

SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO DE NIOBATO DE POTÁSSIO (KNbO₃) VIA MÉTODO HIDROTHERMAL ASSISTIDO POR MICROONDAS

Cassiano Americo*; Carlos Pérez Bergmann

*cassiano.americo@hotmail.com

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – LACER/UFRGS

Introdução

As perovskitas de nióbio (ANbO₃, A = Na, K, Ag, Cu), como o niobato de potássio (KNbO₃), têm despertado grande interesse devido às suas propriedades ópticas não lineares, ferroeletricidade, piezoeletricidade, piroeletricidade e fotocatalíticas. Numerosos métodos de síntese têm sido usados para obter KNbO₃. A síntese hidrotermal assistida por microondas pode produzir materiais com diferentes morfologias (nanofios, nanotubos, nanocubos e nanotubos) de KNbO₃. Este método oferece uma alta taxa de aquecimento, o que leva a uma melhor dissolução dos precursores. A energia de microondas promove a distribuição não uniforme de energia dentro do reator para aquecer o sistema de forma eficiente e rápida. Consequentemente, a taxa de reação aumenta e acelera o processo de cristalização. Este trabalho oferece uma investigação sistemática da razão molar de precursores (KOH e Nb₂O₅) e como essa relação afeta a morfologia da KNbO₃ obtida pelo MHS.

Materiais e Métodos

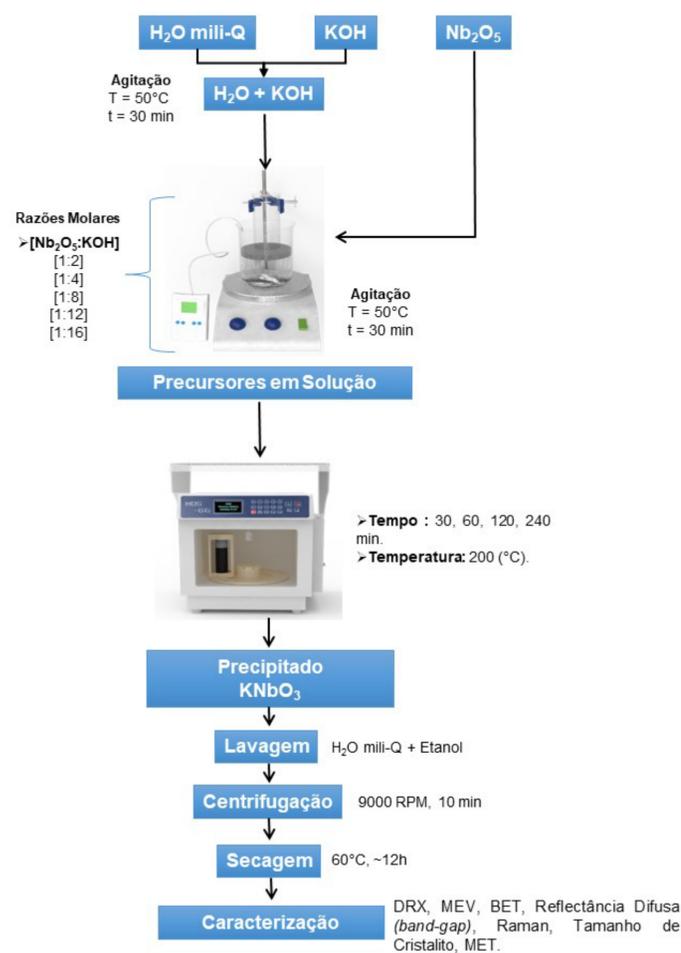


Figura 1: Metodologia utilizada no trabalho

Resultados e Discussões

Caracterização Estrutural

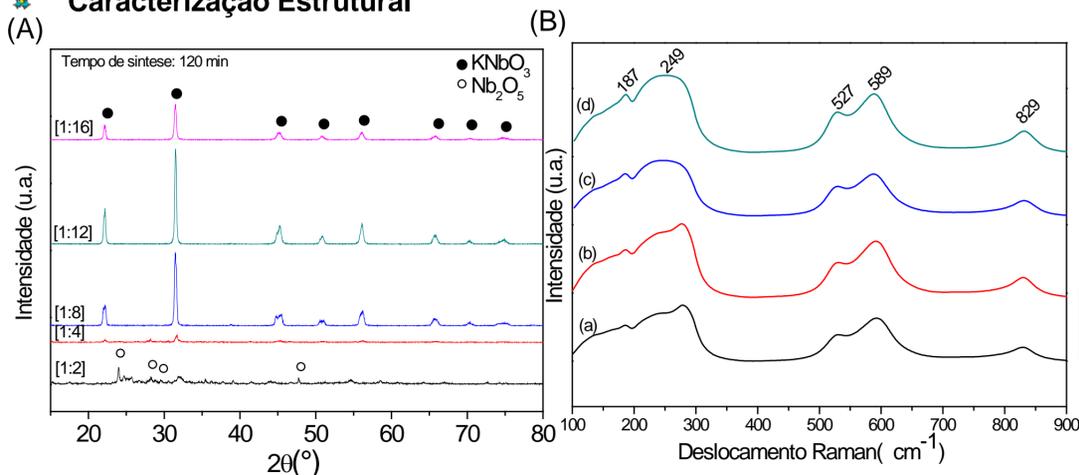


Figura 2: (A) DRX do KNbO₃ sintetizados por microondas a 200 °C, após 120 min, em função das razões molares [1: 2] (JCPDS 016-0053), [1:4], [1:8] (JCPDS 01 -071-0946), [1:12] e [1:16] (JCPDS 01-032-0822) (B) Espectro Raman de KNbO₃ sintetizado por microondas a 200 °C, como função das razões molares [1: 8] (a) 30 min b) 240 min; [1:12] (c) 30 min, (d) 240 min.

