UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA – UnB
CAMPUS DARCY RIBEIRO
INSTITUTO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS
PÓS-GRADUAÇÃO EM NANOCIÊNCIA E NANOBIOTECNOLOGIA – PPG/NANO

# Síntese e Caracterização dos Compostos $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ Nanoestruturados

TESE DE
DOUTORADO

SAMUEL LAMARÃO ALVES MONTICELI

BRASÍLIA – DF
AGOSTO - 2025

SAMUEL LAMARÃO ALVES MONTICELI

# Síntese e Caracterização dos Compostos $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ Nanoestruturados

Tese de doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia da Universidade de Brasília, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Nanociência e Nanobiotecnologia.

Orientador: Prof. Dr. Judes Gonçalves dos Santos.

BRASÍLIA – DF
2025

SAMUEL LAMARÃO ALVES MONTICELI

Síntese e Caracterização dos Compostos $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ Nanoestruturados

BANCA EXAMINADORA

---

Dr. Judes Gonçalves dos Santos (Presidente - Orientador)
PPGNANO – UnB

---

Dr. Alessandro Martins (Membro Externo)
Universidade Federal de Jataí – GO

---

Dr. Josmary Silva (Membro Externo)
Campus Universitário do Araguaia – UFMT

---

Dr. Mauro Guilherme Ferreira Bezerra (Membro Externo)
Instituto Federal de Rondônia – IFRO.

Brasília-DF, Agosto 2025.

# AGRADECIMENTOS

Gostaria de fazer um agradecimento sincero a todos que participaram da realização deste projeto. Em especial, ao meu amigo e orientador, professor Judes Gonçalves dos Santos, cuja orientação e apoio foram fundamentais ao longo dessa trajetória.

Também quero expressar minha gratidão à minha esposa Daniela Monticeli Alves, cuja presença constante ao meu lado foi crucial para que eu chegasse até aqui.

Gostaria de expressar minha profunda gratidão ao Daniel, Pedro e Maciel pelo apoio que me deram durante realização desse sonho.

Ao professor Dr. Alessandro Martins do Departamento de Física da Universidade Federal de Jataí, pelas medidas de Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X.

Ao professor Dr. Antônio Alonso do Laboratório de Biofísica da Universidade Federal de Goiás, pela medida de Ressonância Paramagnética Eletrônica.

Ao professor Dr. Fernando Fabris do Instituto de Física Cleb Watachin da Universidade Federal de Campinas, pela medida de Difração de Raios X (DRX)

Ao Professor Dr. Josmary Rodrigues Silva da Universidade Federal de Mato Grosso -UFMT - campus Araguaia.

Professor Dr. Mauro Guilherme Ferreira Bezerra do instituto Federal de Rondônia IFRO, pela amizade, discussões, contribuições e principalmente pela paciente para me ouvir me ensinar de uma forma simples e objetiva.

A Fundação Universidade Federal de Rondônia -UNIR pelo apoio no desenvolvimento deste trabalho.

Laboratório Multiusuário de Microscopia de Alta Resolução da Universidade Federal de Goiás, pelo apoio, no uso do Microscópio Eletrônico de Transmissão e o Microscópio Eletrônico de Varredura.

Quero ainda externar meus agradecimentos ao Programa de Pós-Graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia da Universidade de Brasília e aos professores envolvidos, por contribuírem significativamente para a geração de conhecimento acadêmico e científico.

Sou grato ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Rondônia (IFRO) por implementar os afastamentos integrais para capacitação, permitindo-me acessar o doutorado e receber o suporte necessário para realizar este projeto.

Este trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES).

