

PREPARAÇÃO DO NIOBATO DE SÓDIO (NaNbO_3) A PARTIR DO NIOBIO METÁLICO

L.M.S. Azevedo; M.H. Prado da Silva; L.H.L. Louro,
Praça General Tibúrcio, 80, Praia Vermelha - Rio de Janeiro – RJ

CEP: 22290-270

email: lucianamaria.azevedo@gmail.com

Laboratório de Cerâmicas - IME

RESUMO

Niobato de sódio é um material dielétrico potencialmente importante por suas propriedades piezoelétricas. Possui estrutura do tipo perovskita, na sua forma mais estável. Neste trabalho, propõe-se uma nova rota de preparação do NaNbO_3 , utilizando o Nióbio metálico em uma solução aquosa de hidróxido de sódio à baixas temperaturas.

Palavras-chave: Nióbio metálico, niobato de sódio, hidróxido de sódio

INTRODUÇÃO

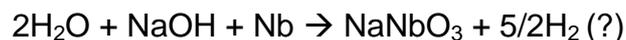
O Niobato de sódio é uma cerâmica que a temperatura ambiente tem uma estrutura ortorrômbica, grupo espacial $Pbma$. O interesse por esse material baseia-se na sua fase perovskita que exibe propriedades piezoelétricas.

Existe uma variedade de rotas de preparação do NaNbO_3 [2] que utilizam, em sua maioria, o pentóxido de nióbio. Neste trabalho propõe-se uma rota de obtenção do NaNbO_3 através do Nióbio metálico. [3]

O Nióbio é um metal de transição, inerte e de difícil reação com outros elementos exceto o oxigênio, com o qual reage facilmente. O Brasil possui uma das maiores reservas de Nióbio do mundo daí o interesse em trabalhar com este elemento.

MATERIAIS E MÉTODOS

O procedimento experimental de obtenção do Niobato de Sódio consiste em adicionar o Nióbio metálico a uma solução aquosa e Hidróxido de Sódio segundo uma reação abaixo:



A mistura assim obtida foi aquecida em uma estufa a uma temperatura de 80°C por um período de 24h. Três amostras distintas foram obtidas para diferentes molaridades da solução de NaOH em água: 1M, 3M e posteriormente, 0,5M.

Para a obtenção da primeira amostra foram adicionados 3,66g NaOH , em 91,45 mL de água ultra pura obtendo uma solução aquosa de molaridade 1M. Adicionou-se a esta solução 8,506g de Nb metálico, para a obtenção de 15g de niobato de sódio

Na preparação da segunda amostra, 12g de NaOH foram adicionados a 100mL de água para a obtenção de uma solução 3 molar e 27,9g de Nb metálico foram adicionados a essa solução.

A terceira amostra foi preparada adicionando-se 3,99g de NaOH em água afim de formar 200mL de uma solução 0.5 molar e 9,29g de Nb foram adicionados à esta solução.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A morfologia das amostras foi analisada por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) usando um microscópio JEOL modelo JSM-5800-LV (Laboratório de Microscopia Eletrônica do IME).

A composição química qualitativa das amostras foi analisada por espectros de Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). A identificação das fases cristalinas foi realizada por difração de raios-X (Difratômetro X'Pert PRO (Philips, Panalytical- Laboratório de Difração de Raios- X do CBPF).

As análises em MEV e as imagens microscopia óptica, mostram que os precipitados obtidos em ambas as amostras exibem formato geométrico prismático com uma grande variação quanto ao tamanho e ainda apresentam aglomerados.

A amostra 1M apresentou um maior crescimento de precipitados em relação a amostra 3M, conforme pode-se observar na figura 1. A primeira apresentou tamanho de precipitados estimado entre 38 μm e 71 μm , enquanto a amostra 3M apresentou precipitados variando entre 19 μm e 38 μm .

