



Síntese verde e sustentável do MnNb_2O_6 via processo mecanoquímico e caracterização

Andressa R. H. De Oliveira (PG)*¹, Noemí C. S de Souza (PG)¹, Geraldo Magela de Lima (PQ)², Renata P.L Moreira (PQ)¹

andressa.honorio@ufv.br

Universidade Federal de Viçosa¹

Universidade Federal de Minas Gerais²

RESUMO

O nióbio é um recurso abundante no Brasil, com suas principais reservas concentradas especialmente no estado de Minas Gerais. O desenvolvimento de rotas sustentáveis para a produção de novos materiais à base de nióbio pode agregar valor a esse recurso estratégico. Assim, este trabalho teve como objetivo a síntese sustentável e caracterização do niobato de manganês (MnNb_2O_6) por meio da rota em estado sólido. Esse processo é alinhado aos princípios da Química Verde por eliminar o uso de solventes tóxicos. Portanto, foi obtido um material de baixo custo e com menor geração de resíduos, que resultou em um composto com estrutura de columbita, com potencial para aplicação na catálise. As análises confirmaram o sucesso da síntese, uma vez que o DRX evidenciou alta cristalinidade; o MEV revelou morfologia sem forma definida; o EDS demonstrou a presença homogênea de Mn, Nb e O; e o FTIR identificou bandas características das ligações metal-oxigênio. Conclui-se que o MnNb_2O_6 é um material puro, cuja caracterização inicial sugere seu potencial como suporte para nanopartículas metálicas em reações de evolução de hidrogênio, contribuindo para o desenvolvimento de tecnologias limpas e sustentáveis.

Palavras-chave: Síntese mecanoquímica, sustentabilidade, materiais a base de nióbio, catálise.

Introdução

A crescente preocupação com as questões ambientais tem impulsionado mudanças significativas em diversos setores, especialmente naqueles relacionados a processos químicos com potencial impacto ecológico. Nesse cenário, a síntese de novos compostos representa um desafio relevante, uma vez que muitas rotas convencionais fazem uso de solventes orgânicos tóxicos e geram resíduos nocivos ao meio ambiente. Como alternativa promissora, a síntese no estado sólido tem se destacado por ser uma técnica simples, de baixo custo e, sobretudo, por eliminar o uso de solventes, alinhando-se aos princípios da Química Verde [1]. Essa abordagem favorece a redução do uso e da geração de substâncias perigosas, promovendo práticas mais sustentáveis no desenvolvimento de novos materiais. Dentre os óxidos metálicos de interesse, o niobato de manganês (MnNb_2O_6) destaca-se por sua estrutura do tipo columbita e por apresentar propriedades físico-químicas que o tornam aplicável em diferentes áreas, como catálise heterogênea, dispositivos eletro-cerâmicos, sensores e materiais dielétricos [2]. Portanto, este trabalho teve como objetivo a síntese do MnNb_2O_6 por meio de um processo mecanoquímico baseado na rota do estado sólido, visando minimizar a geração de resíduos e os custos relacionados ao descarte de solventes, em consonância com os princípios da Química Verde.

Experimental

Síntese no estado sólido do MnNb_2O_6

Para a síntese do MnNb_2O_6 , foram utilizados como precursores os óxidos MnO_2 e Nb_2O_5 , misturados em proporção estequiométrica ($n(\text{MnO}_2):n(\text{Nb}_2\text{O}_5) = 1:1$). A homogeneização da mistura foi realizada por trituração manual em almofariz e pistilo, até a obtenção de um pó fino, sem partículas visivelmente grosseiras. A metodologia adotada foi adaptada do protocolo descrito por Huang

et al. (2014) [2]. Em seguida, o pó obtido foi moldado em pastilhas com o auxílio de uma prensa manual. Essas pastilhas foram então submetidas a um tratamento térmico em mufla, na temperatura de 900 °C por 9 horas. Visualmente, foi possível observar uma mudança de coloração, passando de preto para cinza escuro. As pastilhas calcinadas foram novamente trituradas, prensadas e submetidas a uma segunda etapa de calcinação, porém a 1050 °C por mais 9 horas. Após esse processo, o material foi triturado para obter o produto final.

Resultados e Discussão

O material foi caracterizado por diferentes técnicas, entre elas a Difração de Raios X (DRX), cujos resultados estão apresentados na Figura 1. Os difratogramas exibiram picos bem definidos, compatíveis com o padrão de referência (JCPDS nº 72-484), confirmando a formação da fase cristalina esperada.

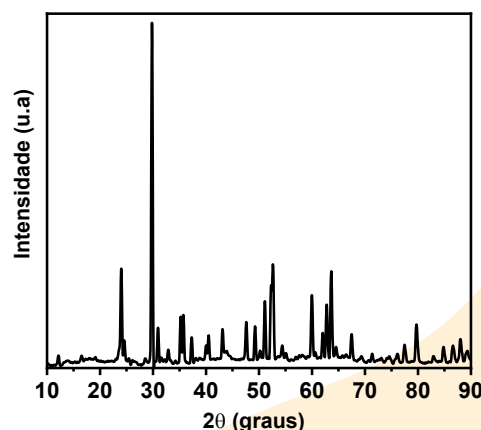


Figura 1. Difratograma do MnNb_2O_6 .



Além disso, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), conforme ilustrado na Figura 2, permitiu a observação da morfologia do material, revelando um aspecto granular com partículas aglomeradas e estrutura superficial irregular.

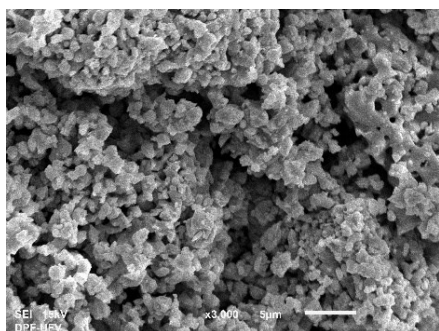


Fig. 2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do MnNb_2O_6

A análise por Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS), mostrada na Fig. 3, confirmou a presença dos elementos constituintes do MnNb_2O_6 , como manganês (20,70%), nióbio (40,68%) e oxigênio (38,62%). A ausência de sinais adicionais no espectro indica alta pureza do material, sem evidência de contaminantes, o que reforça o sucesso da síntese pela rota em estado sólido. Além disso, os dados quantitativos de composição atômica revelaram uma proporção empírica próxima à fórmula esperada para MnNb_2O_6 .

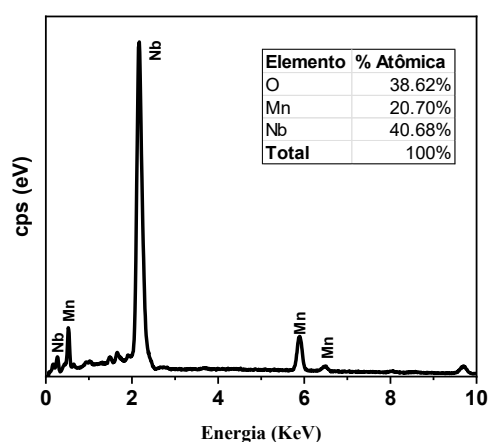


Fig. 3. Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios X (EDS) do MnNb_2O_6

Os resultados de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Fig. 4, exibiu o espectro característico do composto MnNb_2O_6 , com bandas localizadas abaixo de 1000 cm^{-1} , região típica das vibrações de ligações metal-oxigênio em óxidos metálicos. Destacam-se bandas intensas entre 600 e 500 cm^{-1} , atribuídas às ligações Nb-O e Mn-O, em concordância com dados reportados na literatura para óxidos mistos como o MnNb_2O_6 [3,4]. A ausência de bandas largas entre 3500 e 1600 cm^{-1} indica que o material não apresenta grupos hidroxilas ou água adsorvida em quantidades significativas, sugerindo um bom grau de cristalização

após a calcinação. Além disso, enquanto o MnO_2 apresenta bandas de Mn-O mais largas e menos definidas, o Nb_2O_5 exibe modos vibracionais distintos atribuídos às ligações Nb=O e Nb-O-Nb. A diferença nos perfis espectrais reforça a formação de um novo composto, com características vibracionais próprias e distintas dos materiais de partida [3,4]

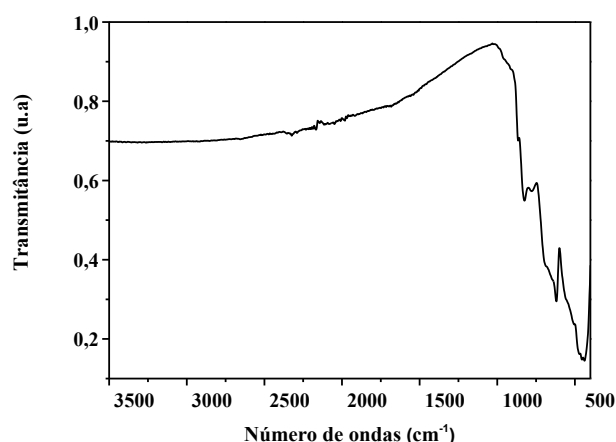


Figura 4. Espectro no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do MnNb_2O_6 .

Conclusões

Conclui-se que a síntese do MnNb_2O_6 por rota de estado sólido foi eficiente, produzindo um material puro com características morfológicas e estruturais adequadas. As análises por DRX, MEV, EDS e FTIR confirmaram a formação do composto, evidenciando cristalinidade, presença dos elementos e ausência de impurezas relevantes. Essa metodologia está alinhada aos princípios da Química Verde. As próximas etapas envolverão a aplicação do material como catalisador na evolução de hidrogênio a partir do Tetra-hidroxidiboro.

Agradecimentos

CNPq (Processo 312400/2021-7, 405828/2022-5 e 407799/2022-2), FAPEMIG (RED-00144-22).

Referências

- [1] F.M.D. Silva, P.S.B.D. Lacerda, J. Jones Junior, Desenvolvimento sustentável e química verde, Quím. Nova 28 (2005) 103–110. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422005000100019>.
- [2] X. Huang, Y. Jing, J. Yang, J. Ju, R. Cong, W. Gao, T. Yang, Flower-like nanostructure MnNb_2O_6 (M= Mn, Zn) with high surface area: Hydrothermal synthesis and enhanced photocatalytic performance, Mater. Res. Bull. 51 (2014) 271–276. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2013.12.033>.
- [3] R.F. Brandão, R.L. Quirino, V.M. Mello, A.P. Tavares, A.C. Peres, F. Guinhos, J.C. Rubim, P.A.Z. Suarez, Synthesis, characterization and use of Nb_2O_5 based catalysts in producing biofuels by transesterification, esterification and pyrolysis, J. Braz. Chem. Soc. 20 (2009) 954–966. <https://doi.org/10.1590/S0103-50532009000500022>.
- [4] M.V. Ananth, Sushama Pethkar, K. Dakshinamurthi, Distortion of MnO octahedra and electrochemical activity of 6 Nstutite-based MnO polymorphs for alkaline electrolytes—an FTIR 2 study, Rev. Fontes Energ. 75 (1998) 278–282. [https://doi.org/10.1016/S0378-7753\(98\)00100-1](https://doi.org/10.1016/S0378-7753(98)00100-1).