

OBTENÇÃO DO NIOBATO DE POTÁSSIO PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICROONDAS PARA APLICAÇÃO EM CÉLULAS SOLARES

FRANCIELEN SAN MARTINS RODRIGUES¹; LEANDRO MACEDO COZZA²;
LUCAS RAFAEL QUIRINO DE ANDRADE³; MAICON DINAEÜCKER⁴;
ANDRIELE LANGE DA ROSA⁵; SERGIO DA SILVA CAVA⁶

¹Universidade Federal de Pelotas – francielensmr2@hotmail.com

² Universidade Federal de Pelotas – lcozza@bol.com.br

³ Universidade Federal de Pelotas – lucastrqandrade@gmail.com

⁴ Universidade Federal de Pelotas – maicondinael@hotmail.com

⁵ Universidade Federal de Pelotas – andrielelange@hotmail.com

⁶ Universidade Federal de Pelotas – sergiocava@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Como fonte de energia renovável, as células solares são uma alternativa de energia inesgotável (SAGADEVAN, 2013). Células solares sensibilizadas por corantes (DSSC), pertencem a 3º geração e são constituídas de diversos componentes que permitem a absorção de luz (YAN, 2014).

Óxidos do tipo perovskitas por apresentarem interessantes propriedades físicas, tem-se apresentado como fortes candidatas para dispositivos elétricos (MOUYANE, 2014).

O niobato de potássio (KNbO_3) é um material ferroelétrico do tipo perovskita, que apresenta propriedades piezoelétricas e eletro-ópticas, devido a essas propriedades tem-se realizado estudos que visam um maior esclarecimento de suas propriedades (KOMATSU, 2014 e SHOMRAT, 2015).

Recentemente foi-se demonstrado que o bandgap de KNbO_3 pode ser reduzido com aplicação de dopantes. O KNbO_3 isento de dopantes, apresenta um bandgap de 3,2 eV, enquanto com a inserção de um dopante o bandgap é de 2,2 eV. Estes valores indicam que a presença de metais de transição não é necessária para que haja a diminuição do bandgap (CHIGUERU, 2000).

Neste trabalho o objetivo é a obtenção do material KNbO_3 , onde é apresentado na forma de pó cerâmico, gerado através do método hidrotérmico assistido por microondas (HAM), uma técnica simples em comparação com outros métodos, como o de síntese hidrotérmica convencional. Posteriormente foi-se feito estudos em cima de algumas caracterizações que apresentaram a fase cristalina, morfologia, modos vibracionais e medidas de corrente elétrica. Esses estudos foram feitos por Difração de Raios- X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia Raman (RAMAN) e UV-VIS.

O processo de desenvolvimento da síntese para obtenção do material foi realizado por síntese hidrotérmica assistida por microondas (MAH), no laboratório do CCAF (Crescimento de Cristais Avançados e Fotônica) do curso de Engenharia de Materiais, sendo do setor de crescimento de cristais.

2. METODOLOGIA

Síntese: Para a obtenção do KNbO_3 , foi-se utilizados os seguintes reagentes na proporção de 1:6, pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) e hidróxido de potássio (KOH), respectivamente. A síntese foi realizada por HAM, onde os reagentes foram pesados e adicionados em um bêquer. Inicialmente foi-se

pesado 24,783g de KOH e dissolveu-se em 50mL de água destilada sob agitação, logo após pesou-se 0,695g de Nb₂O₅ e adicionou-se a solução de KOH + H₂O. Sua dissolução permaneceu por aproximadamente 10 minutos.

Após esse tempo de espera na agitação, a solução foi colocada no copo reacional de Politetrafluoroetileno (TEFLON) que posteriormente foi depositado na célula reacional, sendo esta fechando os parafusos em “x” para manter-se bem vedado. A colocação da célula reacional no microondas é feita de forma simples, onde somente se acopla a célula na abertura de deposição, definindo os parâmetros iniciando a síntese.

Caracterização: Como geração de resultados que comprovasse a eficiência do método na obtenção do KNbO₃, foi-se realizadas caracterizações no material, como difração de raios-X (DRX) para revelar a composição e a fase cristalina obtida, microscopia eletrônica de varredura (MEV) para a identificação da morfologia do material, espectroscopia Raman (RAMAN) para a obtenção dos modos vibracionais, e análise de espectroscopia UV- VISÍVEL (UV-VIS) para geração da medida de corrente do material, através do bandgap.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

DRX: O difratograma obtido na análise de DRX mostrou que o material KNbO₃ apresentou a fase cristalina ortorrômbica, de acordo com a ficha cristalográfica JCPDS file 32-0822, onde teve-se seus picos característicos identificados igualmente a uma amostra padrão, confirmando o material como KNbO₃. O sistema para amostras ortorrômbicas segue o parâmetro de rede de comprimentos axiais e ângulos $a \neq b \neq c$, $2=\beta=\gamma=90^\circ$.

