

Investigação da Viabilidade do Método Poliol Modificado na Síntese de Niobatos Alcalinos

Leandra O. Salmazo (IC)*, Iara A. O. Brito (IC), Gabriel M. M. Shinohara (IC), Sylvania 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: LiNbO_3 , $\text{LiNbO}_3\text{:Fe}$, DRX.

Introdução

Niobatos de metais alcalinos como o LiNbO_3 (LN) têm atraído interesses nos setores científicos e técnico-industriais, atuando como guia de onda óptico, materiais ferroelétricos, semicondutores e antiferroelétricos^[1]. O LN dopado por ferro é um material promissor para aplicações na ótica não-linear, uma vez que os íons ferro induzem o fenômeno foto-refrativo^[2]. O Método Poliol Modificado (MPM) possibilita a preparação de quantidades razoáveis de material, um pequeno número de etapas de preparação e capacidade de obtenção de pós monofásicos, ultrafinos e nanoestruturados^[3]. O objetivo deste trabalho é sintetizar o LiNbO_3 puro e dopado com ferro através do MPM em temperaturas menores que as necessárias em outros processos de síntese.

Resultados e Discussão

Síntese do LiNbO_3 e $\text{Li}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{NbO}_3$: Os reagentes de partida utilizados para a síntese dos precursores foram carbonato de lítio (Li_2CO_3), sal complexo de nióbio ($\text{NH}_4\text{H}_2[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) e óxido de ferro (Fe_2O_3). Inicialmente foi realizada a dissolução de todos os sais precursores em ácido nítrico. Após a dissolução, adicionou-se etilenoglicol com aquecimento gradual. Na seqüência, o material sofre uma calcinação parcial, em atmosfera de nitrogênio. O material resultante é moído em almofariz de ágata e passado por peneira 325 mesh. A calcinação foi realizada em duas temperaturas de patamar 350 °C durante 1 h e 900 °C por 2 h. A taxa de aquecimento utilizada foi de 5 °C/min e fluxo de oxigênio de 500 mL/min.

Caracterização Estrutural: Os pós de $\text{Li}_{0.79}\text{Fe}_{0.07}\text{NbO}_3$ e LiNbO_3 obtidos foram caracterizados por difração de raios-X (DRX) no intervalo de $5^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$. As Figuras 1 e 2 mostram os difratogramas do pó precursor e calcinado do LiNbO_3 e $\text{LiNbO}_3\text{:Fe}$, respectivamente. A presença da maioria das linhas características e de alta intensidade do niobato de lítio puro e dopado no pó precursor indica alto grau de cristalinidade. Assim, o precursor mostra

característica amorfa. Portanto, em temperaturas de calcinação ao redor de 650 °C, o material apresenta cristalinidade evidenciando que o MPM se sobressai aos métodos convencionais.

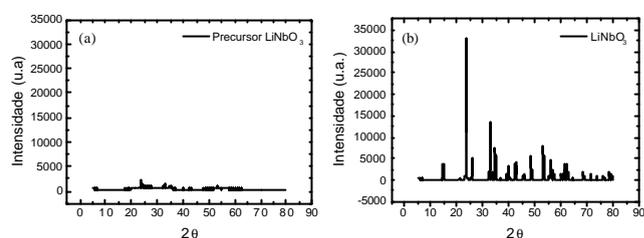


Figura 1. Difratogramas de raios-X do LiNbO_3 . (a) pó precursor. (b) LiNbO_3 .

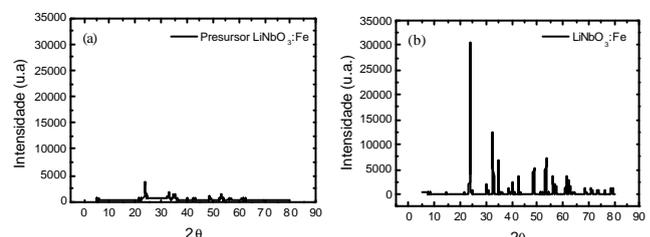


Figura 2. Difratogramas de raios-X do $\text{Li}_{0.79}\text{Fe}_{0.07}\text{NbO}_3$. (a) pó precursor. (b) $\text{LiNbO}_3\text{:Fe}$.

De acordo com as Figuras 1 e 2, a cristalinidade aumentou de modo efetivo durante o processo de calcinação. As linhas de difração estão de acordo com a ficha ASTM 20-631, indicando que a fase obtida é a fase romboédrica do niobato de lítio.

Conclusões

O MPM mostra-se efetivo para a síntese de niobatos em baixas temperaturas e tempo de calcinação.

Agradecimentos

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

¹ Nobre, M. A. L.; Lanfredi S. *J. Appl. Phys.* **2003**, *83*, 3102.

² Peterson, G. E.; Glass, A. M.; Negran, T. *J. Appl. Phys. Lett.* **1971**, *19*, 130.

³ Xu, Y.; Huang, G.; Long, H. *Ceram. Inter.* **2003**, *29*, 837.