) permaneça constante. Nesse estágio é dito que o sistema atingiu o estado de equilíbrio e a capacidade de adsorção do adsorvente (q_e) é determinada. Contudo, precisa-se saber como obter o valor das variáveis C_e e q_e . Para obter os valores de C_e , após o equilíbrio ser atingido, separa-se o adsorvente da solução utilizando um filtro de membrana, papel de filtro ou por centrifugação, e analisa-se a solução sobrenadante para determinar a concentração residual de adsorvato (C_e). Esta pode ser determinada por técnicas analíticas (dependendo do adsorvato utilizado) tais como cromatografia gasosa ou líquida, espectrometria no ultravioleta ou visível, espectrometria de absorção ou emissão ou outros meios adequados. Já para obter valores de q_e , deve-se fazer um balanço de massa, em que a quantidade de adsorvato no adsorvente deve ser igual à quantidade de adsorvato removido da solução.

2. MATERIAL E MÉTODOS

O primeiro semestre desse projeto de Iniciação Científica – PIC/PIBITI foi destinado a uma revisão bibliográfica, preparo das soluções, preparação da matriz do planejamento fatorial e realização das reações de adsorção.

2.1. Reagentes

Os reagentes químicos utilizados no desenvolvimento do trabalho estão descritos a seguir:

Os sais foram adquiridos da Dinâmica – Química contemporânea Ltda.

- Nitrato de cobre(II) trihidratado PA – $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
- Nitrato de níquel(II) hexahidratado PA – $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Nitrato de zinco hexahidratado PA – $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
- Óxido de nióbio(V) hidratado PA – $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

A ficha técnica apresentada pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração – CBMM mostra a composição química do óxido hidratado contendo 75,5% de Nb_2O_5 . A composição informada pelo fornecedor permitiu calcular a fórmula aproximada do óxido hidratado como: $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot 4,6\text{H}_2\text{O}$.

2.2. Equipamentos

Os equipamentos utilizados no desenvolvimento do trabalho estão listados a seguir:

- Balança analítica (precisão 0,01 g)
- Mesa de agitação – Shaker
- Medidor de pH
- Espectrometro de Emissão Ótica com Plasma Induzido (ICP OES), modelo Vista-MPX CCD simultâneo (Varian, Mulgrave, Austrália), configuração axial e equipado com um sistema de amostragem automático (SPS - 5). O controle das condições operacionais do ICP OES foi realizada com o software ICPEXpert Vista”, pelo Departamento de meio Ambiente/ Instituto Evandro Chagas – Ananindeua/PA.

2.3. Vidrarias

Vidrarias comuns e outros materiais de laboratório foram utilizados:

- Balão volumétrico – 1 litro
- Bécker – volumes variados
- Erlenmeyer – 125 mL
- Balão volumétrico – 1 litro
- Espátulas

O trabalho experimental foi desenvolvido seguindo os passos a seguir:

2.4. Preparo da solução multielementar

- Preparar uma solução estoque de $1000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, contendo os íons estudados: Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} , a partir dos respectivos sais em água deionizada, cujo pH da solução estoque em torno de 5,0.

2.5. Reações de adsorção

- Utilizar o método de planejamento fatorial de experimentos tecnológicos (CERRINI; BOAS, 1992) a 2 níveis e 3 variáveis, que resultou oito experimentos. As variáveis avaliadas foram: a) tempo de agitação; b) massa do adsorvente; c) volume da solução multielementar, de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 – Variáveis das soluções de diluição.

Variáveis	Código	Nível inferior (-)	Nível superior (+)
Massa do Trocador (mg)	A	500	1.500
Tempo de Agitação (min.)	B	30	50
V da solução multielementar (mL)	C	20	40

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 2 – Matriz de bloco de 8 experimentos para o planejamento fatorial.