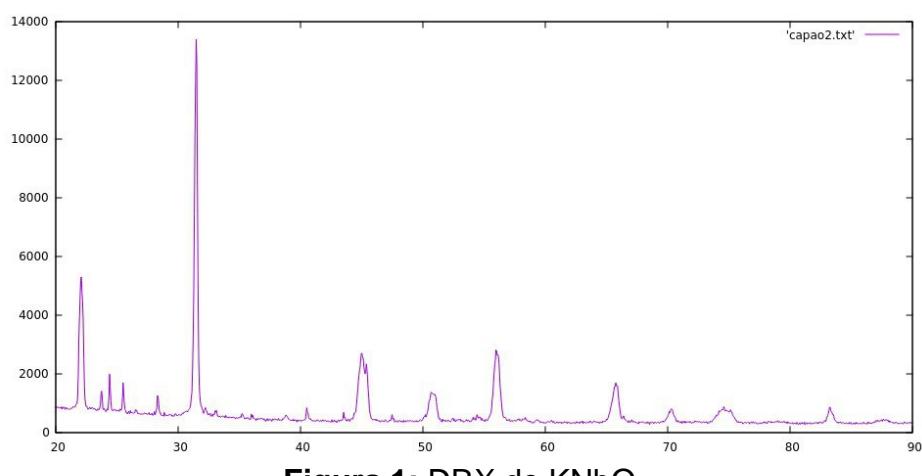


Figura 1: DRX do KNbO₃

MEV: Nas figuras abaixo, podemos identificar a morfologia do material avaliada em diferentes aumentos. Na figura 2, vemos uma morfologia aglomerada, sem poder ainda identificar a sua forma, já na figura 3 com um aumento de 5000x, podemos notar a presença na forma de nano-fingers (PAULA, A.J, 2008) , sendo confirmadas mais adiante nas figuras 4 e 5 onde os aumentos agora são suficientes para confirmar a forma do material.

