



SÍNTESE E AVALIAÇÃO FOTOCATALÍTICA DE COMPÓSITOS Nb_2O_5 /BIOCHAR OBTIDOS A PARTIR DE DIFERENTES RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS

Cátia L. Ücker¹; Suelen R. Almeida¹; Débora D. Ribes¹; Rita E. Ferreira¹; Sergio S. Cava¹; Cristiane W. Raubach¹; Mateus M. Ferrer¹

¹Universidade Federal de Pelotas
catiaucker@gmail.com

Palavras-Chave: Biochar, Pentóxido de nióbio, Fotocatálise heterogênea

Introdução

O crescimento populacional, a expansão industrial e o aumento do consumo de produtos químicos têm contribuído para a intensificação da contaminação dos recursos hídricos por compostos orgânicos, como corantes, fármacos e pesticidas (Lu et al., 2026). Muitos desses contaminantes apresentam elevada estabilidade química e resistência aos processos convencionais de tratamento de efluentes, tornando necessária a busca por tecnologias mais eficientes, sustentáveis e ambientalmente seguras para sua remoção (Lyu et al., 2026).

Nesse contexto, a fotocatálise heterogênea tem se destacado como uma tecnologia avançada de oxidação capaz de promover a degradação e, em alguns casos, a mineralização completa de poluentes orgânicos por meio da geração de espécies reativas de oxigênio induzidas pela incidência de radiação sobre materiais semicondutores (Beg et al., 2025). Entre os diversos semicondutores estudados, o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) apresenta características promissoras, como elevada estabilidade química e fotoquímica, baixa toxicidade, boa resistência à corrosão, custo relativamente baixo e elevada capacidade de geração de espécies oxidantes sob irradiação ultravioleta (Fidelis et al., 2025; Ücker et al., 2025). Além disso, o Brasil concentra uma das maiores reservas mundiais de nióbio, tornando esse material estratégico para o desenvolvimento de tecnologias nacionais.

Apesar das vantagens, o Nb_2O_5 na forma particulada pode apresentar limitações relacionadas à aglomeração das partículas e à rápida recombinação dos pares elétron-lacuna fotoinduzidos, fatores que reduzem sua eficiência fotocatalítica (Ücker et al., 2023). Uma estratégia amplamente investigada para minimizar essas limitações consiste na utilização de materiais carbonáceos como suporte, favorecendo maior dispersão do semicondutor, aumento da área superficial disponível para reação e melhor separação das cargas fotoinduzidas (Ücker et al., 2023).

Entre esses materiais, o biochar tem recebido crescente atenção devido à sua obtenção a partir da pirólise de resíduos lignocelulósicos, representando uma alternativa sustentável para a valorização de resíduos agroindustriais (Dhiman et al., 2025; Bratovčić et al., 2024). Dependendo da biomassa precursora e das condições de pirólise, o biochar pode apresentar diferentes características estruturais, texturais e químicas, influenciando diretamente sua interação com o semicondutor e, consequentemente, seu desempenho em processos fotocatalíticos (Dhiman et al., 2025). Além de atuar como suporte, o biochar pode aumentar a



adsorção dos poluentes, facilitar a transferência de elétrons e contribuir para a redução da recombinação das cargas fotoinduzidas, potencializando a atividade fotocatalítica do material compósito (Vasconcelos et al., 2025).

Embora diversos estudos relatem a utilização de biochar associado a semicondutores, ainda são escassos os trabalhos que investigam de forma comparativa a influência da biomassa precursora sobre as propriedades de compósitos Nb_2O_5 /biochar. Dessa forma, este trabalho teve como objetivo sintetizar compósitos de Nb_2O_5 suportados em biochars obtidos a partir de diferentes resíduos agroindustriais e avaliar a influência da biomassa nas propriedades estruturais, ópticas e fotocatalíticas dos materiais.