Experimentos	Variável – A	Variável – B	Variável – C	Notação
1	—	—	—	1
2	+	—	—	a
3	—	+	—	b
4	—	—	+	c
5	+	+	—	ab
6	+	—	+	ac
7	—	+	+	bc
8	+	+	+	abc

Fonte: Elaborada pela autora

- Realizar as reações de adsorção de acordo com o planejamento fatorial proposto.
- Preparar os oito experimentos, um de cada vez, conforme a Tabela 2, sem completar o volume da solução para 50 mL, e, posteriormente preparar similarmente os oito experimentos, também de acordo com a Tabela 2, completando o volume da solução para 50 mL, com água deionizada.
 - Em cada experimento da Tabela 2, preparar as soluções em erlenmeyer de 125 mL, com o volume da solução multielementar e adicionar a massa correspondente do adsorvente ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), conforme os valores determinados na Tabelas 1;
 - Submeter as soluções preparadas em erlenmeyer, de cada experimento, à agitação em uma mesa de agitação (shaker), pelo tempo determinado de acordo com a Tabela 1;
 - Prepara cada experimento em triplicata;

- Em seguida, filtrar as soluções e analisar os filtrados em um Espectrofotômetro de Emissão Ótica com Plasma Induzido (ICP OES), para quantificar os íons adsorvidos de cada elemento químico estudado – Cu, Ni e Zn. As análises foram realizadas em ambiente inerte com gás argônio.
- Pela diferença entre a concentração de íons de cada elemento presentes na solução inicial (C_i) (conhecida) e a concentração de íons presentes ao final da reação (C_e) (encontrados na leitura do espectrofotômetro), quantificar os íons Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} adsorvidos pelo óxido de nióbio hidratado, conforme a Equação (1);

$$\%Adsorvido = \left(\frac{C_i - C_{eq}}{C_i} \right) \cdot 100\% \quad (\text{Eq. 1})$$

- Interpretação dos resultados utilizando-se um modelo estatístico simples;
- Analisar os resultados encontrados em cada experimento e avaliar as condições da melhor adsorção.

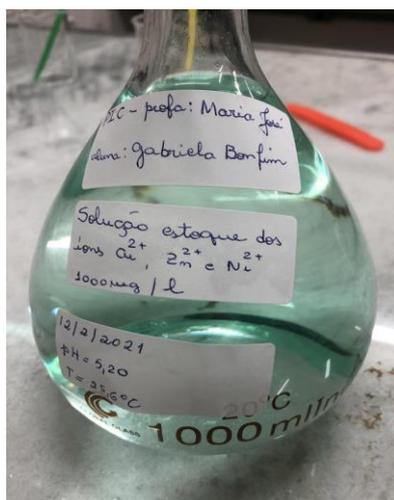
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Iniciou-se a parte experimental preparando a solução estoque multielementar, em um balão volumétrico de 1 litro, Figura 1, na concentração 1000 mg de cada íon/litro solução, contendo os íons estudados, Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} , a partir dos respectivos sais hidratados em água deionizada.

Seguem-se os dados na preparação da solução estoque:

Substância	Fórmula molecular	Quantidade
Nitrato de cobre(II) trihidratado	$Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$	1288,5 mg
Nitrato de níquel(II) hexahidratado	$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	1591,7 mg
Nitrato de zinco hexahidratado	$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	1570,8 mg
Água deionizada	H_2O	Completar 1 litro de solução

Figura 1: Solução estoque



Fonte: Elaborada pela autora

Após o preparo da solução estoque fez-se a diluição 1:10 preparando-se assim uma solução multielementar, na concentração 100 mg de cada íon/litro de solução. Utilizando-se um aparelho medidor de pH, verificou-se o pH em 5,2, bem próximo do estabelecido para o experimento. Desta forma, decidiu-se manter este pH na realização das reações de adsorção.

Em seguida, preparou-se os 8 experimentos, seguindo o planejamento fatorial, Tabelas 1 e 2, cada em um erlenmeyer de 125 mL. Cada experimento foi preparado em triplicata, conforme mostra a Figura 2, tendo como finalidade minimizar erros laboratoriais. Resultou em 48 amostras, uma vez que se realizaram as reações de duas maneiras, a primeira utilizando direto com o volume de solução da Tabela 1 e, a segunda completando o volume da Tabela para 50 mL com água deionizada.

Figura 2: Preparo dos experimentos para as reações de adsorção.



Fonte: Elaborada pela autora

Em seguida, levaram-se os enlarmeyers com as soluções para a mesa de agitação (Shaker), Figura 3, pelos tempos de 30 e 60 minutos, de acordo com as Tabelas 1 e 2. Após a agitação, as soluções foram filtradas, cada uma delas em um frasco individual, devidamente identificado, como mostra a Figura 4.