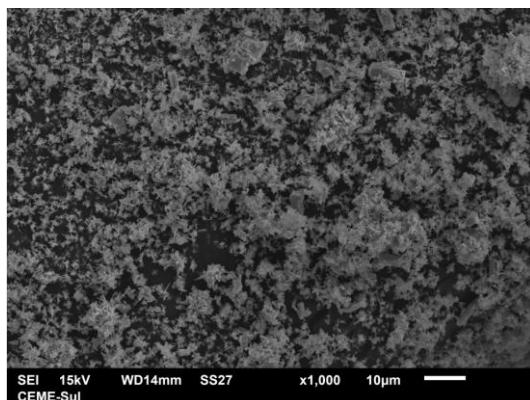


Figura 2: MEV com aumento de x1,000

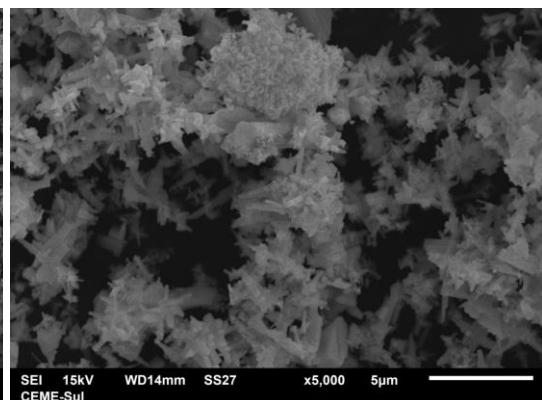


Figura 3: MEV com aumento de x5,000

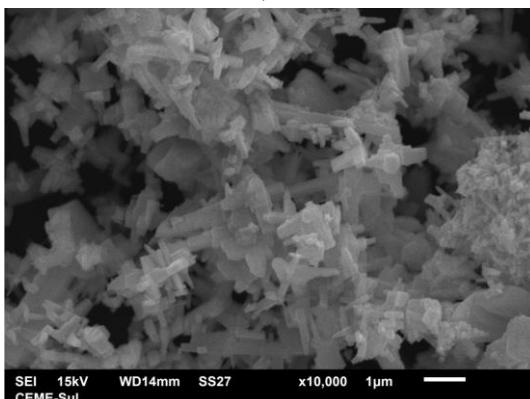


Figura 4: MEV com aumento de x10,000

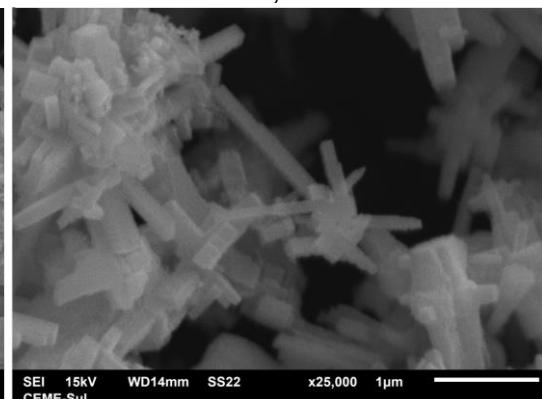


Figura 5: MEV com aumento de x25,000

RAMAN: De acordo com Duarte et al 2015, os modos vibracionais da análise de Raman foram classificados de acordo com o presente artigo intitulado como “Synthesis of potassium niobates by the microwave-assisted solvothermal method” do mesmo autor citado anteriormente. Podemos notar pelo pontos marcados na figura 6, que as bandas foram muito semelhantes ao do autor do texto, e os modos vibracionais muito próximos, sendo assim identificados como modos vibracionais mais internos em 188 cm^{-1} , que ocorrem pela movimentação dos octaedros de NbO_6 ou uma movimentação dos cátions K^+ , uma ampla banda de modo de flexão em 279 cm^{-1} , duas bandas formando modos de alongamento em 534 e 590 cm^{-1} , e por fim uma banda fraca que apresenta uma banda combinacional em 830 cm^{-1} .

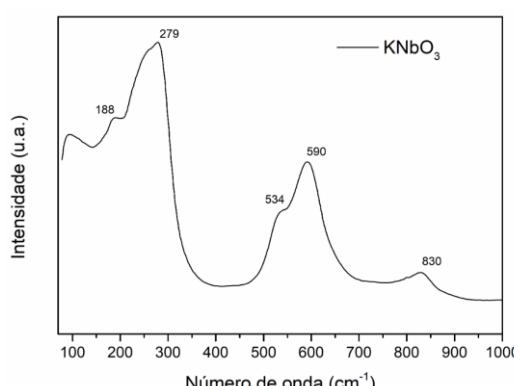


Figura 6: Espectro de Raman do material KNbO_3

4. CONCLUSÕES

De acordo com os objetivos, no desenvolvimento deste trabalho tem-se feito uma avaliação dessas propriedades, notando-se que a fase obtida foi de relevância às aplicação desejada, apresentando também resultados coesivos para o método utilizado.

A obtenção do material através do método HAM foi possível e comprovada pelo DRX com a ficha cristalográfica correspondente ao KNbO₃, revelando a fase cristalina e a estrutura do material. Já a morfologia foi observada pelo MEV, que mostrou a forma do material como sendo nano-fingers. Os modos vibracionais foram muito semelhantes a outros trabalhos apresentados na literatura, o que possibilitou que fossem feitos uma comparação com outro autor sobre os resultados obtidos.

Uma das aplicações interessantes para este material é a aplicação nas células solares, porém, ainda não foi possível obter medidas para que sejam avaliadas sua aplicação nessa área.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- SAGADEVAN, S. **Reviews on Advanced Materials Science**. 34 (2013) 44.
- YAN, J; SAUNDERS, B.R. **Rsc Advances** 4 (2014) 43286.
- MOUYANE, M; ITAALIT, B; BERNARD. J; HOUIVET, D; NOUDEM, J.G. **Powder Technology** 264 (2014) 71.
- KOMATSU, R; MASUDA, N; UEDA, M; ITOH, H. **Journal of Crystal Growth** 401 (2014) 772.
- SHOMRAT, N; BALTANSKI, S; RANDALL, C.A; TSUR, Y. **Journal of the European Ceramic Society** 35 (2015) 2209.
- CHIGUERU, T. **Atlas Solarimétrico do Brasil - banco de dados terrestres**, Editora Universitária da UFPE, Recife, 2000.
- PAULA, A.J, **Síntese de templates para aplicação em piezocerâmicas livre de chumbo**. 2008. Dissertação. Instituto de química de Araraquara, programa de pós-graduação em química. Universidade Estadual Paulista (UNESP).
- UFPB. **Synthesis of potassium niobates by the microwave-assisted solvothermal method**. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, João Pessoa, 21 AGO. 2019. Acessado em 21 ago. 2019. Online. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/97/1/012001/pdf>