



Síntese e caracterização Estrutural, Óptica e Térmica do Ortoniobato de cério (CeNbO_4) obtido por moagem mecânica de alta energia.

Luciano da Costa Santos^{1*}, Daniela Menegon Trichês¹, Sérgio Michielon de Souza¹.

¹Universidade Federal do Amazonas, Programa de Pós-graduação em física, Av. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 6200, Coroado I, 69080-900, Manaus AM, Brasil.

* luciano.santos@ufam.edu.br.

Palavras-Chave: Moagem mecânica de alta energia, Difração de raios X, Tratamento térmico.

Introdução

O mercado de terras raras desempenha um papel fundamental na economia global, sendo impulsionado pela crescente necessidade de tecnologias de ponta e pela transição para fontes de energia renováveis [1]. O niobato de cério (CeNbO_4) é uma fergusonita composta pelo elemento cério, uma terra rara com diversas aplicações, como catalisadores automotivos, lentes, vidros, baterias e fósforos para lâmpadas fluorescentes. Além disso, o nióbio, um metal único, possui várias aplicações em ligas de alta resistência utilizadas na indústria aeroespacial, supercondutores, catalisadores e componente eletrônico como capacitores [2]. Diante disso, o objetivo desta pesquisa é sintetizar e caracterizar o niobato de cério utilizando múltiplas técnicas.

Material e Métodos

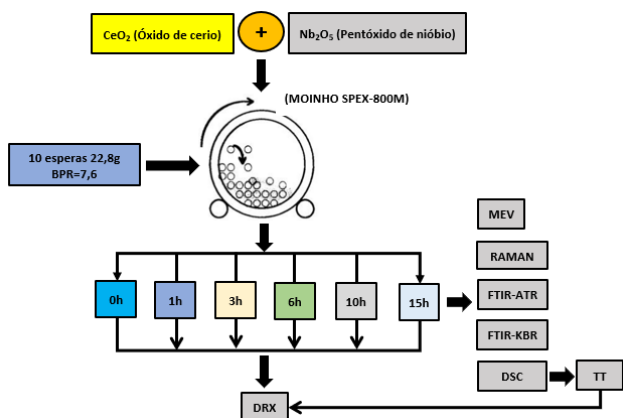


Figura 1 - Fluxograma da metodologia dos procedimentos experimentais.

Resultados e Discussão

A Figura 2 apresenta os padrões de difração de raios X referentes aos CIFS de CeO_2 (ICSD código 88759) e Nb_2O_5 (ICSD código 176081), bem como a evolução da mistura ($\text{CeO}_2 + \text{Nb}_2\text{O}_5$) como-moídas por diferentes períodos (1, 3, 6, 10 e 15 horas), conforme indicado no gráfico. Observa-se a diminuição gradual da intensidade dos picos e o alargamento deles com o aumento do tempo de moagem, indicando perda de cristalinidade e incorporação parcial do Nb_2O_5 na rede do CeO_2 .

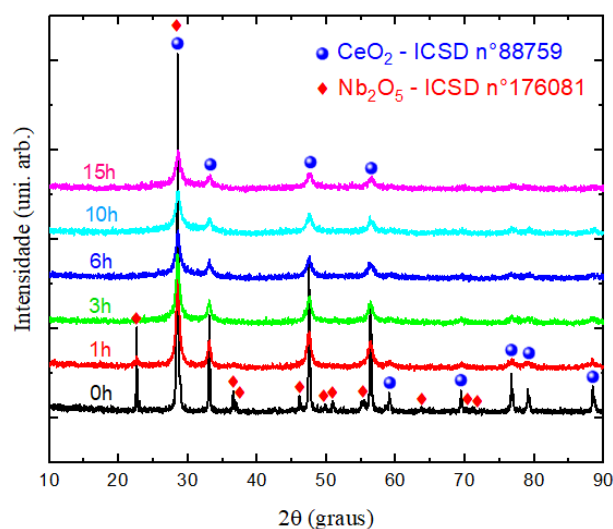


Figura 2 - Evolução da amostra e identificação das fases de acordo com o tempo de moagem.