Figura 3: Agitação das reações de adsorção no Shaker.



Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 4: Filtração das reações de adsorção.



Fonte: Elaborada pela autora

Posteriormente os filtrados foram analisados por Espectrofotometria de Emissão Ótica com Plasma Induzido, em ambiente inerte com gás argônio, para quantificar os íons presentes em cada solução após a reação de adsorção e, assim quantificar os íons adsorvidos de cada elemento pelo adsorvente em estudo.

A Espectrofotometria é um método utilizado para quantificar os íons presentes em uma solução, nessa pesquisa os íons de Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} .

No Relatório de Análises enviado pelo Instituto Evandro Chagas, apresentou a massa (em mg) de cada elemento presente em cada uma das 48 amostras. A partir desses resultados foi

possível calcular a massa média de cada experimento realizado em triplicata, e posteriormente calcular pela Equação 2, a concentração final (no equilíbrio) de cada íon, para os 16 experimentos.

$$C_{eq} = \frac{m}{M.V} \quad (Eq. 2)$$

Onde: C_{eq} – Concentração final (no equilíbrio) (mol/L)

M – Massa média em cada experimento (g)

M – Massa molar para cada íon (g/mol)

V – Volume da solução (L)

As Tabelas 3, 4 e 5 apresentam os resultados encontrados de cada íon, para os experimentos onde o volume da solução multielementar não foi completado para 50 mL com água deionizada, ou seja, usou-se direto o volume da solução contendo os íons, 20 e 40 mL, conforme a Tabela 1.

Tabela 3: Resultados da reação de adsorção para o íon Cu^{2+} .

Experimento	Massa inicial de Cu^{2+} (mg)	Volume utilizado de solução multielementar (mL)	Concentração inicial Cu^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Concentração final Cu^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Íons adsorvidos (%)	Mols de íons Cu^{2+} adsorvidos (mol). 10^{-3}
1	2,00	20	1,58	0,190	87,97	1,39
2	2,00	20	1,58	0,137	91,32	1,44
3	2,00	20	1,58	0,226	85,70	1,35
4	4,00	40	1,58	0,290	81,65	1,29
5	2,00	20	1,58	0,178	88,70	1,40
6	4,00	40	1,58	0,233	85,25	1,35
7	4,00	40	1,58	0,324	79,49	1,26
8	4,00	40	1,58	0,241	87,75	1,34

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 4: Resultados da adsorção para o íon Ni^{2+} .

Experimento	Massa inicial de Ni^{2+} (mg)	Volume utilizado de solução multielementar (mL)	Concentração inicial Ni^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Concentração final Ni^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Íons adsorvidos (%)	Mols de íons Ni^{2+} adsorvidos (mol). 10^{-3}
1	2,00	20	1,703	0,418	75,45	1,285
2	2,00	20	1,703	0,421	75,27	1,282
3	2,00	20	1,703	0,493	71,05	1,210
4	4,00	40	1,703	0,519	69,52	1,184
5	2,00	20	1,703	0,481	71,75	1,222
6	4,00	40	1,703	0,498	70,75	1,205
7	4,00	40	1,703	0,537	68,46	1,166
8	4,00	40	1,703	0,521	69,41	1,182

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 5: Resultados da adsorção para o íon Zn^{2+} .

Experimento	Massa inicial de Zn^{2+} (mg)	Volume utilizado de solução multielementar (mL)	Concentração inicial Zn^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Concentração final Zn^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Íons adsorvidos (%)	Mols de íons Zn^{2+} adsorvidos (mol). 10^{-3}
1	2,00	20	1,53	0,380	75,16	1,150
2	2,00	20	1,53	0,403	73,66	1,127
3	2,00	20	1,53	0,473	69,08	1,057
4	4,00	40	1,53	0,498	67,45	1,032
5	2,00	20	1,53	0,464	69,67	1,066
6	4,00	40	1,53	0,476	68,89	1,054
7	4,00	40	1,53	0,516	66,27	1,014
8	4,00	40	1,53	0,497	67,52	1,033

Fonte: Elaborada pela autora

Ao analisar os resultados, concluiu-se que maior número de mols de íons de Cu^{2+} foram adsorvidos no experimento 2, com adsorção 91,32% de íons que corresponde a $1,44.10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($1,58.10^{-3}$ mols). O experimento 1 apresentou uma adsorção de 75,27% de íons Ni^{2+} que corresponde a $1,285.10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($1,703.10^{-3}$ mols) e 75,16% de íons Zn^{2+} que corresponde a $1,150.10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($1,53.10^{-3}$ mols). Entretanto, o íon Cu^{2+} obteve os maiores valores quanto a esse processo de adsorção.