Material e Métodos

Obtenção dos biochars

Os biochars foram produzidos a partir de diferentes resíduos agroindustriais, incluindo sementes de mamão (SM-Nb), serragem (S-Nb), borra de café (BC-Nb) e erva-mate (EM-Nb). As biomassas foram previamente secas, trituradas e submetidas à pirólise rápida em reator tubular, utilizando uma taxa de aquecimento de $80^\circ\text{C min}^{-1}$ até 500°C , com tempo de permanência de 10 minutos. Após o resfriamento à temperatura ambiente, os biochars obtidos foram macerados em almofariz e peneirados para padronização do tamanho das partículas.

Síntese dos compósitos Nb_2O_5 /biochar

Os compósitos foram obtidos por meio da impregnação dos biochars com pentóxido de nióbio utilizando oxalato amoniacal de nióbio (Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração – CBMM) como precursor. Inicialmente, 4g do precursor foi dissolvido em peróxido de hidrogênio na proporção molar Nb_2O_5 de 1:10, formando um complexo peroxoniobato. Em seguida, foram adicionados 1 g de biochar à solução precursora, mantendo-se a suspensão sob agitação por 10 minutos para favorecer a impregnação do óxido na superfície carbonácea. Posteriormente, a suspensão foi transferida para um reator hidrotérmico de Teflon e submetida à síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (MAH), empregando temperatura de 140°C durante 15 minutos, com taxa de aquecimento de 10°C/min . Após o resfriamento, os materiais foram secos em estufa a 70°C por 24 horas.

Caracterização dos materiais

Os compósitos sintetizados foram caracterizados por difração de raios X (DRX) em um difratômetro D8 Focus Bruker AXS, utilizando radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 40 mA, com varredura na faixa de 10 a 80° (2θ). A morfologia dos materiais foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio JEOL JSM-6510LV, operando a 10 kV. Os grupos funcionais presentes na superfície dos compósitos foram investigados por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), utilizando um espectrômetro IRPrestige-21 (Shimadzu, Japão), na faixa de 4000 a 600 cm^{-1} . A estrutura carbonácea e as ligações presentes foram avaliadas por espectroscopia Raman em um espectrômetro confocal WITec alpha300R, utilizando laser de excitação de 532 nm . A área superficial específica foi determinada pelo método de Brunauer–Emmett–Teller (BET), a partir das isotermas de adsorção obtidas em um analisador Nova 1200e (Quantachrome Instruments).



Ensaio fotocatalítico

A atividade fotocatalítica foi avaliada utilizando solução aquosa de Rodamina B ($1 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$) como molécula modelo. Os experimentos foram conduzidos em um reator fotocatalítico equipado com seis lâmpadas germicidas UV-C (254 nm), totalizando 90 W de potência. Em cada ensaio, 50 mg do composto foram adicionados a 100 mL da solução de corante. Antes da irradiação, a suspensão permaneceu sob agitação no escuro por 15 minutos para estabelecimento do equilíbrio de adsorção–dessorção. Durante a reação fotocatalítica, alíquotas foram coletadas a cada 15 minutos até completar 180 minutos. Após a reação, as amostras foram centrifugadas para remoção do catalisador e analisadas por espectroscopia UV-Vis para determinação da eficiência de degradação do corante.

Resultados e Discussão

Os difratogramas de raios X dos compostos Nb_2O_5 /biochar apresentaram perfis bastante semelhantes, indicando que a natureza da biomassa não promoveu alterações significativas na estrutura cristalina dos materiais (Figura 1). Em virtude da ausência de tratamento térmico após a síntese, o Nb_2O_5 foi obtido com baixa cristalinidade, predominando uma fase pseudo-hexagonal pouco cristalina, o que dificultou sua identificação por DRX (Ücker et al., 2019). Dessa forma, os difratogramas foram predominantemente caracterizados pelas contribuições da matriz carbonácea, evidenciadas por uma banda larga em aproximadamente 23° , característica do carbono amorfo, e por um pico intenso próximo de 28° , atribuído à sílica cristalina (quartzo) remanescente das biomassas. Além disso, algumas amostras apresentaram reflexões associadas à calcita (CaCO_3) e a compostos contendo potássio, características já observadas nos biochars precursores.