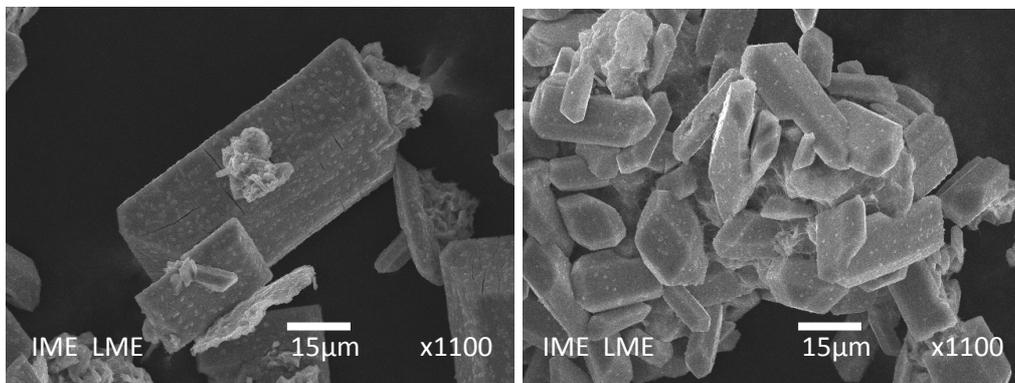
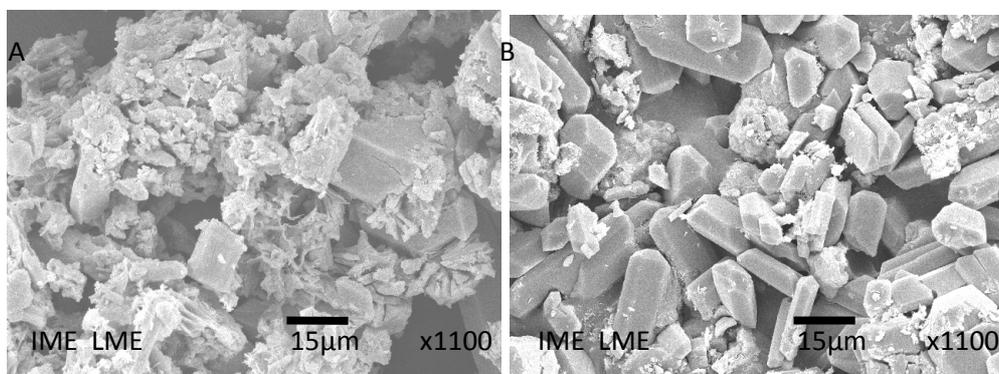


Figura 1- Imagens em MEV das amostras 1M(a) e 3M(b)

Verificou-se também a presença de alguns fragmentos de aglomerados do material, conforme pode se observar na figura 2, sendo que na amostra 1M há uma maior presença desses fragmentos.



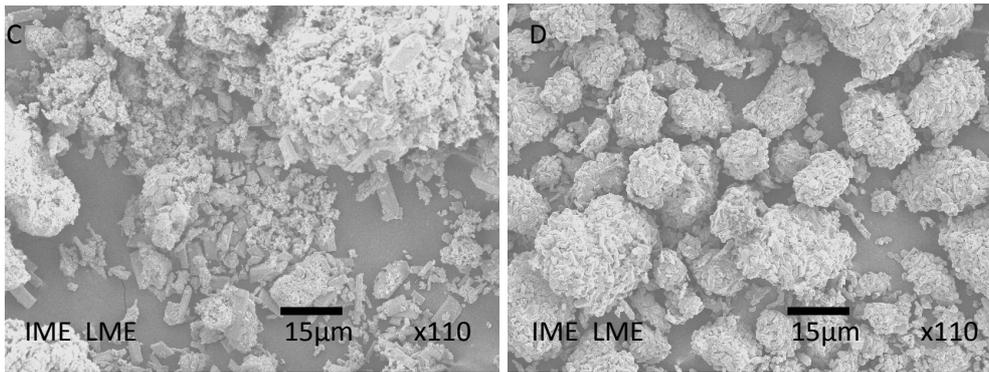


Figura 2- A e C imagens em MEV da amostra 1M; B e D imagens em MEV da amostra 3M

As análises em EDS apontam a presença dos elementos Na, Nb, e O, obedecendo a razão 1:1:3, conforme mostra a tabela 1, o que sugere a obtenção de NaNbO_3 através dessa rota de preparação. Para identificar a composição dos diferentes precipitados apresentados, foram selecionados dois pontos distintos de cada uma das três amostras, os quais foram denominados: precipitado facetado e aglomerado.

Os resultados preliminares dos EDS indicaram um resultado positivo nesta rota de preparação, mas ao fazer as análises iniciais em DRX pelo método de Rietveld, estas indicaram que a formação do Niobato de sódio se deu em quantidade muito pequena, aproximadamente 15%, e que houve uma sobra relevante de NaOH, 80%. A partir destes resultados, optou-se por diminuir a molaridade da solução de NaOH em água para 0,5 molar.

A análise morfologia em MEV indicou um maior crescimento dos precipitados 0,5M em relação às amostras anteriores, conforme mostra a figura 3.

