

## ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SÍNTESE EM AMOSTRAS DE $\text{Nb}_2\text{O}_5$

MARCELO LUCAS VITALE<sup>1</sup>; CÁTIA LIANE ÜCKER<sup>2</sup>; GUSTAVO PRADO DOS  
PASSOS<sup>2</sup>; LISIANE DE OLIVEIRA DIEHL<sup>2</sup>; MATHEUS BALEN<sup>2</sup>; CRISTIANE W.  
RAUBACH<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [marcelo.lvital@gmail.com](mailto:marcelo.lvital@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [catiaucker@gmail.com](mailto:catiaucker@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [gustavoprado@hotmail.com](mailto:gustavoprado@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [lisiane.diehl@hotmail.com](mailto:lisiane.diehl@hotmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [matheusbalen@gmail.com](mailto:matheusbalen@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – [cricawr@gmail.com](mailto:cricawr@gmail.com)

### 1. INTRODUÇÃO

Os materiais a base de nióbio vem ganhando destaques nos últimos tempos devido as suas aplicações nas indústrias de alta tecnologia e energia limpa. O nióbio é utilizado na composição das superligas metálicas do setor aeroespacial e nos componentes eletroeletrônicos, como capacitores e células solares sintetizadas por corantes (LIMA, 2010). As células solares são importantes por gerarem energia elétrica a partir de energia luminosa. Assim, é notório que o nióbio é um elemento crucial para a indústria, principalmente em materiais e estruturas fotovoltaicas e fotoeletroquímica, já que, são fontes cruciais de energia limpa.

O Brasil detém mais de 90% das reservas mundiais de exploração de nióbio, sendo o maior produtor e exportador mundial (LIMA, 2010) O Ferro-Nióbio pode, por exemplo, servir na produção de carros mais leves e, por conseguinte, em um menor consumo e emissão de poluentes. Um carro médio possui entre 800 e 1.000 quilos de aço. Se forem retirados 100 a 150 quilos do automóvel, ele economizará um litro de gasolina para cada 200 km rodados. Em obras de infraestrutura de grande porte, o ferro-nióbio pode substituir o aço e construir a mesma estrutura com uma redução de 60% do peso (IBRAM, 2012).

O Ministério de Minas e Energia do Brasil considera que o nióbio representa um investimento estratégico para novas aplicações e pesquisa. Algumas áreas com alto potencial são equipamentos médicos, metais especiais, óticos, indústria aeronáutica, aeroespacial, automobilística e de tecnologias avançadas (LOPES et al., 2015).

O pentóxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) é um óxido de metal com alto potencial. Isso acontece porque o óxido de metal é polimórfico e permite diferentes fases estruturais. Essas fases são geralmente baseadas em grupos octaédricos de  $\text{NbO}_6$ , formando várias configurações de blocos ou colunas retangulares que da um desempenho único ao  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (RANI et al., 2014).

A identificação das fases do cristal cresceu em popularidade nos últimos anos. Isso acontece porque as fases do cristal permitem variadas morfologias que variam de grandes cristais a granel para diferentes nanoestruturas. Em particular, o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  nanoestruturado oferece alta razões de volume e efeitos quânticos que permitem interações físicas e químicas únicas para ocorrer na superfície. Como resultado, tais manipulações morfológicas influenciam nas propriedades ópticas e eletrônicas do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . Adicionalmente, as interações físicas e químicas também podem ser modificadas através de outras rotas, como a incorporação de íons

estranhos, alterações da fase cristalina e pós-tratamento térmico de síntese (LE VIET et al., 2010; RANI et al., 2014)

Desta forma, o objetivo deste trabalho é estudar a influencia do tempo de síntese, pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, no material pentóxido de nióbio, com a finalidade de definir o melhor tempo para a posterior aplicabilidade.

## 2. METODOLOGIA

Para a obtenção do pentóxido de nióbio, utilizou-se 2g de oxalato amoniacal de nióbio (cedido pela CBMM) solubilizados em 25 mL de água destilada, juntamente com 2 mL de peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ). A solução foi agitada em agitador magnético, mantendo uma temperatura de 50°C durante 10 minutos. Após, a solução foi levada a um recipiente de teflon, que foi acoplado na célula reacional e submetida ao micro-ondas, iniciando-se assim a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. A síntese foi realizada em temperatura constante de 130°C, rampa de aquecimento de 20 minutos e em diferentes tempos, como 15, 30, 45 e 60 minutos, com a finalidade de verificar a influência do tempo de síntese no material final. Após a síntese, o precipitado foi seco em estufa a uma temperatura de 90°C. O  $Nb_2O_5$  seco e em forma de pó foi destinado a caracterizações de difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os difratogramas das amostras de  $Nb_2O_5$  obtidas com diferentes tempos de síntese, que possibilita avaliar as fases cristalinas presentes na amostra. É possível verificar que não existem diferenças no material com o aumento do tempo de síntese. Ambas as amostras apresentaram resultados semelhantes, indicando desta forma que o tempo de síntese deste material específico não influencia no resultado final obtido.