Embora os compostos tenham apresentado perfis semelhantes, o material obtido a partir da borra de café exibiu reflexões mais definidas e um difratograma mais semelhante ao observado para o Nb_2O_5 sintetizado na ausência de biochar. Esse comportamento sugere uma contribuição mais evidente do óxido de nióbio, possivelmente em decorrência de uma melhor dispersão das nanopartículas ou de uma interação diferenciada entre o Nb_2O_5 e a matriz carbonácea proporcionada por essa biomassa.

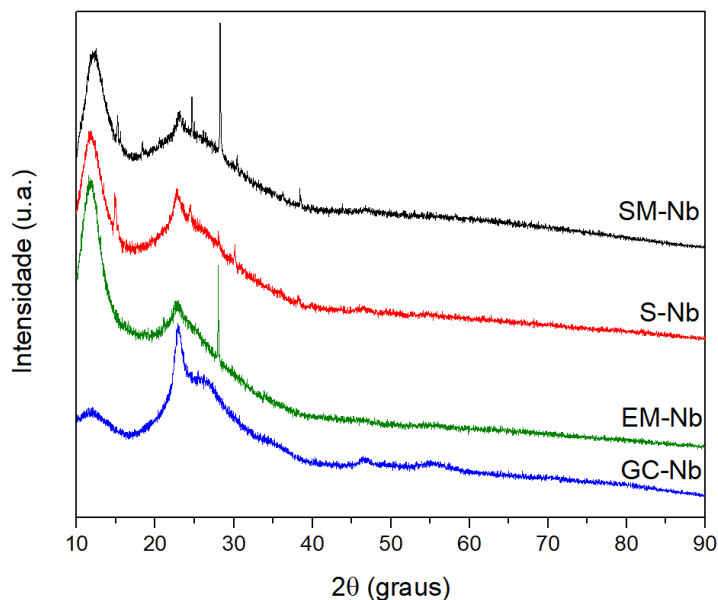


Figura 1 – DRX das amostras.

Os espectros Raman dos compósitos apresentaram perfil semelhante ao observado para os biochars puros, de acordo com a Figura 2 (a), sendo predominantes as bandas D ($\sim 1350\text{ cm}^{-1}$) e G ($\sim 1580\text{ cm}^{-1}$), associadas, respectivamente, aos defeitos estruturais e às vibrações dos domínios grafíticos do carbono (Xu et al., 2020; Reis et al., 2023). Além dessas bandas, todos os compósitos apresentaram um pico de baixa intensidade em aproximadamente 710 cm^{-1} , atribuído às vibrações das ligações Nb–O, evidenciando a presença do Nb_2O_5 impregnado sobre a matriz carbonácea. A baixa intensidade desse sinal está de acordo com a reduzida cristalinidade do óxido, também observada por DRX, em decorrência da ausência de tratamento térmico após a síntese. Dessa forma, os resultados de Raman corroboram as análises de MEV e confirmam a incorporação do Nb_2O_5 , sem promover alterações significativas na estrutura carbonácea dos biochars.

Comportamento semelhante foi observado nos espectros de FTIR (Figura 2 (b)), nos quais foram preservadas as principais bandas características dos biochars após a impregnação com Nb_2O_5 . Todos os compósitos apresentaram bandas em aproximadamente 1600 e 1400 cm^{-1} , atribuídas às vibrações C=C de estruturas aromáticas condensadas e ao estiramento C–C em sistemas grafíticos desordenados, além de bandas em torno de 870 e 740 cm^{-1} relacionadas aos anéis aromáticos (Nair et al., 2022; Janu et al., 2022). Assim como observado por DRX e Raman, bandas características das ligações Nb–O não foram claramente identificadas, resultado atribuído à baixa cristalinidade e à pequena quantidade do óxido impregnado.

