

## MÉTODO DE SÍNTESE HIDROTERMAL ASSISTIDO POR MICROONDAS PARA PRODUÇÃO DE NIOBATO DE POTÁSSIO

LETÍCIA PEREIRA CARDOSO<sup>1</sup>; SILVIA AZEVEDO DOS SANTOS CUCATTI <sup>2</sup>;  
SÉRGIO DA SILVA CAVA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas– *leticiapcardoso96.lc@gmail.com*

<sup>2</sup> Universidade Federal de Pelotas – *silviacucatti@gmail.com*

<sup>3</sup> Universidade Federal de Pelotas – *sergiocava@gmail.com*

### 1. INTRODUÇÃO

O niobato de potássio ( $KNbO_3$ ) tornou-se promissor devido à sua variedade de aplicações no ramo tecnológico por apresentar excelentes propriedades eletro-ópticas, ópticas não lineares e foto-refrativas. (AMINI, 2009)

Materiais à base de niobato de potássio destacam-se por suas propriedades ópticas, photocatalíticas, ferro, piezo e piroelétricas que permitem aplicá-lo como conversor de frequência, guia de onda e armazenador holográfico.

Pertencentes das perovskitas ferroelétricas podem apresentar diferentes estruturas e mudanças de comportamento de semicondutor, capacidade de adsorção de moléculas, possibilidade de substituição parcial dos metais, características as quais as tornam relevantes e importantes para aplicações na indústria química. (BIROL, 2005)

A síntese de óxidos metálicos mistos a base de nióbio pelo método hidrotermal assistido por micro-ondas (MHS), tornou-se relevante por apresentar estruturas versáteis e gerarem uma diversidade de matérias que agregam propriedades físico-químicas diferenciadas (PAULA, 2008) e (GOH, 2011).

Essa síntese pode produzir materiais com diferentes morfologias em escalas nanométricas de  $KNbO_3$ . Este método oferece uma alta taxa de aquecimento, o que leva a uma melhor dissolução dos precursores e a energia do micro-ondas promove uma distribuição não uniforme de energia dentro do reator aquecendo o sistema de forma eficiente e rápida, acelerando o processo de cristalização (GOLOVINA, 2013).

O método hidrotermal é viável para síntese e aplicação em diferentes contextos por obter uma estrutura definida de um dado material controlada por parâmetros como pH, temperatura, tempo de aquecimento, pressão e meio reacional.

Este trabalho oferece uma investigação sistemática da razão molar de precursores (KOH e  $Nb_2O_5$ ) e como essa relação afeta a morfologia do  $KNbO_3$  obtido. Seu objetivo foi sintetizar o niobato de potássio ( $KNbO_3$ ), por meio do método hidrotermal assistido por micro-ondas para avaliar a formação dos cristais de nióbio e por fim analisar a condutividade do material através de sua refletância para future aplicação em células solares.

Foram estabelecidos a influência do tempo e temperatura da síntese e a concentração de reagentes na estrutura e morfologia do  $KNbO_3$  resultante e, com base nas técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de UV-Vis, pôde-se caracterizar as amostras obtidas.

## 2. METODOLOGIA

A síntese foi realizada a partir da mistura de 50 ml de água destilada e 24,75g de hidróxido de potássio, com agitação por 10 minutos em temperatura ambiente. Após a completa dissolução do reagente foi adicionado o óxido de nióbio em diferentes quantidades em cada etapa do experimento com proporções de razão de 1:1 e 1:2 de KOH/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, sendo a quantidade inicial de óxido de 0,696g.

A partir dos precursores em solução, fez-se transferência para o copo reacional de *Teflon*®, que foi colocado dentro da cela reacional com válvula de segurança e manômetro, vedada hermeticamente para evitar vazamento devido à pressão gerada em seu interior e acondicionada no forno micro-ondas adaptado para o processo HSM Figura 2.1.