A mudança de fase do pentóxido de nióbio é influenciada pelo aumento da temperatura. Apenas com temperaturas acima de 500°C é possível visualizar fases cristalinas mais definidas.

A Figura 2 mostra os resultados obtidos pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de  $Nb_2O_5$  obtidas com diferentes tempos de síntese. Isso possibilita investigar a superfície das amostras, juntamente com energia dispersiva de raios x (EDX), onde foi possível avaliar a composição química das amostras. É possível verificar que não existem diferenças no material com o aumento do tempo de síntese. Ambas as amostras apresentaram resultados semelhantes, com formato e tamanho e grão irregulares. Isso indica que o tempo de síntese deste material específico não influencia no material final obtido.

A Figura 3 apresenta a composição química presente na amostra de  $Nb_2O_5$  realizada pela síntese de 15 minutos. Essa análise foi realizada juntamente com a medida MEV, através do EDX. Verifica-se a existência majoritária de nióbio, juntamente com o oxigênio, sendo estes dois constituintes do material em questão.

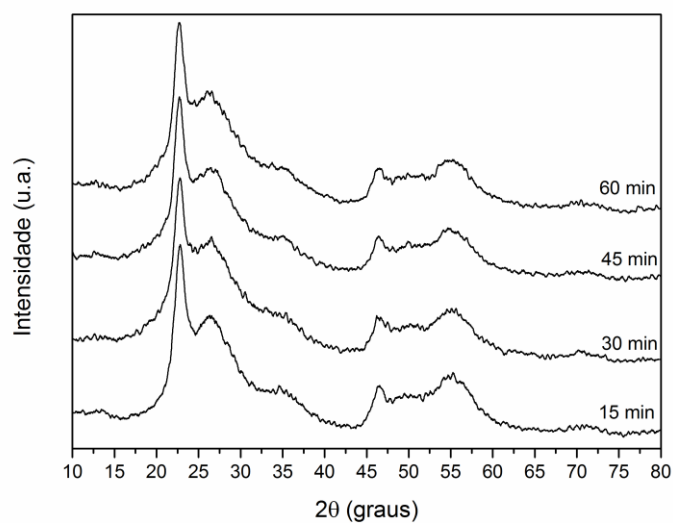


Figura 1 – DRX das amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  obtidas com diferentes tempos de síntese.