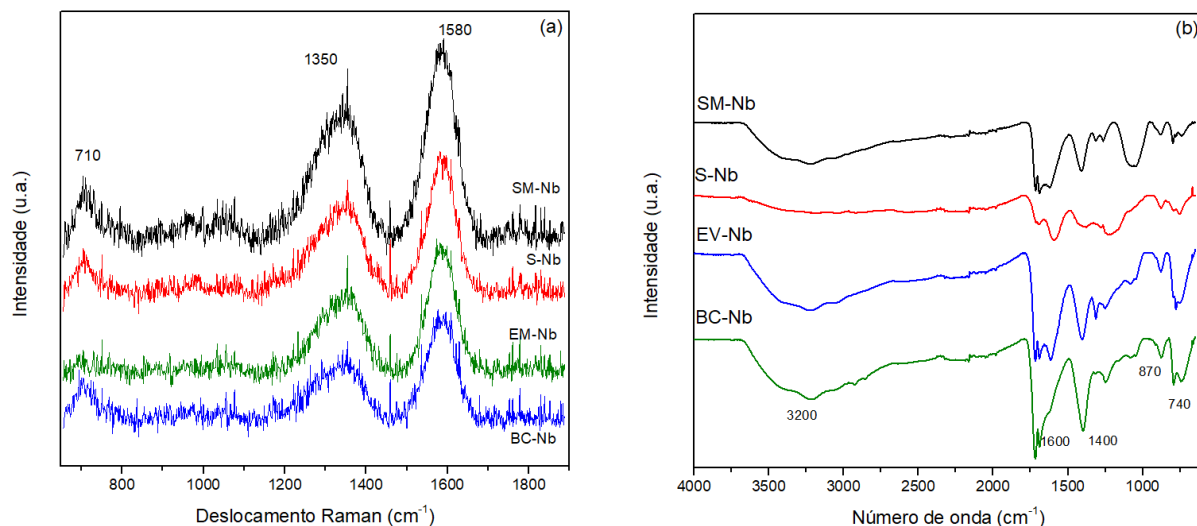


Figura 2 – (a) Raman e (b) FTIR das amostras.

Embora DRX, Raman e FTIR tenham sido dominados pelas características da matriz carbonácea, as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura confirmaram a incorporação do Nb₂O₅ sobre a superfície dos biochars (Figura 3). Observou-se ainda que os compósitos derivados de sementes de mamão, erva-mate e borra de café apresentaram partículas menores do que aqueles produzidos a partir de serragem e casca de arroz, indicando que a composição da biomassa influencia a nucleação e o crescimento das nanopartículas durante a síntese.

As propriedades texturais determinadas pelo método BET evidenciaram diferenças significativas entre os compósitos. O material derivado da borra de café apresentou a maior área superficial específica (200,996 m² g⁻¹), seguido pela serragem (144,142 m² g⁻¹), enquanto os compósitos obtidos a partir de sementes de mamão (127,679 m² g⁻¹) e erva-mate (127,536 m² g⁻¹) apresentaram valores semelhantes. Esses resultados demonstram que a biomassa precursora influencia diretamente o desenvolvimento da porosidade do biochar. Entretanto, não foi observada relação direta entre a área superficial específica e o tamanho das partículas evidenciado por MEV, sugerindo que a estrutura porosa depende principalmente das características químicas de cada biomassa.

