

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SÍNTESE DE Nb₂O₅

LUCAS RAFAEL QUIRINO DE ANDRADE¹; CÁTIA LIANE ÜCKER²; MARCELO LUCAS VITALE²; FÁBIO RIEMKE²; MAICON DINAEL UCKER²; CRISTIANE W. RAUBACH³

¹Universidade Federal de Pelotas – lucasjac2009@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – catiaucker@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – marcelo.lvital@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – fabio.riemke@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – maicondinael@hotmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – cricawr@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) é um semicondutor de grande importância do ponto de vista tecnológico. Suas notáveis propriedades químicas e físicas fazem dele um material promissor para aplicação como adsorvente, sensor de gases, células solares e em componentes eletrocromáticos. Isto faz do nióbio um elemento crucial para o desenvolvimento industrial nas próximas décadas, sendo definidos oficialmente como matéria-prima crítica para as indústrias da União Europeia e dos EUA (LOPES et al., 2015).

Dentro desse panorama, o Brasil destaca-se como o detentor de mais de 90% das reservas mundiais exploráveis de nióbio, maior produtor e exportador. A fim de expandir a exploração do potencial do material no país, o Ministério de Minas e Energia do Brasil (2010) recomenda ampliar e disseminar sua utilização pelas indústrias siderúrgica e metalúrgica, além de fomentar, por meio da pesquisa, o desenvolvimento de novos produtos e compostos para uso em setores de equipamentos médicos, metais especiais, óticos, indústria aeronáutica, aeroespacial, automobilística e de tecnologias avançadas (LOPES et al., 2015; IBRAM, 2012).

Uma das importantes aplicações do Nb₂O₅, como já levantado, é em células solares, em especial as sensibilizadas por corante (CSCCs), na qual o controle no tamanho de partículas é de extrema importância para os parâmetros fotovoltaicos. Um método voltado para este controle é o de síntese hidrotérmica, que consiste na utilização de soluções aquosas de metais em reatores fechados a temperaturas superiores à de ebulição da água. Nessas condições as propriedades dielétricas, viscosidade e densidade da água são alteradas e determinantes na obtenção de partículas de óxidos metálicos (VIOMAR et al., 2016; RANI et al., 2014).

Leite e colaboradores sintetizaram partículas de Nb₂O₅ utilizando oxidação com peróxido de hidrogênio, dando origem a um complexo solúvel do metal, após o processo de síntese hidrotérmica obteve-se partículas de aproximadamente 100 nm, indicando que o controle preciso da temperatura e do tempo de reação interfere na morfologia do material sintetizado Nb₂O₅ (LOPES et al., 2015; VIOMAR et al., 2016; LEITE et al., 2006).

A partir disso, foi desenvolvido este trabalho, com o objetivo de estudar a influência da temperatura de síntese, pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, do material.

2. METODOLOGIA

O pentóxido de nióbio foi sintetizado pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas. Para isso, utilizou-se 2g de oxalato amoniacal de nióbio (cedido pela CBMM), 25 mL de água destilada, e 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. A solução foi adicionada em um recipiente de teflon, que foi colocado em uma célula reacional e submetida posteriormente ao micro-ondas, iniciando-se assim a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. A síntese foi realizada em tempo constante de 15 minutos e com uma variação da temperatura, iniciando-se em 100°C e aumentando-se de 5°C em 5°C até 130°C. Essa mudança de temperatura foi realizada para verificar a influência da temperatura no material final obtido, até obter a temperatura máxima para a pressão máxima do micro-ondas (12 bar). Os dados foram comparados com a literatura, através de gráficos de Pressão versus temperatura (PxT).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 demonstra as imagens da obtenção do Nb_2O_5 pela síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. É possível observar as diferenças de coloração nas amostras de obtidas. Notou-se que conforme o aumento de temperatura, obteve-se uma coloração mais esbranquiçada e mais leitosa, indicando assim um aumento na concentração de sólidos. Os testes foram conduzidos a até 130°C, pois nessa temperatura se atingiu a pressão máxima do microondas.



Figura 1 – Comparação da coloração das amostras de 100°C, 105°C, 110°C, 115°C e 120°C

Na Figura 2 é possível visualizar os gráficos de PxT da água, da amônia e do peróxido de hidrogênio. Através da análise dos gráficos pode-se estabelecer algumas relações nos resultados obtidos. A água a temperaturas elevadas desempenha um papel essencial nas transformações de um material precursor, uma vez que propriedades como a constante dielétrica, densidade e viscosidade, são alteradas em tais condições. A água atua como um agente da reação, acelerando o processo cinético das reações de hidrólise. Com o aumento da temperatura, a solubilidade das espécies iônicas é aumentada e, com a baixa

viscosidade da água, passam a ter maior mobilidade, permitindo a rápida formação dos núcleos, com alta uniformidade. O controle preciso sobre as condições de síntese hidrotérmica é a relevante para a preparação de semicondutores nanoestruturados com as características desejáveis.