Observamos na Figura 3, o refinamento pelo método de Rietveld (MR) da amostra moída por uma hora com a deconvoluções das fases presentes onde as fases foram quantificadas e deconvoluídas em 68,87% de CeO_2 e 31,13% de Nb_2O_5 .

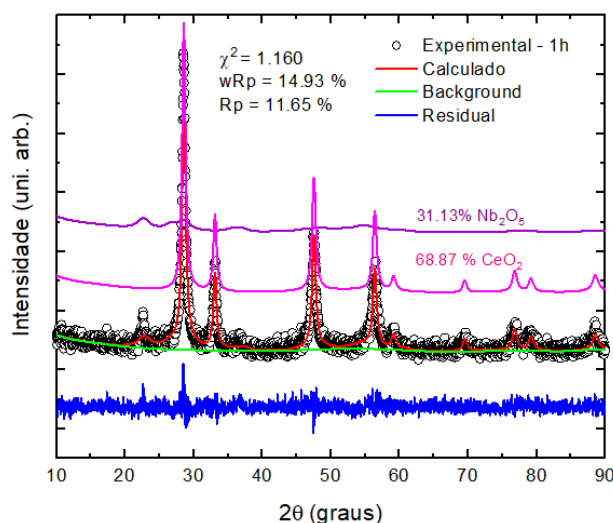


Figura 3 - Refinamento pelo MR da amostra moída por uma hora.

A Figura 4 apresenta o termograma DSC obtido da amostra de $CeO_2 + Nb_2O_5$, resultante da moagem com duração de 15 horas realizada com uma taxa de aquecimento $10^\circ C/min$. Ao examinar o termograma da amostra, observa-se uma linha de base com comportamento endotérmico. Além disso, é notável um pico exotérmico bem definido a $694,841^\circ C$, o qual possivelmente pode estar relacionado com uma transição cristalina, conforme indicado pela literatura [3]. Também é possível observar um pico endotérmico bem acentuado em $879,841^\circ C$ e outro em aproximadamente $940^\circ C$, a qual podem estar associadas a um processo de oxidação [3].

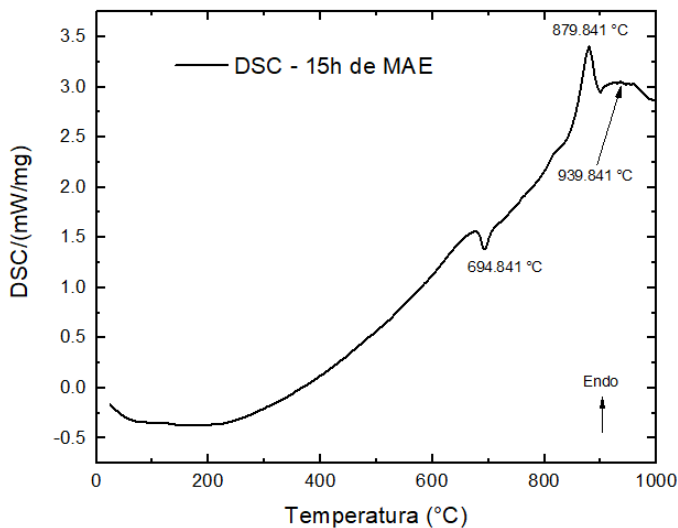


Figura 4 - Curva de DSC da amostra de $CeO_2 + Nb_2O_5$ moída por 15 horas.

No difratograma da Figura 5, são mostrados os efeitos do tratamento térmico realizado na amostra moída por 15 horas e calcinada a $500^\circ C$, $700^\circ C$ e $950^\circ C$ com isoterma de quatro horas. Verifica-se o aparecimento de novos picos indicando a nucleação de novas fases além de picos mais estreitos com o aumento da temperatura.