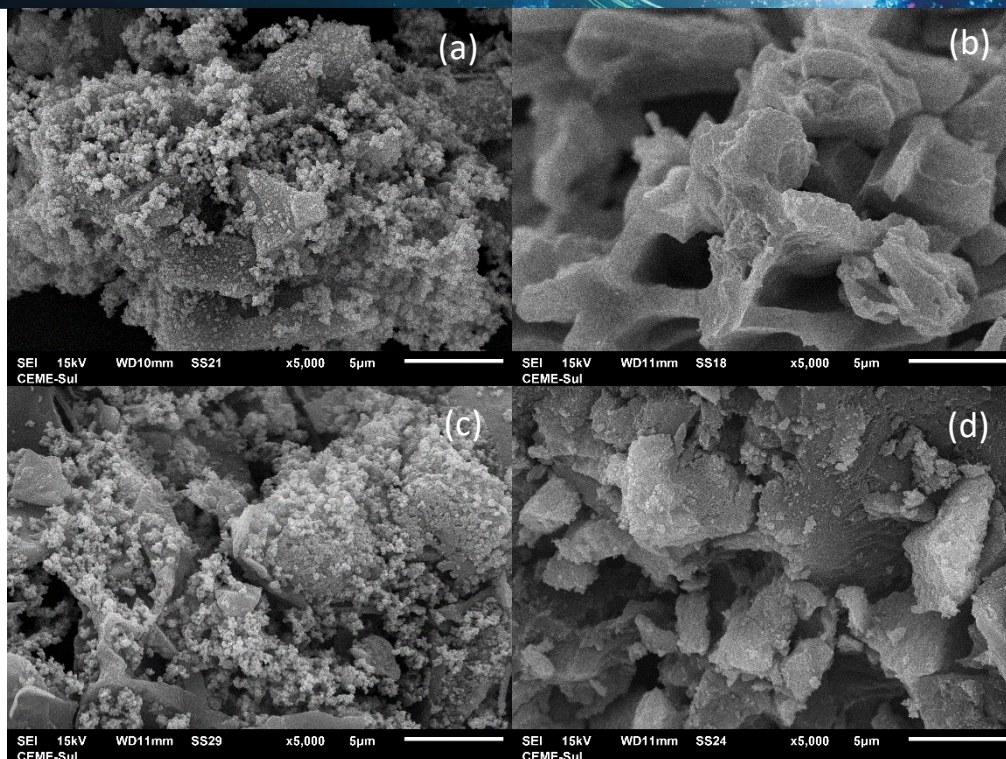


Figura 3 – MEV das amostras, sendo (a) SM-Nb, (b) S-Nb, (c) EM-Nb e (d) BC-Nb.

Os ensaios fotocatalíticos preliminares, conforme Figura 4, demonstraram elevada eficiência dos compósitos Nb_2O_5 /biochar na degradação da Rodamina B, com remoções de aproximadamente 95% para o material SM-Nb e cerca de 96% para os compósitos produzidos a partir de BC-Nb e S-Nb após 180 minutos de irradiação. Apesar das diferenças estruturais, morfológicas e texturais observadas entre os materiais, todos apresentaram desempenho fotocatalítico semelhante, indicando que a eficiência do sistema não está relacionada exclusivamente à área superficial específica. Esses resultados sugerem que a interação entre o biochar e o Nb_2O_5 , aliada à adequada dispersão do semicondutor e à preservação dos grupos funcionais superficiais, desempenha papel fundamental na atividade fotocatalítica dos compósitos. Estudos envolvendo modelagem cinética e avaliações complementares encontram-se em andamento para elucidar os mecanismos envolvidos no processo de degradação.