Caracterização morfológica

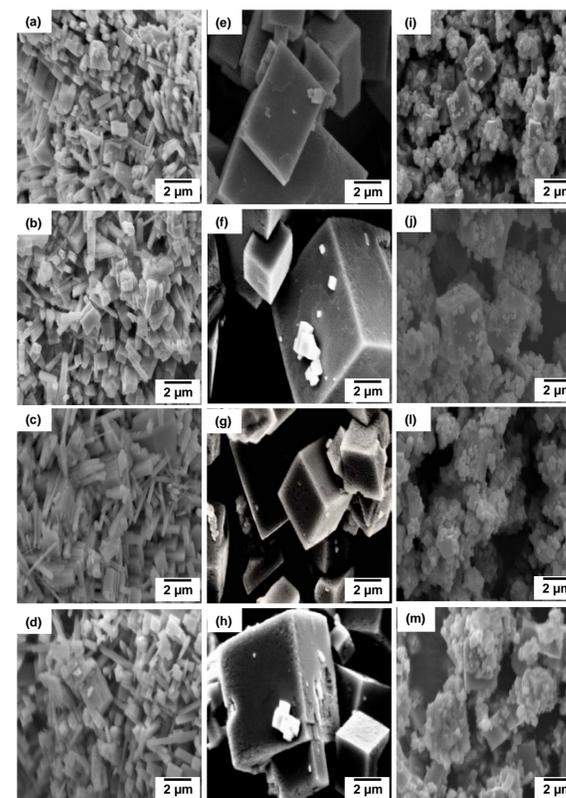


Figura 3: Imagens de MEV dos pós de KNbO₃ de sintetizados por microondas a 200 °C, em função do tempo de síntese e concentração de KOH: [1:8] (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 120 min, (d) 240 min; [1:12] (e) 30 min, (f) 60 min, (g) 120 min, (h) 240 min; [1:16] (i) 30 min, (j) 60 min, (l) 120 min, (m) 240 min.

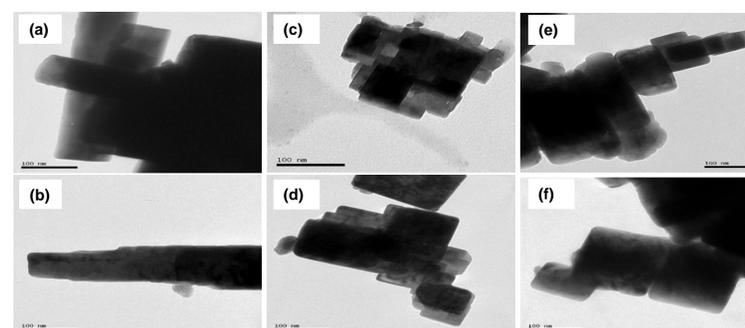


Figura 4: Imagens de MET dos pós de KNbO₃ sintetizados por microondas a 200 °C, em função do tempo de síntese e concentração de KOH: [1:8] (a) 30 min, (b) 240 min; [1:12] (c) 30 min, (d) 240 min; [1:16] (e) 30 min, (f) 240 min.

Band-gap (eV) e Tamanho de Cristalito (nm)

Tabela 1: Band-gap (eV) e tamanho de cristalito do KNbO₃ sintetizado pelo método hidrotermal assistido por microondas a 200 °C com tempo de síntese de 30, 60, 120 e 240 min nas razões molares [1:8],[1:12] e [1:16].

Tempo de síntese (min)	Band-gap (eV)			Tamanho de cristalito(nm) (Equação de Scherrer)		
	[1:8]	[1:12]	[1:16]	[1:8]	[1:12]	[1:16]
30	3.14 ±0.50	3.21 ±1.03	3.37 ±0.30	33.9	46.5	35
60	3.15 ±0.26	3.20 ±0.71	3.35 ±0.25	37.0	52.3	33.8
120	3.16 ±0.27	3.23 ±0.84	3.38 ±0.49	42.6	45.9	33.4
240	3.15 ±0.01	3.20 ±0.87	3.36 ±0.29	46.4	46.7	35.4

Conclusão

- Foi possível obter KNbO₃ nanoestruturado por meio da síntese hidrotermal assistida a microondas;
- O tempo de síntese influenciou diretamente na cristalinidade das fases formadas devido ao aumento da cinética de cristalização causada pelas microondas;
- A morfologia do KNbO₃ sintetizado com simetria ortorrômbica é dependente do tempo de síntese e da razão molar [Nb₂O₅:KOH] ([1:8] a [1:16]M). O tamanho do cristalito variou de 33 a 52 nm, valores calculados pela equação de Scherrer e confirmados por imagens de MET;
- A energia do band gap para as diferentes proporções molares apresentou valores na faixa de 3,1 eV a 3,3 eV, o que indica potencial uso em diferentes aplicações em processos envolvendo fotodegradação, por exemplo;