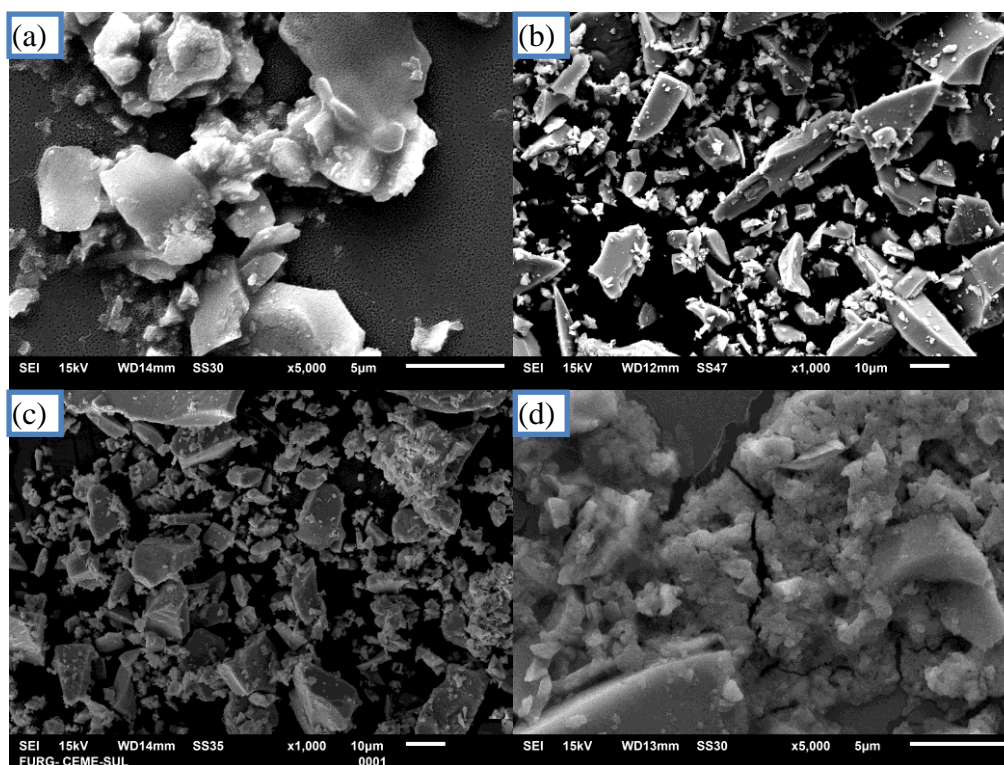


Figura 2 – Imagens MEV das amostras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  obtidas em diferentes tempos de síntese, sendo (a) 15 minutos, (b) 30 minutos, (c) 45 minutos e (d) 60 minutos.

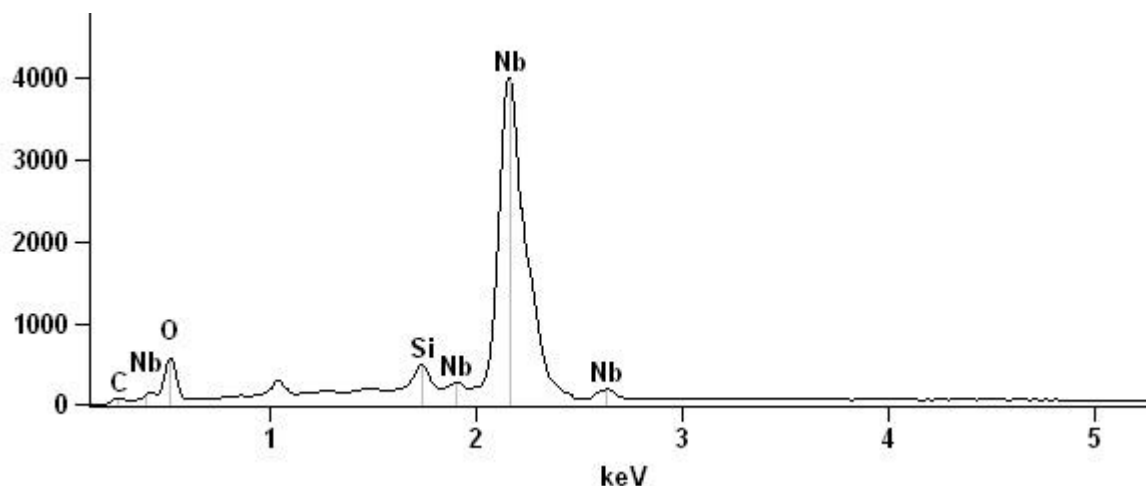


Figura 3 – EDX da amostra de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  obtido pela síntese realizada em 15 minutos.

#### 4. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi possível obter o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, demonstrando-se ser um método simples e rápido para obtenção dos pós. As caracterizações das amostras foram importantes para avaliar a influência nos resultados de caracterização. Experimentos comprovaram que o tempo de síntese não altera as propriedades das amostras, indicando desta forma a possibilidade de escolha de um tempo menor de síntese.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

IBRAM – Instituto Brasileiro de Mineração. Informações e Análises da Economia Mineral Brasileira. 7ed, Brasil, 2012.

LE VIET, A. et al.  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  Photoelectrodes for Dye-Sensitized Solar Cells: Choice of the Polymorph. **The Journal of Physical Chemistry C**, Singapura, v. 114, n 49, p. 21795-21800, 2010.

LIMA, José Maria Gonçalves de. **Perfil de Mineração do Nióbio: Relatório Técnico 20 do Ministério de Minas e Energia**. MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA., março 2010. Acessado em 07 set. 2018. Disponível em [http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256650/P11\\_RT20\\_Perfil\\_da\\_Minerao\\_do\\_Nixbio.pdf/48860760-63f2-489e-b4b9-e16236fd1413](http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1256650/P11_RT20_Perfil_da_Minerao_do_Nixbio.pdf/48860760-63f2-489e-b4b9-e16236fd1413)

LOPES, O.F. et. al. Óxidos de Nióbio: Uma Visão sobre a Síntese do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e sua Aplicação em Fotocatálise Heterogênea. **Química Nova**, São Paulo, v.38, n.1, p.106-117, 2015.

RANI, R. A. et al. Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: fundamental properties, synthesis methods and applications. **Journal of Materials Chemistry A**. Austrália, v. 2, p. 15683-15703, 2014.