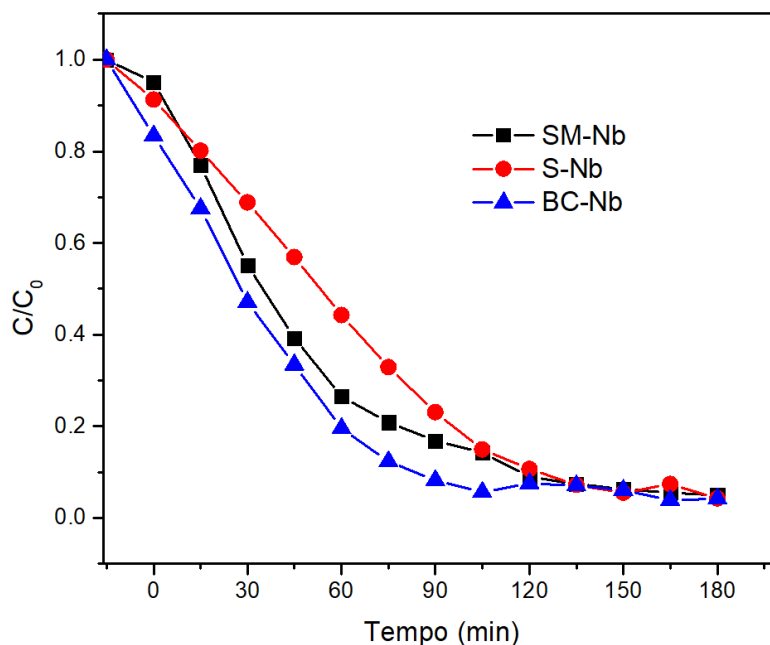


Figura 4 – Atividade fotocatalítica das amostras.

Diferentemente da maioria dos estudos encontrados na literatura, que avaliam uma única biomassa como suporte para Nb_2O_5 , o presente trabalho compara diferentes resíduos agroindustriais sintetizados sob as mesmas condições experimentais, permitindo avaliar diretamente a influência da biomassa nas propriedades estruturais e fotocatalíticas dos compósitos.

Conclusões

Os resultados obtidos demonstraram que foi possível sintetizar com sucesso compósitos Nb_2O_5 /biochar a partir de diferentes resíduos agroindustriais, alcançando o objetivo proposto de avaliar a influência da biomassa precursora nas propriedades dos materiais e em sua atividade fotocatalítica. As caracterizações estrutural, morfológica, química e textural evidenciaram que, embora os compósitos apresentem diferenças relacionadas à biomassa utilizada, a impregnação do Nb_2O_5 foi eficiente e preservou as principais características da matriz carbonácea. Os ensaios fotocatalíticos mostraram elevada eficiência na degradação da Rodamina B, com remoções superiores a 95% para os compósitos avaliados, evidenciando o potencial desses materiais para aplicações ambientais. Além disso, os resultados indicam que o desempenho fotocatalítico não está relacionado exclusivamente à área superficial específica, mas também à interação entre o biochar e o Nb_2O_5 . Dessa forma, os compósitos desenvolvidos representam uma alternativa promissora para a valorização de resíduos agroindustriais e para o desenvolvimento de fotocatalisadores sustentáveis destinados ao tratamento de contaminantes orgânicos em meio aquoso.



Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS) pelo apoio financeiro. Agradecem ainda ao Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL/FURG) pelo suporte nas análises de microscopia eletrônica e ao Instituto Federal Sul-rio-grandense (IFSul) pelo apoio institucional à realização deste trabalho.

