

## SÍNTESE DE Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICROONDAS

GUSTAVO DALENOGARE<sup>1</sup>; CÁTIA LIANE ÜCKER<sup>2</sup>; FÁBIO CALCAGNO RIEMKE<sup>2</sup>; PEDRO SANGALETTI<sup>2</sup>; WESLEY SCHWARTZ<sup>2</sup>; SÍLVIA CUCATTI<sup>3</sup>

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

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

[pedrohsangaletti@gmail.com](mailto:pedrohsangaletti@gmail.com) [wesleyschwartz@hotmail.com](mailto:wesleyschwartz@hotmail.com)

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

### 1. INTRODUÇÃO

Os semicondutores são matérias que possuem interessantes propriedades ópticas e elétricas, podendo ser utilizados em diferentes aplicabilidades, como células solares, fotocatálise, sensores de gás, capacitores, entre outros (GHOSH et al, 2011). Inúmeros semicondutores podem ser utilizados para essa tecnologia, sendo o dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>) o mais utilizado para esse fim (HAGFELDT et al, 2010). O pentóxido de nióbio (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) revela-se um material conveniente para diferentes processos, por apresentar propriedades semelhantes ao TiO<sub>2</sub>, interessantes valores de *band gap*, boa atividade fotocatalítica e pela sua ampla disponibilidade, já que o Brasil é o maior produtor mundial de nióbio, com participação de mais de 90% (LE VIET et al. 2010).

Os semicondutores podem ser obtidos por diferentes rotas de síntese, como sol-gel, combustão, precursores poliméricos, hidrotérmica convencional e hidrotérmica assistida por microondas. O método de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas está cada vez mais presente em pesquisas, sendo recomendado por apresentar vantagens no processo, podendo obter aquecimento uniforme, rápido, volumétrico e em baixas temperaturas (CHEN et al. 2013).

Dante deste contexto, o presente trabalho teve por objetivo sintetizar o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas e observar a influência do posterior tratamento térmico realizado, sobre a fase, a morfologia, o tamanho e distribuição de nanopartículas.

### 2. METODOLOGIA

Para a síntese, 2 g de oxalato amoniacal de nióbio (NH<sub>4</sub>[NbO(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(H<sub>2</sub>O)].nH<sub>2</sub>O) foram solubilizados em 25 mL de água destilada, obtendo assim uma solução incolor. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% de volume) foi adicionado numa proporção de 10 mol por cada mol de Nb, resultando numa solução líquida amarela transparente, indicando assim a formação do complexo peróxido de nióbio (NPC). A solução foi submetida à agitação magnética vagarosa na temperatura de 50°C durante 10 minutos. Após, a mesma foi adicionada em um recipiente de Teflon, colocada na célula reacional e destinada ao micro-ondas convencional de frequência de 2,45 Hz, em uma rampa de aquecimento de 20 minutos, iniciando-se em 30°C até atingir o nível de 130°C, permanecendo assim durante 15 minutos. A temperatura e a pressão do sistema foram monitoradas durante a síntese, com auxílio de um termopar e um manômetro que estão acoplados na célula reacional. Ao final da radiação, o precipitado resultante foi submetido à lavagem com água destilada e posterior centrifugação a 3600 rpm, repetindo-se este processo três vezes seguidas para a eliminação de impurezas. O precipitado foi destinado à secagem em estufa, a 90°C durante um período de

180 minutos, e, por fim, as amostras obtidas foram trituradas com auxilio de almofariz e pistilo para a obtenção de pó fino de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

A caracterização do material foi realizada pelas técnicas de difração de raios-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), Espectroscopia UV-VISÍVEL.

Ainda, o material obtido será submetido ao processo fotovoltaico, a fim de avaliar o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> frente a células solares sensibilizadas por corante.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 demonstra o difratograma de raios-x da amostra de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. É possível visualizar que há a formação de fase cristalina, porém com picos não bem definidos, ou seja, é um material que apresenta baixa cristalinidade. O Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> se caracteriza por apresentar diferentes fases cristalinas conforme há o aumento de temperatura. Isso significa que a medida que se realiza um tratamento térmico na amostra, será possível visualizar as fases correspondentes bem definidas. Nessa temperatura, mesmo que em pouca quantidade, a fase cristalina presente é a pseudohexagonal (JCPDS nº 28-317).

