

Preparação da fase gama do MnO₂ a partir de tratamento ácido do Mn₂O₃ obtido através do Método Poliol Modificado

Cristiane de Abreu Dias^{1*}(PG), Mauro Chierici Lopes¹(PQ), Marcos A. L. Nobre²(PQ), Leandra Oliveira Salmazo²(PG). ceadi@ibest.com.br

¹ - Laboratório de Pesquisa em Interfaces e Eletroquímica (LINE), CPPQ, UNICENTRO - Guarapuava/PR

² - Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais (LaCCeF) – DFQB, UNESP - Presidente Prudente/SP

Palavras Chave: Mn₂O₃, H₂SO₄, gama-MnO₂.

Introdução

A fase preferida de MnO₂ para aplicação em cátodos alcalinos é a γ -MnO₂¹. O presente trabalho teve como objetivo obter a fase γ -MnO₂ a partir de Mn₂O₃, o qual foi preparado pelo Método Poliol Modificado (MPM). Tal método modificado utilizou HNO₃ como aditivo para facilitar a dissolução da fonte de manganês e favorecer a formação da fase de interesse. A estrutura dos óxidos de manganês obtidos é investigada por meio de difração de raios X (DRX).

Resultados e Discussão

Mn(NO₃)₂·4H₂O foi utilizado como reagente de partida na preparação do precursor Mn₂O₃. O sal foi dissolvido em ácido nítrico, com posterior adição de etilenoglicol sob aquecimento. Na sequência, o material foi submetido a um tratamento térmico em atmosfera de nitrogênio. O material resultante foi moído e passado em peneira de malha de 325 mesh. O pó obtido foi submetido a um tratamento ácido com H₂SO₄ 1,0 mol.L⁻¹, seguido de filtração e secagem em estufa à 60°C. A Figura 1 mostra um fluxograma das etapas seguidas para a obtenção de MnO₂.

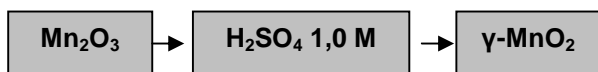


Figura 1: Etapas para obtenção de MnO₂.

Os óxidos preparados foram caracterizados por DRX. A Figura 2 mostra o difratograma do óxido de manganês antes do tratamento ácido. As linhas de difração mostram que Mn₂O₃ foi formado pelo método poliol modificado. A Figura 3 mostra a fase obtida após o tratamento ácido do Mn₂O₃. As linhas de difração correspondentes são características da fase γ -MnO₂, (Ficha JCPDS:14-0644) cuja estrutura é ortorrômbica. O dióxido de manganês preparado por tratamento ácido de Mn₂O₃ em H₂SO₄ se apresenta com estrutura amorfa. A partir dos dados de DRX foram calculados para o Mn₂O₃ e o γ -MnO₂ o tamanho de médio cristalito utilizando-se a equação de Scherrer (A):

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (A)$$

Onde: D é o tamanho médio do cristalito, β é o alargamento do pico de difração a meia altura, λ é o comprimento de onda da radiação incidente (1,54060 Å) e k é uma constante que depende da simetria da reflexão e que em geral adota-se $k=0,9$ ou 1. O tamanho médio do cristalito calculado para o Mn₂O₃ e para o γ -MnO₂ foi de 36,00 nm e 19,71 nm, respectivamente.

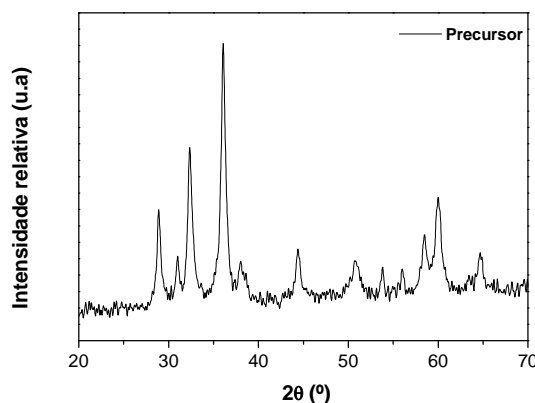


Figura 2: DRX do precursor obtido pelo MPM.

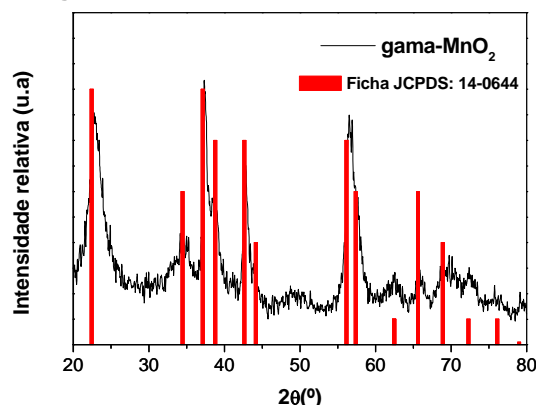


Figura 3: DRX de MnO₂ após tratamento ácido do precursor Mn₂O₃.

Conclusões

O tratamento ácido de Mn₂O₃ é adequado para se obter γ -MnO₂ com tamanho médio de cristalito estimado em 19,71 nm.

¹Walanda, D.K.; Lawrence, G.A.; Donne, S.W.; J. Solid State Chem. 2009, 182, 1336-1342.