

Síntese hidrotérmica de niobatos de bismuto (α -BiNbO₄ e β -BiNbO₄)

Milena da S. C. Brotas (IC), Camila A. Teles (IC), Heloysa M. C. Andrade (PQ), Luciana A. da Silva (PQ), Artur J. S. Mascarenhas* (PQ).

Laboratório de Catálise e Materiais, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, R. Barão de Jeremoabo, s/n, Campus de Ondina, CEP 40170-280, Salvador-BA. * artur@ufba.br

Palavras Chave: niobatos de bismuto, BiNbO₄, síntese hidrotérmica.

Introdução

Os niobatos de bismuto são materiais estratégicos em tecnologia de ponta, devido às suas propriedades ferroelétricas, optoeletrônicas e eficiente luminescência, e ainda por apresentarem propriedades catalíticas e fotocatalíticas. O BiNbO₄ apresenta dois polimorfos: a fase triclinica, conhecida como a estrutura tipo β , estável em altas temperaturas ($T > 1020^\circ\text{C}$), e ortorrômbica, denominada tipo α , estável em temperaturas mais baixas ($900 < T < 1020^\circ\text{C}$)¹.

Os niobatos BiNbO₄ são geralmente preparados pelo método de reação no estado sólido. Métodos alternativos têm sido investigados no sentido de obter niobatos de bismuto de boa cristalinidade, homogeneidade e nanoparticulados em condições mais brandas de reação. Recentemente foram relatados na literatura a obtenção de BiNbO₄ pelos métodos de coprecipitação² e dos precursores poliméricos³.

Neste trabalho, investigou-se o método de síntese hidrotérmica na obtenção dos niobatos de bismuto.

Resultados e Discussão

A síntese dos niobatos de bismuto foi conduzida empregando nitrato básico de bismuto, Bi₅H₉N₄O₂₂ (Vetec, PA) e Nb₂O₅.nH₂O (CBMM, 76,3%) como precursores. Todas as sínteses foram realizadas empregando as razões molares mostradas na Tabela 1 e o pH foi ajustado com solução 1,0 mol.L⁻¹ de KOH. As suspensões foram submetidas a tratamento hidrotérmico a 150°C por 24 h, filtradas, lavadas com água deionizada e secas em estufa a 80°C, por 12 h. As amostras foram calcinadas em 600, 700 e 800°C, por 6 h.

Tabela 1. Condições empregadas na síntese hidrotérmica de BiNbO₄.

Amostra	Bi/Nb	H ₂ O/Nb ₂ O ₅	pH
AJ312	1,0	813	9,0
AJ313	1,0	813	10,0
AJ314	1,0	813	11,0
AJ316	1,0	813	13,0
AJ317	1,0	813	14,0

Os difratogramas de raios-X das amostras recém-preparadas com pH = 9 – 11 indicam a presença de

da fase hidroxinitrato de dioxobismuto, [Bi₂O₂](OH)(NO₃), que é uma fase lamelar, nas quais as lamelas [Bi₂O₂]²⁺ estão intercaladas com duas camadas de ânions hidroxila e nitrato⁴.

A calcinação destas amostras a 600°C resulta na formação de β -BiNbO₄, contaminado com α -BiNbO₄, β -Bi₂O₃ e Bi₅Nb₃O₁₅. O aumento da temperatura para 700°C, resulta num aumento da fase ortorrômbica, em detrimento da fase triclinica. A 800°C, observa-se primariamente a fase α -BiNbO₄, mas ainda contaminada por Bi₅Nb₃O₁₅. Os resultados são mostrados na Figura 1 para a amostra obtida a pH = 11.

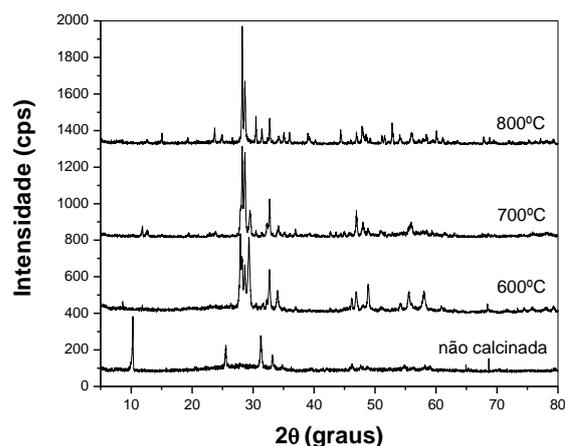


Figura 1. Difratogramas da amostra AJ314 recém-preparada e calcinada a 600, 700 e 800°C.

As amostras recém-preparadas com pH = 13 e 14 resultaram na formação de misturas de Bi₃NbO₇ (PDF 50-0087) e Bi₅Nb₃O₁₅ (PDF 39-0939).

Conclusões

O método de síntese hidrotérmica é promissor na obtenção de α -BiNbO₄ ou β -BiNbO₄. O controle da fase desejada pode ser realizada tanto por controle dos parâmetros reacionais como pela temperatura de calcinação.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

¹ Zou, Z.; Arakawa, H. *J. Mater. Res.* **2002**, *17*, 1446.

² Radha, R. et al. *Ceram. Int.* **2008**, *34*, 1565.

³ Wang, N. et al. *Mater. Lett.* **2003**, *57*, 4009.

⁴ Henry, N. et al. *Zeitschrift fuer Naturforschung B.* **2005**, *60*, 322.