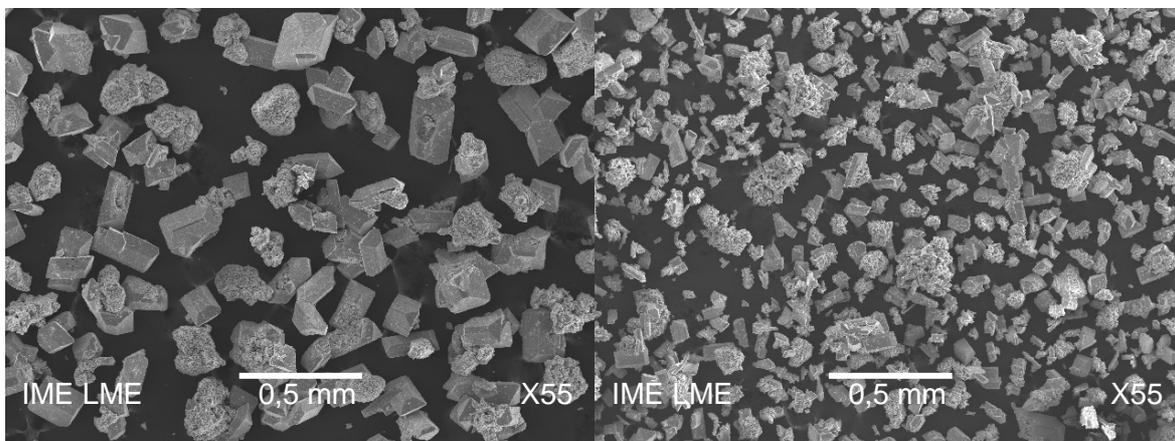


Figura 3- Imagens em MEV das amostras 0,5M e 1M, respectivamente

As análises em EDS das amostras 0,5M mostram que a fase amorfa apresenta uma grande concentração de sódio, conforme mostra a figura 6, de onde se conclui que este precipitado amorfo é uma sobra de NaOH.

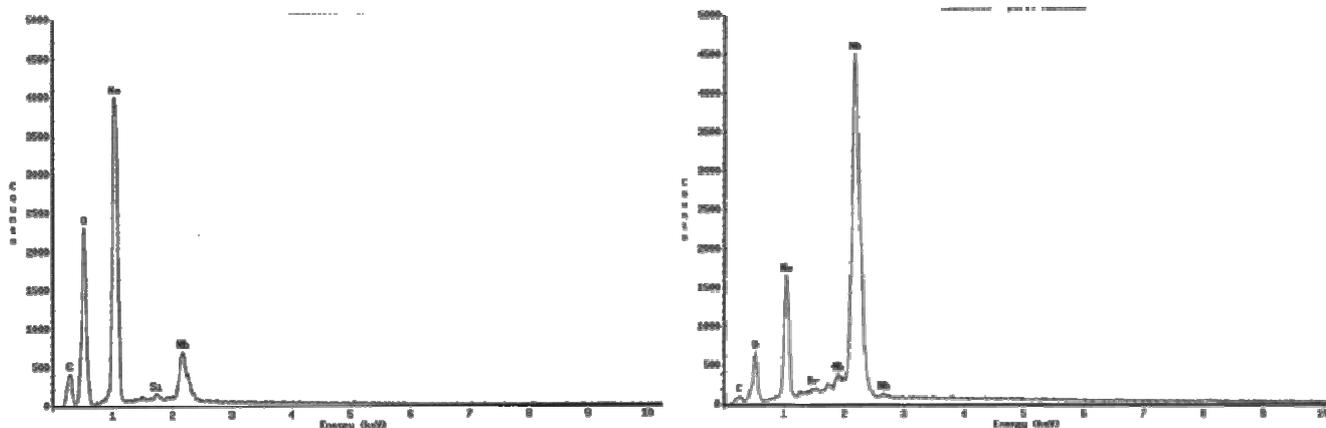


Figura 4 – EDS do precipitado amorfo (a) e do precipitado facetado(b) da amostra 0,5M.

Tabela 1 – Porcentagem atômica dos elementos presentes nas amostras 3M, 1M e 0,5M

Elemento	% atômica – 3M		% atômica – 1M		% atômica – 0,5M	
	Precipitado amorfo	Precipitado facetado	Precipitado amorfo	Precipitado facetado	Precipitado amorfo	Precipitado facetado
Na – K	16,04	17,23	13,36	18,55	55,45	19,76
Nb – L	20,95	19,74	21,75	19,56	4,23	20,06
O – K	61,66	60,26	62,72	59,38	39,65	60,03
O/Na	3,84	3,49	4,69	3,20	0,71	3,04
O/Nb	2,93	3,05	2,88	3,04	9,37	2,99

CONCLUSÃO

Os resultados obtidos indicam o sucesso aparente da rota de preparação proposta, contudo com um rendimento ainda muito baixo. Um próximo passo seria alterar alguns dos parâmetros, como o tempo de preparo e a temperatura, visando um melhor rendimento.

REFERÊNCIAS

[1] Yunfei Chang, Zupei Yang, Mingyuan Dong, Zonghuai Liu, Zenglin Wang Phase structure, morphology, and Raman characteristics of NaNbO_3 particles synthesized by different methods. **Materials Research Bulletin**, *In Press, Corrected Proof*, Available online 3 August 2008,

[2] Mehta A, Navrotsky A, Kumada N, Kinomura N (1992) Structural transitions in LiNbO_3 and NaNbO_3 . **J Solid State Chem** 102: 213–225

[3] A. Castro, B. Jimenez, T. Hungria, A. Moure and L. Pardo, Sodium niobate ceramics prepared by mechanical activation assisted methods, **J. Eur. Cer. Soc.** 24 (2004), p. 941.

TITLE: PREPARING SODIUM NIOBATE (NaNbO_3) USING METALLIC NIOBIUM

ABSTRACT

Sodium niobate is a dielectric material potentially important due to its piezoelectric characteristics. In its most stable form, it possesses perovskite structure. In the present study, a new route for preparing NaNbO_3 using metallic niobium in a NaOH solution at low temperatures is proposed.

Key-words: metallic niobium, sodium niobate, sodium hydroxide