A medida que a temperatura da água aumenta, a pressão também aumenta, conforme a Figura 2 (a). A válvula de pressão utilizada no reator da síntese, possui aferição de pressão máxima de 12 bar, indicando a utilização de uma temperatura de 175°C. Porém, além da água destilada utilizada na síntese, utilizou-se um precursor que possui amônia em sua composição (oxalato amoniacal de nióbio), que também influencia no aumento da pressão (Figura 2 (b)). A H_2O_2 também é um parâmetro que influencia na pressão final de síntese. Tendo em vista a influência desses parâmetros, os testes realizados para a definição da melhor temperatura a ser utilizada dentro do limite da pressão que pode ser utilizada, foram relevantes. Com base nisso e com os testes de variação de temperatura, verificou-se que a temperatura de 130°C foi a ideal, já que a pressão obtida para essa temperatura foi de 10 bar, sendo esta presente dentro do limite estabelecido pelo medidor de pressão. Por segurança, resolveu-se não utilizar temperatura mais elevada, evitando assim a extrapolação da válvula de pressão.

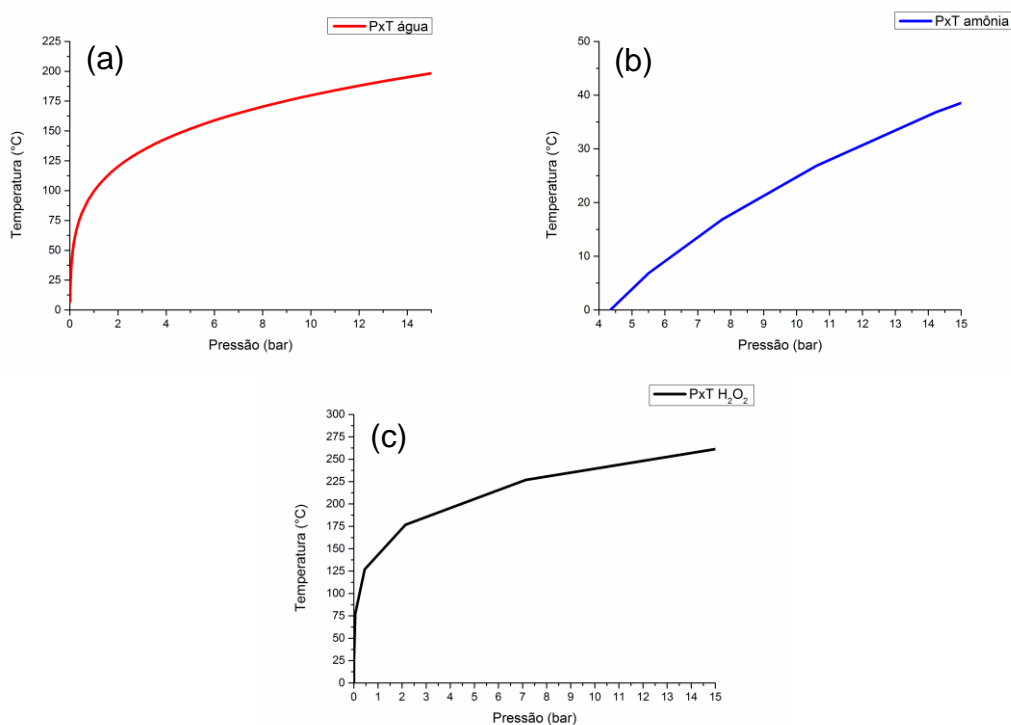


Figura 2 – Gráfico de pressão versus temperatura, sendo: (a) água; (b) amônia; (c) H_2O_2 .

Fonte: Adaptado de Perry's Chemical engineers Handbook (1997).

4. CONCLUSÕES

Com este trabalho foi possível obter o Nb_2O_5 pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, bem como verificar que a temperatura final influencia na obtenção da amostra. O teste também foi importante para verificar como o material se comporta nas diferentes condições de temperatura.

Outra conclusão que se pode chegar foi que o método por micro-ondas é vantajoso, pois se obtém o material em curto tempo e em baixa temperatura.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

LOPES, O.F.; MENDONÇA, V.R.; SILVA, F.B.F.; PARIS, E.C.; RIBEIRO, C. Óxidos de nióbio: uma visão sobre a síntese do Nb₂O₅ e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. **Química Nova**, São Paulo, v. 38, n. 1, p.106-117, 2015.

VIOMAR, A.; MAIA, G. A. R.; SCREMIN, F. R.; KHALIL, N. M.; CUNHA, M.T.; ANTUNES, A.C.; RODRIGUES, P. R. P. Influência do Método de Obtenção de Partículas de Nb₂O₅ Empregadas em Células Solares Sensibilizadas por Corante Compostas de TiO₂/Nb₂O₅. **Virtual Química**, v.8, n.3, p. 889-900, 2016.

RANI, R.A.; ZOOLFAKAR, A.S.; O'MULLANE, A.P.; AUSTINA, M.W.; KALANTAR-ZADEH, K. 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

Perry, R.H.; Green, D.W.; Perry's Chemical engineers Handbook. McGraw-Hill; 7 edição, USA, 1997.

LEITE, E.R. et.al.; Synthesis of Niobia Nanocrystals with Controlled Morphology. **The Journal of Physical Chemistry B**. Brazil, v.110, n.37, p.18088-18090, 2006.
LEWIS, N.S.; Toward Cost-Effective Solar Energy Use. **SCIENCE**. USA, v.315, p.798-801, 2006.