Referências

- BEG, M. B.; ALI, L.; ALTARAWNEH, M. Investigating niobium oxide-based materials: Synthesis, characterization, and applications in heterogeneous catalysis. **Catalysis Reviews**, 2025, 1–90.
- BRATOVČIĆ, A.; TOMAŠIĆ, V. Photocatalytic composites based on biochar for antibiotic and dye removal in water treatment. **Processes**, 12, 2746, 2024.
- DHIMAN, P.; DHIMAN, M.; SHARMA, A.; SELVARAJ, M.; ASSIRI, M. A.; KUMAR, A. Synergistically engineered magnetic biochar-supported (BiO)₂CO₃/Co₂P-BN ternary photocatalyst for solar-assisted degradation of tetracycline and real effluent treatment. **Journal of Environmental Management**, 392, 126676, 2025.
- FIDELIS, M. Z.; FARIA, J.; SANTACRUZ, W.; LIMA, T. S.; LENZI, G. G.; MOTHEO, A. J. Niobium-based catalysts in advanced oxidation processes: A systematic review of mechanisms, material engineering, and environmental applications. **Environments**, 12, 311, 2025.
- JANU, R.; MRLIK, V.; RIBITSCH, D.; HOFMAN, J.; SEDLÁČEK, P.; BIELSKÁ, L.; SOJA, G. Biochar surface functional groups as affected by biomass feedstock, biochar composition and pyrolysis temperature. **Carbon Resources Conversion**, 4, 36–46, 2021.
- JALILIAN, M.; HE, Q. S.; HU, Y. Synthesis of bimetallic biocomposite materials prepared from activated hydrochar/biochar for methylene blue removal via Fenton oxidation coupled with adsorption. **Chemical Engineering Science**, 320, 122514, 2026.
- LU, L.; XU, J.; CHEN, C.; LIU, R.; YANG, C.; LI, L.; YUAN, H.; SHEN, L.; LIN, H. Advanced strategies for decontamination of heavy metal complexes from wastewater: Bridging efficient removal to resource recovery. **Coordination Chemistry Reviews**, 548, 217238, 2026.
- LYU, H.; ZHANG, X.; BAI, C.; REN, Y.; ZHENG, T.; WANG, X.; PENG, W.; JIN, H.; COLOMBO, P. Coupled advanced oxidation process systems for enhanced degradation of antibiotics: A review. **Separation and Purification Technology**, 382, 135602, 2026.
- NAIR, R. R.; MONDAL, M. M.; WEICHGREBE, D. Biochar from co-pyrolysis of urban organic wastes—Investigation of carbon sink potential using ATR-FTIR and TGA. **Biomass Conversion and Biorefinery**, 12, 4729–4743, 2022.
- RAVINDIRAN, G.; RAJAMANICKAM, S.; JANARDHAN, G.; HAYDER, G.; ALAGUMALAI, A.; MAHIAN, O.; LAM, S. S.; SONNE, C. Production and modifications of biochar to engineered materials and its application for environmental sustainability: A review. **Biochar**, 6, 62, 2024.
- REIS, G. S.; BERGNA, D.; GRIMM, A.; LIMA, E. C.; HU, T.; NAUSHAD, M.; LASSI, U. Preparation of highly porous nitrogen-doped biochar derived from birch tree wastes with superior dye removal performance. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, 669, 131493, 2023.
- ÜCKER, C. L.; CANTONEIRO, R. G.; ALMEIDA, S. R.; FABRA, G. M. N.; BRUM, D. O.; DE FOGGI, C. C.; TEODORO, M. D.; MORISSO, F. D. P.; MASTELARO, V. R.; RAUBACH, C. W.; CAVA, S. S.; FERRER, M. M. Zn-doped Nb₂O₅ as a photocatalyst for rhodamine B degradation and antimicrobial applications: A study on doping concentration effects. **Ceramics International**, 51, 40941–40951, 2025.



ÜCKER, C. L.; GULARTE, L. T.; FERNANDES, C. D.; GOETZKE, V.; CERETTA, E.; RAUBACH, C. W.; MOREIRA, M. L.; CAVA, S. S. Investigation of the properties of niobium pentoxide for use in dye-sensitized solar cells. **Journal of the American Ceramic Society**, 102, 1884–1892, 2019.

ÜCKER, C. L.; RODRIGUES, F. S. M.; CANTONEIRO, R. D. G.; GOETZKE, V.; MOREIRA, E. C.; FERRER, M. M.; RAUBACH, C. W.; CAVA, S. The superior photocatalytic performance of loofah sponges impregnated with Nb₂O₅. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**, 441, 114694, 2023.

VASCONCELOS, L. P. G.; ALBUQUERQUE, A. A.; RIBEIRO, K. R. C.; PALMEIRA, M. B. O.; CAPISTRANO, R. T. V. C.; SOLETTI, J. I.; CARVALHO, S. H. V.; BISPO, M. D. Comparison of adsorption potential of methylene blue and 17 β -estradiol on biochar, activated biochar and catalytic biochar from lignocellulosic waste. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, 144, 585–595, 2025.

XU, J.; LIU, J.; LING, P.; ZHANG, X.; XU, K.; HE, L.; WANG, Y.; SU, S.; HU, S.; XIANG, J. Raman spectroscopy of biochar from the pyrolysis of three typical Chinese biomasses: A novel method for rapidly evaluating the biochar property. **Energy**, 202, 117644, 2020.