Figura 2.1 – Micro-ondas adaptado HSM e célula reacional, respectivamente.

Foram utilizados dois parâmetros de temperatura e, conforme essa mudança, foi necessário modificar proporcionalmente o tempo em cada patamar das amostras.

A quantidade inicial de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi de 1,392 gramas na primeira síntese (S1), e foi reduzida pela metade nas sínteses posteriores (S2 e S3). Em ambas sínteses foi utilizada uma rampa de aquecimento de 3,4°C/min. As sínteses 1 e 2 começaram em 30 °C até atingir o patamar de 200°C, mantido por 60min. Na síntese 3, a temperatura também começou em 30 °C até atingir o patamar de 190 °C, mantido por 60 min.

Após a síntese, o sistema foi naturalmente resfriado até a temperatura ambiente. O pó obtido precipitou durante o resfriamento da solução, que apresentava pH=14. O sobrenadante foi descartado e o material sintetizado foi lavado repetidamente com água destilada, também descartada, até seu pH ser neutralizado. Em seguida foram colocadas em estufa a 70 °C por 24 horas.



Figura 2.2 – Amostra após secagem em estufa e pó de KNbO<sub>3</sub> obtido após raspagem (respectivamente).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para observar a morfologia e os diferentes tamanhos de partículas, foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura após a síntese (Figuras 3.1 e 3.2). Observou-se em todas as micrografias do KNbO<sub>3</sub> a formação majoritariamente de nanotorres sobrepostas umas às outras e ligadas entre si e alongamentos em sua estrutura, característica atribuída ao KNbO<sub>3</sub> sintetizado com variação molar acima 6,5M do KOH (Santos, 2002).

A formação de KNbO<sub>3</sub> com morfologia de nanotorres com razão molar de KOH no sistema é aumentada proporcionalmente com o aumento dessa razão molar (QIU, 2013).

Em certas regiões das sínteses 1 e 3, há formação de grandes blocos ou agregados, que apresentam forma irregular com variação dos tamanhos de partícula (CHAISAN, 2008).

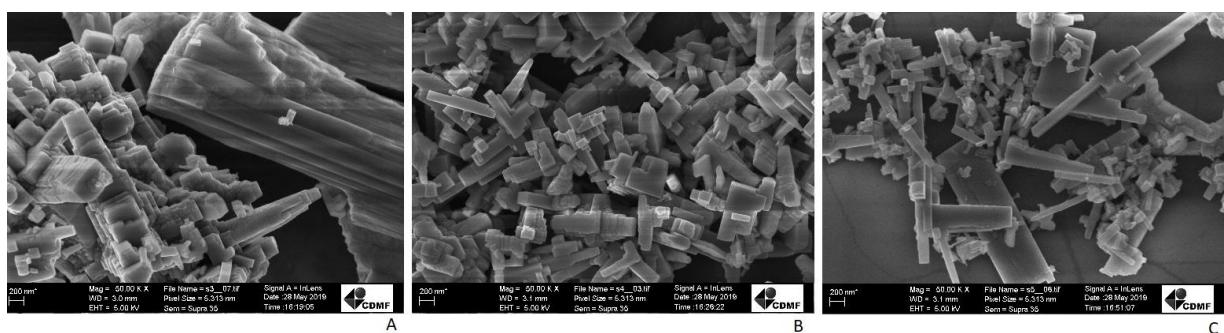


Figura 3.1 – Imagens do MEV das superfícies do KNbO<sub>3</sub> com ampliação de 20x. Sendo (A) síntese 1, (B) síntese 2 e (C) síntese 3.