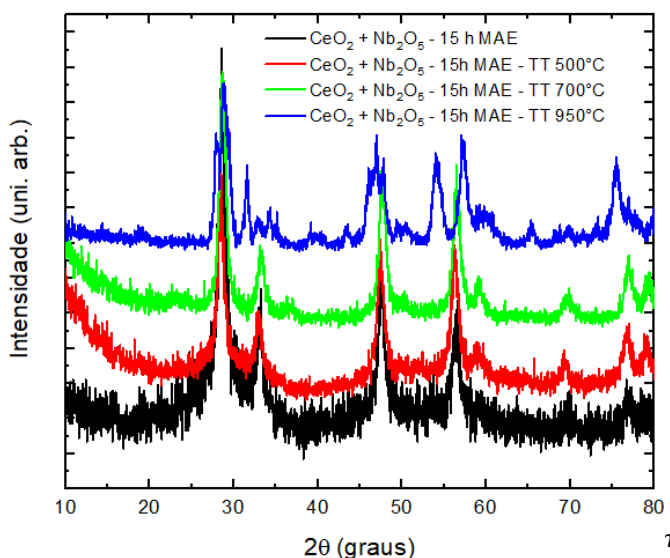


Figura 5 - Efeitos do tratamento térmico da amostra calcinada por 4 horas.

Na Figura 6, é apresentada a identificação das fases nucleadas após tratamento térmico a $950^\circ C$. Foram identificadas 4 fases após a realização do tratamento térmico a $950^\circ C$. As fases encontradas foram: o $CeNbO_4$ (ICSD#16369), $CeNbO_{4.08}$ (ICSD# 205054), ambas do grupo

especial I 2/a, Ce_3NbO_7 (ICSD# 258311), do grupo espacial $Pnma$ e um dos elementos precursores, o CeO_2 (ICSD#88759) cúbico de grupo espacial FM3M. Além disso, observa-se o aparecimento de novos picos, indicados pelas setas nas posições $2\theta = 31,6^\circ$, $57,1^\circ$ e $75,5^\circ$. Estes picos, por sua vez ainda não foram identificados.

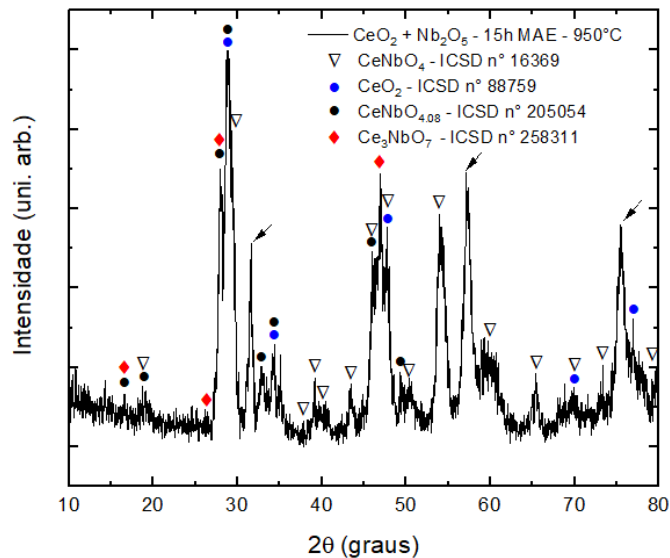


Figura 6 – Identificação das fases após tratamento térmico.

Conclusões

Neste trabalho, foi apresentado o desenvolvimento de um método para a obtenção da fergusonita $CeNbO_4$ por meio de moagem de alta energia e tratamento térmico. A partir dos resultados das análises de difração de raios X (DRX), foi possível analisar a evolução estrutural das amostras ao longo do processo de moagem e tratamento térmico, os quais demonstraram que o processo obteve um material multifásico incluindo o $CeNbO_4$. Embora ainda não tenha sido obtido um material puro, destaca-se o fato de que o método utilizado é de baixo custo e ambientalmente sustentável.

Agradecimentos

Central analítica IFAM-CMC, central analítica UFAM, laboratório LACER-UFRGS e Dra. Dayane Lacerda.

Referências

- [1] T. S. Martins e P. C. Isolani, "Terras raras: Aplicações industriais e biológicas", Quim Nova, vol. 28, no 1, 2005, doi: 10.1590/S0100-40422005000100020.
- [2] "Nióbio Brasileiro - SGB". Acessado: 1o de julho de 2025. [Online]. Disponível em: <https://www.sgb.gov.br/niobio-brasileiro>.
- [3] M. IONASHIRO, Fundamentos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial/ Calorimetria Exploratória Diferencial, vol. 1, nº December. 2006.