

**XU** Congresso  
Fluminense  
de Iniciação  
Científica e Tecnológica

**28<sup>o</sup>**

Encontro de  
Iniciação  
Científica  
da UENF

**20<sup>o</sup>**

Círculo de  
Iniciação  
Científica do  
IFFluminense

**16<sup>a</sup>**

Jornada de  
Iniciação  
Científica  
da UFF



**UIII** Congresso  
Fluminense de  
Pós-Graduação

**23<sup>a</sup>**

Mostra de  
Pós-Graduação  
da UENF

**8<sup>a</sup>**

Mostra de  
Pós-Graduação  
do IFFluminense

**8<sup>a</sup>**

Mostra de  
Pós-Graduação  
da UFF

## PRINCIPAIS ROTAS DE SÍNTESE DE NIOBATOS DE CÁLCIO: UMA BREVE REVISÃO

*Andrey Escala Alves, José Nilson França de Holanda*

A síntese de novos compostos cerâmicos através da reação de agentes precursores é uma etapa crucial no processamento cerâmico. Existem diferentes rotas de síntese disponíveis, com variação de custo, que têm impacto direto nas propriedades do material final. Para niobatos de cálcio, que são óxidos cerâmicos estequiométricos do sistema  $\text{CaO-Nb}_2\text{O}_5$ , as principais rotas de síntese utilizadas nas últimas duas décadas são a reação em estado sólido, o método sol-gel e o método Czochralski. A rota de síntese por reação em estado sólido é uma via convencional e simples, que ocorre em altas temperaturas ( $>800^\circ\text{C}$ ), sendo utilizada principalmente para obter pós de niobato de cálcio, especialmente quando é necessária a dopagem com outros elementos terras raras para melhorar as propriedades ótico-eletrônicas. Neste método, é necessário uma boa mistura dos pós precursores em granulometria similar, para que a reação ocorra com sucesso. Os precursores utilizados são o óxido de cálcio e/ou carbonato de cálcio e o pentóxido de nióbio. No entanto, a técnica possui algumas limitações, como a dificuldade de controle da composição final e do tamanho das partículas. A síntese via sol-gel é uma alternativa à rota de reação em estado sólido, que permite uma menor temperatura de síntese ( $600\text{--}700^\circ\text{C}$ ) e melhor controle da composição e microestrutura. Neste método, utiliza-se uma solução contendo partículas finas do composto metálico (sol) que é convertida em uma massa altamente viscosa (gel). Para produção de  $\text{CaNb}_2\text{O}_6$ , utiliza-se o nitrato de cálcio  $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2]$  e etóxido de nióbio  $[\text{Nb}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5]$ . O ácido acético e etileno glicol também são adicionados, pois atuam como agente quelante e estabilizador, respectivamente. No entanto, a técnica possui limitações, como o custo razoável e a sensibilidade à umidade das espécies alcóxidos dos metais precursores. O método Czochralski é uma rota de síntese de alto custo utilizada para produção de monocristais de niobato de cálcio para aplicações em lasers. Este método consiste na fundição dos óxidos precursores e dopantes em um cadinho não reativo, onde uma semente com a direção preferencial desejada é mergulhada no banho fundido e puxada a uma velocidade constante para que a cristalização do material ocorra a partir da semente, resultando em um monocristal. Assim, as diferentes rotas de síntese do niobato de cálcio têm perfis específicos para atender às suas aplicações, sendo a rota por reação em estado sólido ou sol-gel utilizada para aplicação em dispositivos luminescentes ou dielétricos, e a rota pelo método Czochralski para a produção de monocristais para aplicações em lasers.

**Palavras-chave:** Síntese de niobato de cálcio; Niobato de cálcio; reação em estado sólido

*Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais  
CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior*

ORGANIZAÇÃO E REALIZAÇÃO:



APOIO:



**XU** Congresso  
Fluminense  
de Iniciação  
Científica e Tecnológica

**28<sup>o</sup>**  
Encontro de  
Iniciação  
Científica  
da UENF

**20<sup>o</sup>**  
Circuito de  
Iniciação  
Científica do  
IFFluminense

**16<sup>a</sup>**  
Jornada de  
Iniciação  
Científica  
da UFF



**UIII** Congresso  
Fluminense de  
Pós-Graduação

**23<sup>a</sup>**  
Mostra de  
Pós-Graduação  
da UENF

**8<sup>a</sup>**  
Mostra de  
Pós-Graduação  
do IFFluminense

**8<sup>a</sup>**  
Mostra de  
Pós-Graduação  
da UFF

## MAIN PATHWAYS FOR SYNTHESIZING CALCIUM NIOBATES: A BRIEF REVIEW

*Andrey Escala Alves, José Nilson França de Holanda*

The synthesis of new ceramic compounds through the reaction of precursor agents is a crucial step in ceramic processing. There are different synthesis routes available, with varying costs that have a direct impact on the properties of the final material. For calcium niobates, which are stoichiometric ceramic oxides of the  $\text{CaO}-\text{Nb}_2\text{O}_5$  system, the main synthesis routes used in the last two decades are solid-state reaction, sol-gel method, and Czochralski method. The solid-state reaction synthesis route is a conventional and simple route that occurs at high temperatures ( $>800^\circ\text{C}$ ) and is mainly used to obtain calcium niobate powders, especially when doping with other rare earth elements is necessary to improve the optical-electronic properties. In this method, a good mixing of precursor powders with similar granulometry is required for successful reaction. The precursors used are calcium oxide and/or calcium carbonate and niobium pentoxide. However, the technique has some limitations, such as difficulty in controlling the final composition and particle size. The sol-gel synthesis route is an alternative to the solid-state reaction route, which allows for a lower synthesis temperature ( $600-700^\circ\text{C}$ ) and better control of the composition and microstructure. In this method, a solution containing fine particles of the metallic compound (sol) is used, which is converted into a highly viscous mass (gel). For the production of  $\text{CaNb}_2\text{O}_6$ , calcium nitrate [ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ] and niobium ethoxide [ $\text{Nb}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$ ] are used. Acetic acid and ethylene glycol are also added, as they act as chelating and stabilizing agents, respectively. However, the technique has limitations, such as reasonable cost and sensitivity to moisture of the precursor metal alkoxide species. The Czochralski method is a high-cost synthesis route used to produce calcium niobate single crystals for laser applications. This method involves melting the precursor and dopant oxides in a non-reactive crucible, where a seed with the desired preferred direction is immersed in the molten bath and pulled at a constant speed so that the material crystallization occurs from the seed, resulting in a single crystal. Thus, the different synthesis routes of calcium niobate have specific profiles to meet their applications, with the solid-state reaction or sol-gel route used for luminescent or dielectric device applications, and the Czochralski method route to produce single crystals for laser applications.

**Keywords:** Calcium niobate synthesis; Calcium niobate; solid-state reaction

*Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais  
CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior*

ORGANIZAÇÃO E REALIZAÇÃO:



APOIO:

