

Estudo de Parâmetros Reacionais na Síntese de Hexaniobatos Solúveis ($K_{8-x}H_xNb_6O_{19}$) por Dissolução Hidrotérmica.

Vinicius Carneiro G. Farias (IC), Maria Auxiliadora de O. Almeida (PG), Heloysa M. C. Andrade(PQ), Artur J. S. Mascarenhas (PQ)*

Laboratório de Catálise e Materiais, Departamento de Química Geral e Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia (UFBA), Campus de Ondina, s/n, CEP 40170-280, Salvador – BA. * artur@ufba.br

Palavras Chave: polioxoniobatos, síntese hidrotérmica, parâmetros reacionais

Introdução

O nióbio é um elemento estratégico que tem sido utilizado em diversas áreas. As maiores reservas naturais estão no Brasil, contudo sua utilização ainda é pequena comparada com outros minérios. Atualmente, o minério de nióbio é processado por métodos muito danosos ao meio ambiente. um método alternativo tem sido proposto, o qual consiste na dissolução de pentóxido de nióbio em soluções de KOH [1, 2] produzindo polioxoniobatos solúveis.

Neste trabalho, o efeito dos parâmetros reacionais: i) razão molar KOH/Nb₂O₅; ii) razão molar H₂O/Nb₂O₅ e iii) temperatura de tratamento hidrotérmica, foram estudados visando otimizar a síntese dos hexaniobatos $K_{8-x}H_xNb_6O_{19}$.

Resultados e Discussão

Amostras de pentóxido de nióbio foram suspensas em solução de hidróxido de potássio de concentrações variadas. As suspensões formadas foram transferidas para autoclaves de aço com copo interno de teflon e submetidas a tratamento hidrotérmico à temperaturas variadas por 24 h (Tabela 1).

Tabela 1. Condições de sínteses realizadas.

Amostras	KOH/Nb ₂ O ₅	H ₂ O/Nb ₂ O ₅	T (°C)
VC001	7	43,6	150
VC002	7	43,6	150
VC003	6	43,6	150
VC004	5	43,6	150
VC005	4	43,6	150
VC006	3	43,6	150
VC007	2	43,6	150
VC008	7	30	150
VC009	7	20	150
VC010	7	10	150
VC012	7	43,6	80
VC013	7	43,6	100
VC014	7	43,6	120

Após este período, os autoclaves foram resfriados, verificando-se a formação de uma única fase líquida,

incolor, solúvel em água e insolúvel em etanol, exceto para as amostras VC007 a VC010, onde se observou a formação de uma segunda fase, um sólido branco insolúvel em água. As soluções obtidas foram saturadas com etanol até a precipitação dos niobatos formados. Estes sólidos foram caracterizados por DRX, FTIR [2, 3], FRX e TG/DTG. Todos os compostos solúveis em água foram identificados positivamente como hexaniobatos de fórmula $K_{8-x}H_xNb_6O_{19}.nH_2O$.

Para a razão KOH/Nb₂O₅ = 7, observa-se a formação do hexaniobato $K_5H_3Nb_6O_{19}.1,5H_2O$. A diminuição da razão KOH/Nb₂O₅ favorece a formação de $K_4H_4Nb_6O_{19}.H_2O$, composto não descrito na literatura.

A variação da razão H₂O/Nb₂O₅ não resulta em variações na composição do hexaniobato $K_5H_3Nb_6O_{19}.1,5H_2O$. Para a razão H₂O/Nb₂O₅ = 10 observa-se também a presença de um composto insolúvel.

A temperatura é o parâmetro que parece influenciar mais fortemente a composição dos hexaniobatos formados. Nas temperaturas de 120 e 150°C observa-se a formação do hexaniobato $K_5H_3Nb_6O_{19}.1,5H_2O$, enquanto para temperaturas inferiores o $K_6H_2Nb_6O_{19}.1,3H_2O$ é favorecido.

Conclusões

A dissolução do Nb₂O₅ em hidróxido de potássio é possível em razões molares KOH/Nb₂O₅, H₂O/Nb₂O₅ e temperaturas de tratamento hidrotérmico bem inferiores às descritas na literatura, resultando na formação de polioxoniobatos solúveis. A diminuição da razão KOH/Nb₂O₅ favorece a formação de $K_4H_4Nb_6O_{19}.H_2O$, um hexaniobato inédito, e a diminuição da temperatura favorece a formação de $K_6H_2Nb_6O_{19}.1,3H_2O$.

Agradecimentos

V. C. G. e Farias agradece ao PIBIC/CNPq pela bolsa.

¹ Zhou, H.; Yi,D.; Zhang,Y.; Zeng, S. *Hydrometallurgy* **2005**, *80*, 126.

² Santos, I. C. M. S.; Loureiro, L. H.; Silva, M. F. P.; Cavaleiro, A. M. V. *Polyhedron* **2002**, *21*, 2009.

³ Filowitz, M.; Ho, R. K. C.; Klemperer, W. G.; Shum W. *Inorg. Chem.* **1979**, 18, 93.