

SÍNTESE PELO MÉTODO HIDROTHERMAL DE NIOBATOS ALCALINOS NANOPARTICULADOS PARA FOTOCATÁLISE.

Thalita Souza Silva¹ (IC), Guilherme Oliveira Siqueira (PQ)¹

¹Universidade Federal de Itajubá.

Palavras-chave: Niobato. Hidrotermal. Fotocatálise. Semicondutores. Nanomateriais.

Introdução

Os niobatos alcalinos nanoparticulados são materiais promissores para o desenvolvimento de dispositivos piezoelétricos e ópticos, são mais ecológicos e menos tóxicos que aqueles à base de chumbo. (Wu et al., 2009). Eles podem ser sintetizados em diferentes formas, como nanofios, nanotubos, nanofolhas e nanopartículas. (Wermuth et al., 2019). Essas nanoestruturas podem resultar em propriedades diferentes das cerâmicas bulk, como maior área superficial, maior densidade de defeitos, maior anisotropia, confinamento quântico e maior atividade fotocatalítica. Essas propriedades resultam na possibilidade da utilização desses materiais em aplicações como na decomposição de poluentes orgânicos.

Esses materiais podem ser obtidos através da rota hidrotermal, um método à alta pressão que possibilita diminuir o tempo de produção do material, maior controle do crescimento dos cristais e da sua morfologia, além de proporcionar um maior controle das variáveis de síntese. Esse trabalho tem como objetivo obter materiais nanoparticulados a base de niobatos alcalinos por rota hidrotermal para aplicação fotocatalítica. Desse modo, foram sintetizados os niobato de lítio, sódio e potássio nas seguintes condições de reação: temperatura 160 e 200 °C e tempo 6 e 24h.

Metodologia

Os materiais foram sintetizados por rota hidrotermal. A síntese foi realizada em sistema montado pelos pesquisadores, ilustrado na Figura 1, constituído por uma autoclave de aço munido com manômetro, válvula de alívio de pressão e uma sonda para termopar, uma resistência elétrica em manta e um sistema eletrônico para controle da temperatura projetado para controle PI preciso.

Figura 1 – Sistema de Síntese.



Fonte: Os Autores.

Os reagentes utilizados foram hidróxido de lítio (Li OH. H₂O), hidróxido de sódio (NaOH) hidróxido de potássio (KOH); oxalato amoniacal de Nióbio; água destilada e acetona.

Para a síntese desses materiais primeiramente preparou-se duas soluções: uma solução com o hidróxido alcalino e água destilada e outra com oxalato amoniacal de nióbio e água destilada.

Em seguida, misturou-se as duas soluções e deixou em agitação por 30 min; A solução obtida foi colocada no recipiente de teflon e realizou-se a síntese dos niobatos em autoclave à 160 e 200°C por 6 e 24h. A Tabela 1 representa as condições de síntese realizadas.

A purificação foi realizada por centrifugação. Realizou-se a lavagem três vezes com água destilada e uma vez com acetona. O material obtido foi levado à estufa para secagem por 24h e caracterizado por DRX, MEV e BET.

Tabela 1 – Condições de Síntese.

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (h)
LiNbO ₃ 160°C – 6h	160	6
LiNbO ₃ 200°C – 24h	200	24
NaNbO ₃ 160°C – 6h	160	6
NaNbO ₃ 200°C – 24h	200	24
KNbO ₃ 160°C – 6h	160	6
KNbO ₃ 200°C – 24h	200	24

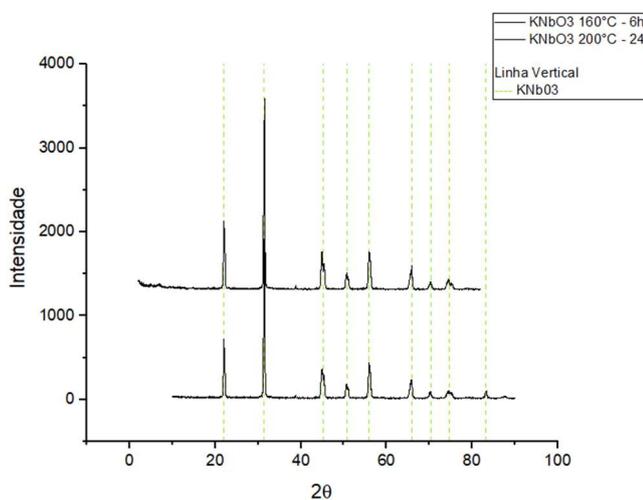
Fonte: Os autores.

Ademais, com o objetivo de compreender sobre como ocorre do processo de fotocatalise, realizou-se um teste fotocatalítico utilizando de óxido de titânio (TiO₂). Utilizou-se 80 ml de uma solução de 50 ppm de Índigo Carmim, adicionou-se 0,16 g de TiO₂ e analisou-se a decomposição desse corante em agitação e com incidência de luz UV, tirando alíquotas em intervalos de tempo de 10 minutos para análise no UV-Vis.

Resultados e discussão

Por meio da técnica de Difração de Raios X, foi possível verificar a obtenção de uma fase única do Niobato de Potássio em ambas condições de síntese, como observado na Figura 2. Ademais, também foi possível a obtenção do niobato de sódio.