Com estes dados pode-se concluir que as condições utilizadas no experimento 2 foi o mais eficiente para adsorver os íons metálicos Cu^{2+} presentes na solução multielementar e, para os íons Ni^{2+} e Zn^{2+} , o experimento 1 apresentou melhores resultados.

As Tabelas 6, 7 e 8 apresentam os resultados encontrados para os experimentos onde a solução multielementar que foi completada com 50 mL de água deionizada.

Tabela 6: Resultados da adsorção para o íon Cu^{2+}

Experimentos	Massa inicial de Cu^{2+} (mg)	Volume de solução multielement (mL)	Volume de H_2O adicionada (mL)	Volume total de solução (mL)	Conc.inic. Cu^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Conc. final Cu^{2+} (mol/L). 10^{-3}	Percentual de íons adsorv. (%)	Mols de íons Cu^{2+} adsorv. (mol). 10^{-3}
1	2,0	20,0	30,0	50,0	0,63	0,078	87,62	0,552
2	2,0	20,0	30,0	50,0	0,63	0,057	90,95	0,573
3	2,0	20,0	30,0	50,0	0,63	0,077	87,78	0,553
4	4,0	40,0	10,0	50,0	1,26	0,241	80,87	1,019
5	2,0	20,0	30,0	50,0	0,63	0,063	90,00	0,567
6	4,0	40,0	10,0	50,0	1,26	0,202	83,97	1,058
7	4,0	40,0	10,0	50,0	1,26	0,261	79,28	0,999
8	4,0	40,0	10,0	50,0	1,26	0,208	83,49	1,052

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 7: Resultados da adsorção para o íon Ni²⁺

Experi- mentos	Massa inicial de Cu ²⁺ (mg)	Volume de solução multielement (mL)	Volume de H ₂ O adiciona da (mL)	Volume total de solução (mL)	Conc.inic. Cu ²⁺ (mol/L) 10 ⁻³	Conc. final Cu ²⁺ (mol/L).10 ⁻³	Percentu al de íons adsorv. (%)	Mols de íons Cu ²⁺ adsorv. (mol).10 ⁻³
1	2,0	20,0	30,0	50,0	0,68	0,185	72,79	0,495
2	2,0	20,0	30,0	50,0	0,6	0,175	74,26	0,505
3	2,0	20,0	30,0	50,0	0,68	0,186	72,64	0,494
4	4,0	40,0	10,0	50,0	1,36	0,406	70,14	0,954
5	2,0	20,0	30,0	50,0	0,68	0,190	72,05	0,490
6	4,0	40,0	10,0	50,0	1,36	0,406	70,14	0,954
7	4,0	40,0	10,0	50,0	1,36	0,409	69,92	0,951
8	4,0	40,0	10,0	50,0	1,36	0,407	70,07	0,953

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 8: Resultados da adsorção para o íon Zn²⁺

Experi- mentos	Massa inicial de Cu ²⁺ (mg)	Volume de solução multielement (mL)	Volume de H ₂ O adiciona da (mL)	Volume total de solução (mL)	Conc.inic. Cu ²⁺ (mol/L) 10 ⁻³	Conc. final Cu ²⁺ (mol/L).10 ⁻³	Percentu al de íons adsorv. (%)	Mols de íons Cu ²⁺ adsorv. (mol).10 ⁻³
1	2,0	20,0	30,0	50,0	0,61	0,187	69,44	0,425
2	2,0	20,0	30,0	50,0	0,61	0,163	73,36	0,449
3	2,0	20,0	30,0	50,0	0,61	0,175	71,41	0,437
4	4,0	40,0	10,0	50,0	1,22	0,388	63,30	0,836
5	2,0	20,0	30,0	50,0	0,61	0,180	70,58	0,432
6	4,0	40,0	10,0	50,0	1,22	0,390	68,14	0,834
7	4,0	40,0	10,0	50,0	1,22	0,395	67,73	0,829
8	4,0	40,0	10,0	50,0	1,22	0,394	67,81	0,830

