



Síntese e caracterização estrutural do Ortovanadato de Samário (SmVO_4)

Iury Sardinha Sousa Costa¹(IC), Sérgio Michielon de Souza¹(PQ), Camila da Costa Pinto¹(PG), Aercio Filipe Franklim De Figueiredo Pereira¹(PG)

*iury03@hotmail.com

¹Universidade Federal do Amazonas

Palavras Chave: Mecanosíntese, Ortovanadato, Terras-raras

Introdução

Ortovanadatos, de maneira geral, sempre apresentam propriedades interessantes quando misturados com terras raras. Entre a várias possíveis combinações, destaca-se o Ortovanadato de Samário, SmVO_4 , com bastante versatilidade, o que torna possível usá-lo como catalisador¹, catodoluminescente e fotocatalisador². Nesse trabalho, foi usada a técnica de moagem mecânica. A proposta deste trabalho é demonstrar como esse tipo de síntese pode ser bem empregado para sintetizar a liga-alvo, e que a mecanoquímica é efetiva enquanto técnica laboratorial e industrial. As transformações dos materiais precursores na liga-alvo foram observadas usando a técnica de difração de raio x (XRD). Com os dados, pôde-se observar como os precursores foram se transformando para formar a nova liga.

Material e Métodos

Com o objetivo de produzir 5 gramas de amostra, o de óxido de Samário (Sm_2O_3) e o de óxido de Vanádio (V_2O_5), ambos da Sigma Aldrich e na forma de pó, foram moídos em um moinho SPEX 8000 em um frasco com esferas de aço (proporção 10:1) e ar ambiente. Antes da primeira hora de moagem, os precursores foram homogêneos por 30 minutos. Em seguida, a mistura foi moída com intervalos de 1 hora entre as moagens com a finalidade de analisar as mudanças na estrutura. Essas mudanças foram investigadas pela difração de raio x (XRD), sempre realizadas após o término da hora de moagem. O equipamento utilizado foi o difratômetro Panalytical (Holland) Empyrean, operando no modo reflexão, usando a radiação $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$), com as medidas entre 10 e 100 graus (2θ).

Resultados e Discussão

A figura 1, referente à homogeneização da amostra, mostra os dois precursores e nenhum outro elemento químico, o que indica a não contaminação da amostra.

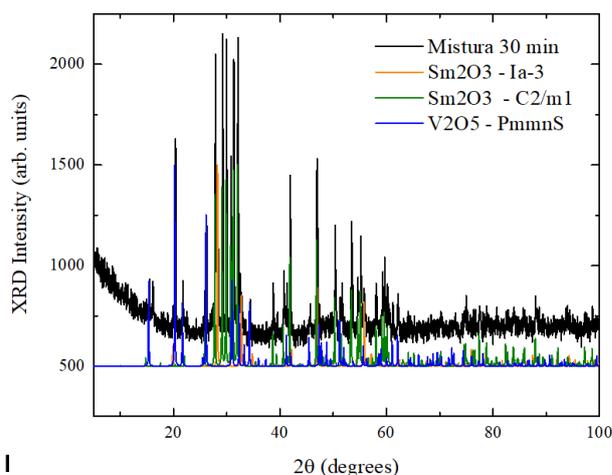


Figura 1. Difratoograma experimental referente à homogeneização sobreposto aos padrões teóricos dos precursores de Sm_2O_3 e V_2O_5

Em seguida, a amostra foi moída por 8 horas, sempre realizado uma medida de difração de raio X após 1 hora de moagem. Isso serviu para acompanhar com detalhes as transformações na estrutura no decorrer do tempo. Na hora 5 de moagem, como mostra a figura 2, é o primeiro momento em que o SmVO_4 aparece. É possível perceber sua presença em duas fases.