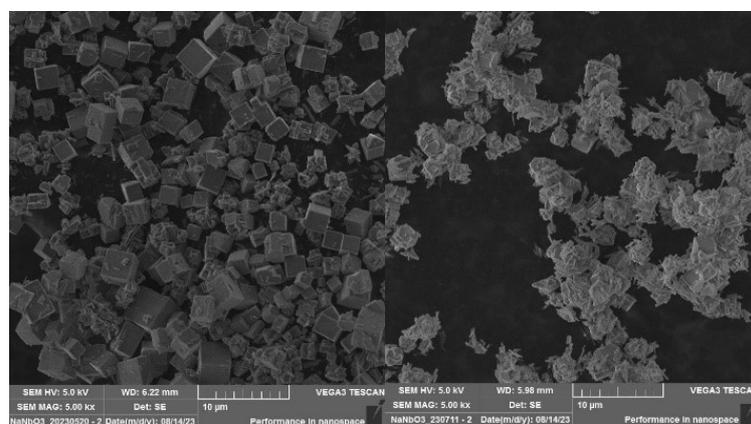
Figura 2- Difratoograma Niobato de Potássio.



Fonte: Os autores.

As imagens de MEV obtidas permite analisar a morfologia do material obtido. Variando as condições de síntese foi possível obter materiais com formatos cúbicos como o niobato de sódio apresentado na Figura 3, à esquerda (NaNbO₃, 160°C- 6h) e com formato mais alongado como na imagem à direita (NaNbO₃, 200°C – 24h). No entanto, para amostras de potássio e lítio, as imagens de MEV mostraram aglomerados de partículas muito pequenas e não foi possível apresentar conclusões sobre o tamanho de partícula devido á limitações da técnica.

Figura 3 – MEV Niobato de Sódio.



Fonte: Os autores.

A Tabela 2 apresenta um resumo dos resultados das caracterizações realizadas.

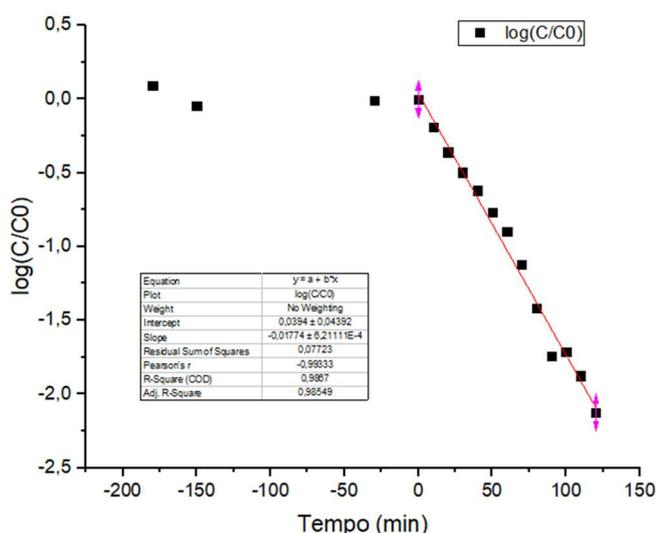
Tabela 2 – Resumo das Caracterizações Realizadas.

Amostras	DRX	MEV	Área Superficial (m ² /g)
LiNbO ₃ 160°C – 6h	Não Realizado	Aglomerado de partículas	Não realizado
LiNbO ₃ 200°C – 24h	Não Realizado	Aglomerado de partículas	Não realizado
NaNbO ₃ 160°C – 6h	Estrutura Monoclínica	Aglomerado de partículas cúbicas	2.093
NaNbO ₃ 200°C – 24h	Estrutura Monoclínica	Aglomerado de partículas mais alongadas	Não realizado
KNbO ₃ 160°C – 6h	Estrutura Ortorrômbica	Aglomerado de partículas	2.058
KNbO ₃ 200°C – 24h	Estrutura Ortorrômbica	Aglomerado de partículas	3.267

Fonte: Os autores.

O teste fotocatalítico realizado permitiu perceber a degradação do corante, através de uma diminuição da concentração após 2 horas, como ilustrado na Figura 4.

Figura 4 – Gráfico Concentração x Tempo



Fonte: Os autores.

Conclusões

A partir das sínteses propostas foi possível a obtenção do KNbO₃ e do NaNbO₃ nas condições: 160 e 200°C por 6 e 24 horas, respectivamente, além da caracterização desses materiais quanto estrutura e morfologia.

O teste fotocatalítico possibilitou entendimento sobre esse processo, além de atestar a propriedade fotocatalítica do óxido de titânio.

Agradecimentos



FAPEMIG (RED-00144-22).

Referências

Wermuth, T. B.; Baibich, M. N.; Ribeiro, T. M. H.; Bergmann, C. P. "The rapid synthesis of nanostructured orthorhombic KNbO₃ particles by a microwave-assisted hydrothermal method and their characterization". *Ceramics International*, 2018.

Wu, S.Y.; Liu, X. Q.; Chen, X. M. "Hydrothermal synthesis of NaNbO₃ with low NaOH concentration." *Ceramics International*, 2010.