Fonte: Elaborada pela autora

Observando-se os dados das Tabelas 6, 7 e 8, pode-se concluir que maior número de mols de íons de Cu²⁺, Zn²⁺ e Ni²⁺ foram adsorvidos no experimento 2, com adsorção 90,95% de íons Cu²⁺ que corresponde a $0,574 \cdot 10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($0,63 \cdot 10^{-3}$ mols); 74,26% de íons Ni²⁺ que corresponde a $0,505 \cdot 10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($0,68 \cdot 10^{-3}$ mols) e 73,36% de íons Zn²⁺ que corresponde a $0,449 \cdot 10^{-3}$ mols dos íons inicialmente em solução ($0,61 \cdot 10^{-3}$ mols).

Semelhante aos resultados obtidos nas primeiras reações de adsorção, as condições aplicadas no experimento 2 foram o mais eficientes para adsorver os íons metálicos presentes na solução multielementar. No experimento 2 usou-se maior massa do adsorvente – 1500 mg de óxido de nióbio(V) hidratado, menor tempo de agitação – 30 min e menor volume de solução padrão multielementar. Observa-se também que praticamente não

houve alteração nos teores de íons adsorvidos nos dois procedimentos adotados, ou seja, a quantidade de íons adsorvidos manteve-se adicionando água deionizada ou não ao meio reacional.

Entretanto, os dados mostraram que se utilizando maior massa do adsorvente, o óxido de nióbio(V) hidratado, a adsorção de todos os três íons metálicos estudados se tornou mais eficiente.

Sabe-se da literatura que o óxido de nióbio(V) hidratado é amorfo (estrutura interna sem regularidade) com significativos valores de área superficial e volume de poros (SERAFIM, 1994), conseqüentemente apresenta grande área de contato das partículas com solução multielementar.

Segundo Arruda (2003), o íon com maior raio iônico e conseqüentemente menor raio de hidratação são preferencialmente adsorvidos sempre quando presentes isoladamente em solução. Os íons de menor raio iônico, ou seja, maior raio hidratado interage com moléculas de água sendo menos adsorvidos (MOREIRA, 2012).

Dentre os metais estudados, o cobre(II) apresenta o maior raio iônico (87 pm) e por isso foi o metal que apresentou maior adsorção.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Diante dos objetivos dessa pesquisa, os estudos relacionados em avaliar a viabilidade do óxido de nióbio(V) hidratado com adsorvente de baixo custo para a remoção de metais tóxicos em solução aquosa, obteve os resultados esperados e satisfatórios.

Os íons estudados obtiveram significativos percentuais de adsorção, sendo o Cu^{2+} , obteve o maior o dentre eles.

A ordem decrescente de adsorção foi $\text{Cu}^{2+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Zn}^{2+}$.

Conclui-se que, tanto para os experimentos que completaram a solução até 50 mL com água deionizada quanto aqueles que não completaram, alcançaram satisfatórios percentuais de adsorção com os íons de cobre(II), níquel(II) e zinco(II).

O experimento 2 apresentou melhores resultados e utilizou maior massa do adsorvente, menor tempo de agitação e menor volume de solução multielementar.

Fica comprovada eficiência da metodologia proposta nesta pesquisa, de utilizar diretamente o óxido de nióbio(V) hidratado no processo de adsorção de íons Cu^{2+} , Ni^{2+} e Zn^{2+} em meios aquosos.

