

Caracterização Estrutural do $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ Sintetizado via Método Poliol Modificado

Leandra O. Salmazo (IC)*, Cibely S. Martin (IC), Gabriel M. M. Shinohara (IC), Silvania Lanfredi (PQ), Marcos A. L. Nobre (PQ).

* lesalmazo@yahoo.com.br

Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais (LaCCeF) – Departamento de Física, Química e Biologia (DFQB)
Faculdade de Ciências e Tecnologia (FCT) – Universidade Estadual Paulista (UNESP)
CP 467 – CEP 19.060-900 – Presidente Prudente/SP

Palavras Chave: $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$, DRX, FTIR.

Introdução

Cerâmicas com estequiometria $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$ (KSN) apresentam potencial de aplicação em dispositivos sensores, atuadores, memórias, transdutores, filtros e capacitores^[1]. O processo de síntese química adotado para sintetizar o KSN foi denominado como Método Poliol Modificado (MPM) e apresenta as seguintes vantagens: a presença de reduzida fração orgânica, um pequeno número de etapas de preparação, insumos de baixo custo e capacidade de obtenção de pós monofásicos ultrafinos nanoestruturados^[2].

Neste trabalho, a preparação da fase KSN através do MPM foi investigada.

Resultados e Discussão

Síntese da fase $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$: Os reagentes de partida utilizados foram carbonato de potássio (K_2CO_3), carbonato de estrôncio (SrCO_3) e sal complexo de nióbio ($(\text{NH}_4)_2\text{H}_2[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$). O MPM consiste na dissolução em ácido nítrico de todos os sais precursores da fase KSN. Após a dissolução, adiciona-se etilenoglicol com aquecimento gradual. Na sequência, o material sofre uma calcinação parcial em atmosfera de nitrogênio. O material resultante é moído e calcinado em diferentes temperaturas por 1 hora.

Caracterização estrutural: O pó obtido foi caracterizado por difração de raios-X (DRX) no intervalo de $5^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$ e por espectroscopia na região do infravermelho (FTIR). A Figura 1 mostra o difratograma do $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$. Observa-se a formação gradual (cristalização) da fase KSN com aumento das temperaturas de calcinação^[3]. A Figura 2 mostra o espectro de absorção na região do infravermelho em função da temperatura. Os primeiros núcleos cristalinos formam-se ao redor de 650°C (Figura 1). A partir desta temperatura, todo material orgânico é eliminado durante o processo de pirólise. De acordo com os espectros de absorção no infravermelho, acima de 650°C ocorre a extinção das bandas localizadas entre 3000 e 1400 cm^{-1} associadas a ligações carbônicas C–H, C–O e C=O^[4].

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

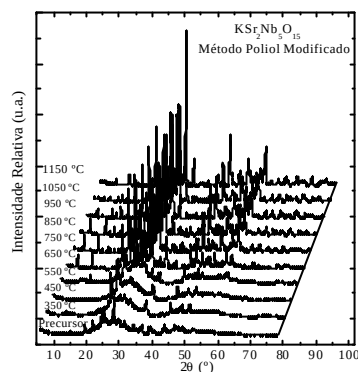


Figura 1. Difração de raios-X do KSN.

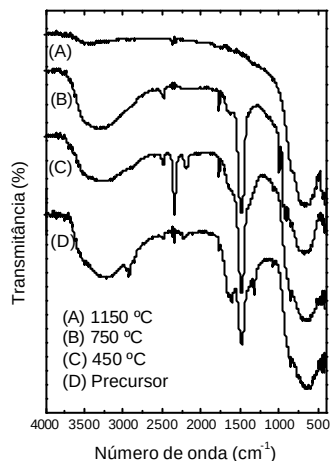


Figura 2. Espectroscopia no infravermelho do KSN.

Conclusões

O Método Poliol Modificado mostra-se efetivo e eficaz para a síntese do $\text{KSr}_2\text{Nb}_5\text{O}_{15}$.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq/PIBIC/UNESP e CBMM – Brasil.

¹ Lanfredi, S.; Trindade, L. R.; Barros, A. R.; Feitosa, N. R.; Nobre, M. A. L. *Ceram.* **2005**, 51, 151.

² Xu, Y.; Huang, G.; Long, H. *Ceram. Inter.* **2003**, 29, 837.

³ Nobre, M. A. L. Dissertação de Mestrado, UFSCar, **1995**.

⁴ Lanfredi, S. Dissertação de Mestrado, UFSCar, **1993**.