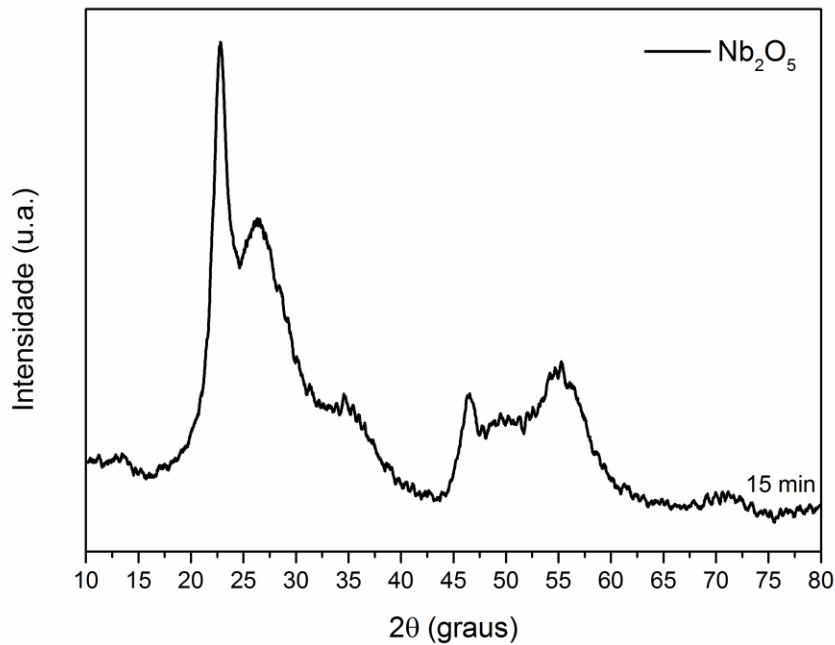


Figura 1 – Difratograma da amostra de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

A Figura 2 apresenta as imagens MEV do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. É possível visualizar que o material apresenta tamanho e forma irregular. Isso é característico das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> que são realizadas com o precursor de oxalato amoniacal de nióbio. Outros precursores podem ocasionar partículas de tamanhos padronizados.

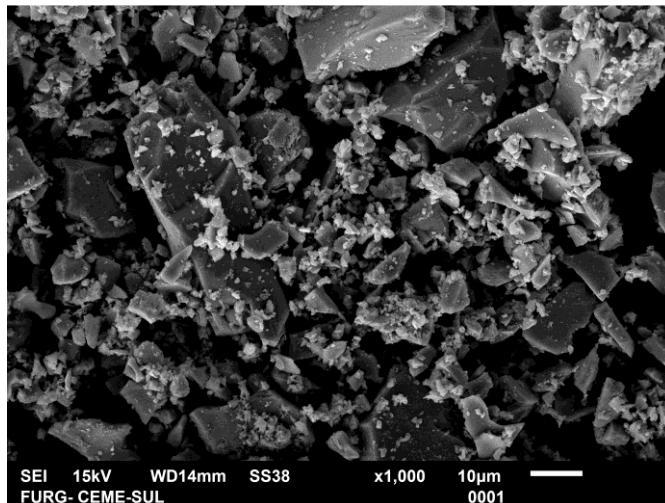


Figura 2 – Imagens MEV das amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, sendo (a) 90°C e (b) 700°C.

Para verificar o *band gap* da amostra, realizou-se uma análise em espectroscopia UV-Visível, e com os dados, aplicou-se método de Wood e Tauc para descobrir o valor referente de *band gap*. O valor do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> encontrado foi de 3,34 eV, sendo este valor similar ao que se encontra na literatura, que varia de 3,1 a 4 eV.

#### 4. CONCLUSÕES

O pentóxido de nióbio foi sintetizado pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas de forma simples e rápida, e apresentou resultados de caracterização semelhantes à literatura. O trabalho está em desenvolvimento, onde outras caracterizações serão realizadas para investigar outras propriedades importantes.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CHEN, P., et.al.; Microwave-assisted hydrothermal synthesis of TiO<sub>2</sub> spheres with efficient photovoltaic performance for dye-sensitized solar cells. **Journal of Nanoparticle Research**, Taiwan, v.15, p.1465-1476, 2013.

GHOSH, R. et al.; Nanoforest Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Photoanodes for Dye-Sensitized Solar Cells by Pulsed Laser Deposition. **Applied Materials and Interfaces**, United States, v.3, p.3929-3935, 2011.

HAGFELDT, A et.al.; Dye-Sensitized Solar Cells. **Chemical Reviews**, Sweden, v.110, n.11, p.6595–6663, 2010.

LE VIET, A. et al. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Photoelectrodes for Dye-Sensitized Solar Cells: Choice of the Polymorph. **The Journal of Physical Chemistry C**, Singapore, v.114, n.49, p.21795-21800, 2010.