5. REFERÊNCIAS

- AGUIAR, M. R. M. P.; NOVAES, A. C.; GUARINO, A. W. S. *Remoção de metais pesados de efluentes industriais por aluminossilicatos*. Química Nova, São Paulo, v. 25, no. 6b, 2002.
- ARRUDA, M. A. Z. *Materiais naturais empregados como sorventes no tratamento de efluentes: perspectivas e aplicações*. VIII Encontro Nacional sobre Métodos dos Laboratórios da EMBRAPA. Jaguariúna – São Paulo, 2003.
- BIANCHINI, L.; BARENHO, P.; GARCIA, T. *Contaminação Ambiental por Metais Pesados*. São Paulo: Colégio Marista São Francisco, p. 16, 2007.
- BMS – Brasil Mining Site. Disponível em: <<https://brasilminingsite.com.br/producao-recorde-de-niobio-em-2019-posiciona-o-brasil-como-lider-mundial-neste-tipo-de-exploracao/>> Acesso em: 17 maio 2020.
- BRITO, J. C. F.; COUTINHO, M. A. P.; ALMEIDA, H. J. F.; NÓBREGA, P. V. *Doença de Wilson: Diagnóstico clínico e sinais das “faces dopanda” à ressonância magnética*. João Pessoa, Arq Neuropsiquiatr, v. 61, p.176-179, 2005.
- CARVALHO, J. C. *Diferentes interações entre moléculas*. Paraná: Departamento de Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia. Universidade Federal do Paraná. 2006.
- CERRINI, R.; BOAS, V. *La importância del metodo en la investigacion tecnológica*. CETEM CNPq, 1992.
- CONAMA, MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE, Resolução No 430, de 13 de maio de 2011
- DIAS JÚNIOR, H. E.; MOREIRA, F. M. S.; SIQUEIRA, J. O.; SILVA, R. *Metais pesados, densidade e atividade microbiana em solos contaminados por rejeitos de indústria de zinco*. Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 22, p. 631-640, 1998.
- FERREIRA, S. C. P.; GAVAZZI, R. M.; D’AMELIO, M. T. S. *Adsorção de Cobre em meio líquido pela casca de banana*. Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento. Ano 04, Ed. 08, Vol. 04, pp. 98-118. Agosto de 2019. ISSN: 2448-0959.
- FOUST, S.A. et al. *Princípios de Operações Unitárias*. 2ª ed., Rio de Janeiro, LTC, 1982.
- FRANCISCHETTI, J. *Remoção de metais pesados em efluentes líquidos através da filtração adsortiva*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, p. 91, 2004.
- GASPAR, A. T. F. S. *Bioadsorção de cromo em algas marinhas utilizando coluna extratora*. Campinas Dissertação de Mestrado em Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, p. 145, 2003.

GOMIDE, R. Operações Unitárias. São Paulo: Edição do autor, 1980.

GREENWOOD, N. N.; EARNSHAW, A. Chemistry of Materials, ed. Butterworth-Heinemann: Oxford, 1988.

HARRISON, F. L.; BISHOP, O. J. *A review of the impact of copper released into freshwater environments*. UCRL – 53488, National Technical Information Service, Springfield, Virginia, 1984.

JESUS, C. A. G. *Zinco Balanço Mineral Brasileiro*. 2001. p. 15, 2001.

JIMENEZ, R. S.; DAL BOSCO, S. M.; CARVALHO, W. A. *Remoção de metais pesados de efluentes aquosos pela zeólita natural escolecita – influência da temperatura e do pH na adsorção em sistemas monoelementares*. Revista Química Nova. São Paulo, v. 57, p. 734-738, 2004.

KIELING, A. G. *Influência da segregação no desempenho de cinzas de casca de arroz como pozolanas e material adsorvente*. São Leopoldo, 130 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Química – Universidade Estadual de Campinas, p. 130, 2009.

LOPES, O. F.; MENDONÇA, V. R.; SILVA, F. B. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. *Óxidos de nióbio: uma visão sobre a síntese do Nb₂O₅ e sua aplicação em fotocatalise heterogênea*. Química Nova, v. 38, no. 1, p. 106-117, 2015.

MEDEIROS, M. A. *Elemento químico Zinco*. São Paulo, Revista Química Nova na Escola, v. 34, p. 159-160, 2012.

MOREIRA, C. S. *Adsorção competitiva de cádmio, cobre, níquel e zinco em solos*. Dissertação de Mestrado em nutrição de plantas – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, p. 108, 2004.

MOREIRA, S. A.; SOUSA, F. W.; OLIVEIRA, A. G.; NASCIMENTO, R. F.; BRITO, E. S. *Remoção de metais de solução aquosa usando bagaço de caju*. Química Nova, São Paulo, v. 32, no. 7, p. 1717-22, 2009.