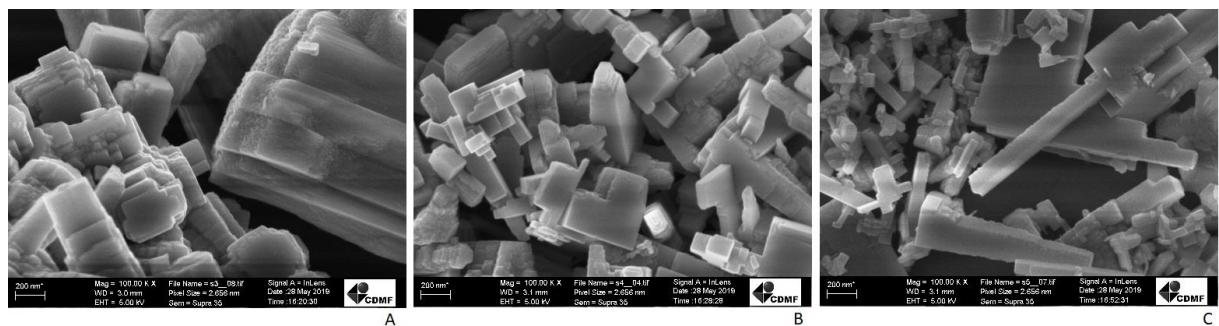


Figura 3.2 – Imagens do MEV das superfícies do KNbO<sub>3</sub> com ampliação de 100x. Sendo (A) síntese 1, (B) síntese 2 e (C) síntese 3

### 4. CONCLUSÕES

A pesquisa abordou o estudo do processamento e caracterização do niobato de potássio (KNbO<sub>3</sub>) para futura aplicação em células solares. Foram obtidas nanoestruturas unidimensionais de KNbO<sub>3</sub> através da cristalização obtida pela reação entre Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e KOH sob método MHS. Após análise das micrografias percebeu-se que este método tem como característica principal a possível formação de partículas muito pequenas com morfologia diferenciada afetada por fatores de temperatura e proporção de razão molar, que afetam as estruturas, podendo alterar o comportamento físico-químico. Assim, deve-se realizar outros ensaios de caracterização para conferência de propriedades desejadas.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AMINI, M.M.; Mirzaee, M. Effect of solvent and temperature on the preparation of potassium niobate by hydrothermal-assisted sol–gel processing. **Ceramics International**, v. 35, n. 6, p. 2367–2372, 2009.
- BIROL, H.; Damjanovic, D.; et al. Preparation and Characterization of KNbO<sub>3</sub> Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 88, n. 7, p. 1754–1759, 2005.
- DUARTE, T.M. **Niobatos de Potássio a partir de precursores sintetizados pelo Método Solvotermal Assistido por Micro-ondas**. 2014. Dissertação (Mestrado em Química). Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal da Paraíba.
- GOH, G.K.L.; Lange, F.F.; et al. Hydrothermal synthesis of KNbO<sub>3</sub> and NaNbO<sub>3</sub> powders. **Journal of Materials Research**, v. 18, n. 02, p. 338–345, 2011.
- GOLOVINA, I.S.; Bryksa, V.P.; et al. Size effects in the temperatures of phase transitions in KNbO<sub>3</sub> nanopowder. **Journal of Applied Physics**, v. 113, n. 14, p. 144103, 2013.
- PAULA, A.J.; Parra, R.; et al. Synthesis of KNbO<sub>3</sub> nanostructures by a microwave assisted hydrothermal method. **Materials Letters**, v. 62, n. 17-18, p. 2581–2584, 2008.
- QIU, Z. Yi, Potassium niobate nanostructures: controllable morphology, growth mechanism, and photocatalytic activity, **Journal of Materials Chemistry A**, 1 (2013) 2878-2885.
- SANTOS, I.C.M.S.; Loureiro, L.H.; et al. Studies on the hydrothermal synthesis of niobium oxides. **Polyhedron**, v. 21, n. June, p. 2009–2015, 2002.
- WONGMANEERUNG, R.; Chaisan, W.; et al. Potential of vibro-milling technique for preparation of electroceramic nanopowders. **Ceramics International**, v. 34, n. 4, p. 813–817, 2008.