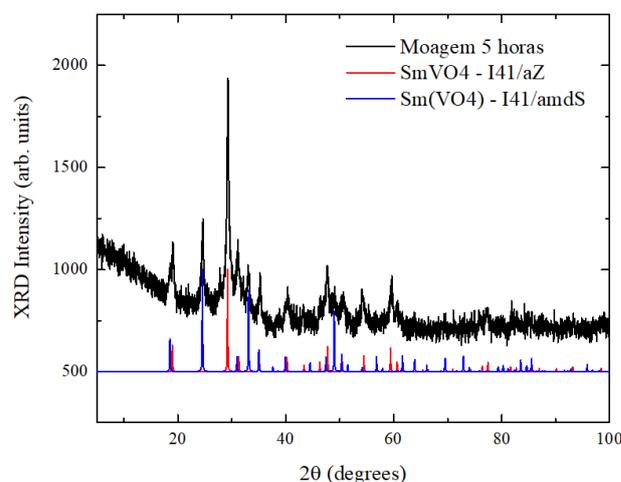


Figura 2. Difratoograma experimental referente à quinta hora de moagem sobreposto às fases teóricas do SmVO_4

A moagem continuou sendo realizada, mas não houve o aparecimento de novas fases. Com isto em mente, após a realização da sétima hora de moagem, decidiu-se interromper o processo de síntese, tendo em vista que a sétima hora é muito similar à quinta, como visto na figura 3, revelando a estabilidade da amostra.

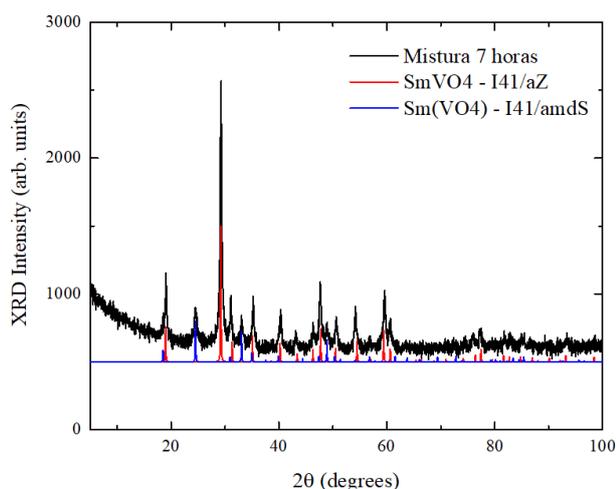


Figura 3. Difratoograma experimental referente à sétima hora de moagem sobreposto às fases teóricas do SmVO₄

Essa mudança no padrão indica que com o passar das horas de moagem, a liga foi recebendo energia suficiente para proporcionar uma reestruturação das fases presentes. Após das análises, observou-se que liga mostrou um polimorfismo. Uma estrutura identificada foi o SmVO₄ (grupo espacial: I41/amd), uma zirconita, mostrando algo condizente com a literatura, pois essa estrutura aparece em condições ambientes³. A outra estrutura foi o SmVO₄ (grupo espacial: I41/aZ), uma scheelita. O ponto em questão é que essa estrutura só aparece em situações de altas pressões³. Já a liga formada nesse trabalho foi formada em condições ambiente.

Conclusões

Portanto, a técnica de moagem mecânica se mostrou eficiente e conseguiu formar uma liga estável e polimórfica. Além disso, deve-se ressaltar que a técnica é simples, barata e limpa.

Para obter mais informações sobre a estrutura, será realizado o refinamento dos dados pelo método de Rietveld, isso ajudará a verificar parâmetros de rede, tamanho de cristalito etc.

Afim de estudar os efeitos térmicos na liga, será feita a calorimetria exploratória diferencial (DSC), para entender o comportamento do material na presença de calor.

Agradecimentos

Agradeço ao Laboratório de Materiais (LabMat - UFAM) pela estrutura física e recursos humanos e agrago à FAPEAM pelo apoio financeiro.

¹Y. He, T. Sheng, J. Chen, R. Fu, S. Hu, e X. Wu. *Photodegradation of organics over a new composite*

catalyst V2O5/SmVO4. Catal. Commun., vol. 10, p. 1354–1357, 2009.

²Errandonea, D., Achary, S. N., Pellicer-Porres, J., Tyagi, A. K. *Pressure-Induced Transformations in PrVO4 and SmVO4 and Isolation of High-Pressure Metastable Phases*. *Inorganic Chemistry*. p. 5464–5469. 2013

³ Z. Huang, L. Zhang, e W. Pan. *Synthesis, Lattice Dynamics, and Mechanical Properties of a HighPressure Scheelite Phase of RVO4*. vol. 4, p. 11235–11237, 2012.