MOREIRA, D. A.; SOUZA, J. R.; REIS, E.; GARIGLIO, H. A.; REIS, C. *Estudo da adsorção simultânea de cobre, níquel e zinco por vermicomposto utilizando planejamento fatorial*. Engenharia Ambiental, Espírito Santo de Pinhal, v. 9, no. 2, p. 216-227, 2012.

OLIVEIRA, Y. R. *Estudo da adsorção de Cu(II) utilizando biocarvões de palha de café conilon*. Centro de Ciências Exatas, Naturais e da Saúde da Universidade Federal do Espírito Santo, Dissertação de Mestrado em Agroquímica, Alegre/ES, 2018.

PERES, P. M.; KOURY, J. C. *Zinco, imunidade, nutrição e exercício*. Disponível em: http://www.nutricao.uerj.br/revista/v1n1/art_1.htm. Acesso em: 04/2020.

PINTO, A. C. *Estudo da estabilização por solidificação de metais pesados*. Tese de Doutorado em Engenharia Química – Escola Politécnica – USP, São Paulo, p. 229, 2005.

RODRIGUES, R. F.; TREVENZOLI, R. L.; SANTOS, L. R. G.; LEÃO, V. A.; BOTARO, V. R. *Adsorção de metais pesados em serragem de madeira tratada com ácido cítrico*. Revista Engenharia Sanitária e Ambiental. Rio de Janeiro, v. 11, p. 21- 26, 2006.

SALGADO, P. E. T. *Toxicologia dos metais*. In: OGA, S. Fundamentos de toxicologia. São Paulo, cap. 3.2, p. 154-172, 1996.

SANTIAGO, B. H. S.; FRANÇA, G. H. C.; FERNADES, R.; SELVAM, P. V. P. *Estudo de viabilidade tecnoeconômica preliminar para produção de carvão ativado no Brasil a partir dos resíduos do coco: estudo comparativo de cenários de produção*. Revista Analytica. Rio de Janeiro, v. 17, p. 52-55, 2005.

SANTOS, M. A. S. *Isoterma de Adsorção*. Santa Maria: Departamento de Física. Universidade Federal de Santa Maria. 2003.

SANTOS, D. P. B.; SILVA, C. T.; ALBUQUERQUE, R. V. T. *Preparação e caracterização do óxido de nióbio a partir do ácido nióbico ($Nb_2O_5 \cdot nH_2O$) por decomposição térmica direta*. Exatas on Line, v. 8, no. 2, p. 1-8, 2017.

SAQUETO, K. C.; SALVADORA, N. N. B.; BATTISTI, M. V.; MACHADO, A. M. *Estudo da remoção de Cd^{2+} , Cr^{3+} e Pb^{2+} de soluções aquosas empregando a zeólita natural escolécita: uma abordagem cinética e termodinâmica*. Revista Augmdomus. Montevideo, v. 2, p.49 - 59, 2010.

SERAFIM, M. J. S. *Obtenção e caracterização do hidróxido de nióbio(V) como trocador iônico*. Faculdade de Engenharia Química de Lorena - FAENQUIL, Dissertação de Mestrado, Departamento de Materiais – DEMAR, Lorena/SP, p 1, 6 e 28, 1994.

SILVA, C. S. *Níquel. Balanço Mineral Brasil*. 2001.

TADINI, C. et al. *Operações Unitárias na Indústria de Alimentos*. Rio de Janeiro, RJ. LTC, v 2, 23 c, 2016.

TAGLIAFERRO, G. V.; SILVA, M. L. C. P. *Estudo de variáveis no processo de preparação do óxido de nióbio(V) hidratado para utilização em troca iônica*. Química Nova, p. 14, 2003.

TAGLIAFERRO, G. V.; SILVA, M. L. C. P.; SILVA, G. L. J. P. Química Nova, v. 2, p. 28, 2005.

VIEIRA P. M. C. *Utilização de materiais de baixo custo (cascas de camarão) para a remoção de crômio*. Bragança, Dissertação de Mestrado em Engenharia Química – Instituto Politécnico de Bragança, p. 92, 2009.