## RESUMO

Este estudo teve como foco principal a investigação e o desenvolvimento de nanocompósitos inovadores baseados em titânio (Ti), vanádio (V), manganês (Mn) e ferro (Fe), com as fórmulas $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$. A pesquisa explorou um processo de síntese por combustão assistida, utilizando muflas elétricas que operaram em diferentes faixas de temperatura: 400 °C, 800 °C e 1000 °C. A caracterização detalhada dos nanocompósitos foi realizada por meio de diversas técnicas avançadas, que incluíram: fluorescência de raios X (XRF), para análise qualitativa e quantitativa da composição química; difração de raios X (DRX), destinada à identificação dos planos cristalinos e estudo da estrutura cristalográfica; espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), para avaliação dos grupos moleculares presentes nos compostos; espectroscopia ultravioleta, visível e infravermelho (UV-VIS-NIR), que forneceu dados sobre os espectros de absorção e reflexão; microscopia eletrônica de transmissão (MET) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), indispensáveis para a análise da forma e do diâmetro médio das nanopartículas; e ressonância ferromagnética eletrônica (RFM), que permitiu avaliar as propriedades magnéticas do material. Os resultados deste estudo forneceram informações detalhadas sobre os parâmetros físico-químicos, além de proporem diretrizes para a obtenção de nanoestruturas com características híbridas e propriedades magnético-ópticas detectáveis. Entre as análises obtidas, destacaram-se a identificação dos planos cristalinos, a forma e o tamanho das nanopartículas, bem como os espectros de absorção e reflexão dos elementos constituintes. Adicionalmente, o estudo abriu perspectivas para investigações futuras, incluindo novas caracterizações que visem aprimorar o desenvolvimento de materiais nanométricos com alta estabilidade, fase única e potencial promissor, devido às propriedades intrínsecas dos elementos empregados, Ambos nanocompósitos apresentam versatilidade, mas com ênfases distintas: de acordo com as análises realizadas o nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ apresenta melhores propriedades em fotocatálise, magnetismo e sensores de gás. Já o nanocompósito $Mn_6Fe_4V_7O_w$ tem melhores propriedades em armazenamento de energia, eletrocatálise e sensoriamento eletroquímico.

**Palavras-chave:** Nanocompósito; Síntese por Combustão Assistida em Mufla; $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ Nanoestrutura Híbrida; Caracterização Avançada.

## ABSTRACT

This study focused primarily on the investigation and development of innovative nanocomposites based on titanium (Ti), vanadium (V), manganese (Mn), and iron (Fe), with the formulas $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ The research explored a combustion-assisted synthesis process using electric muffle furnaces operating at different temperature ranges: 400 °C, 800 °C, and 1000 °C. Detailed characterization of the nanocomposites was carried out through various advanced techniques, including: X-ray fluorescence (XRF), for qualitative and quantitative analysis of the chemical composition; X-ray diffraction (XRD), aimed at identifying crystalline planes and studying the crystallographic structure; Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), for the evaluation of molecular groups present in the compounds; ultraviolet-visible-near-infrared (UV-VIS-NIR) spectroscopy, which provided data on the absorption and reflection spectra; transmission electron microscopy (TEM) and scanning electron microscopy (SEM), essential for analyzing the shape and average diameter of the nanoparticles; and electron ferromagnetic resonance (EFM), which allowed the assessment of the material's magnetic properties.

The results of this study provided detailed information on the physicochemical parameters, as well as proposed guidelines for obtaining nanostructures with hybrid characteristics and detectable magneto-optical properties. Among the findings, the identification of crystalline planes, the shape and size of the nanoparticles, as well as the absorption and reflection spectra of the constituent elements stood out. Additionally, the study opened perspectives for future investigations, including new characterizations aimed at enhancing the development of nanometric materials with high stability, single phase, and promising potential due to the intrinsic properties of the elements employed, Both nanocomposites exhibit versatility, but with distinct emphases: according to the analyses conducted, the $Mn_{1.3}FeTi_2Ow$ nanocomposite shows superior properties in photocatalysis, magnetism, and gas sensing. On the other hand, the $Mn_6Fe_4V_7O_w$ nanocomposite demonstrates better performance in energy storage, electrocatalysis, and electrochemical sensing."

**Keywords**: nanocomposite; muffle assisted combustion synthesis; $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$; hybrid nanostructure; advanced characterization.

## LISTA DE FIGURAS

Figuras 1 - Comparação entre o tamanho de objetos e fenômenos em nanoescala e pequenos objetos do cotidiano.....20

Figuras 2 - Mostra a preparação dos reagentes. (a) reagentes, (b) pesagem dos reagentes, (c, d, e) nanocompósito em processo de cristalização ( Própria autoria) 36

Figuras 3 - Representa o processo de preparação dos reagentes e o processo de cristalização do nanocompósito em forno mufla. ( Própria autoria).....37

Figuras 4 - Espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_xFe_yTi_zO_W$ O obtido pelo método de combustão térmica nas temperaturas 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC.....41

Figuras 5 - Espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_xFe_yV_zO_W$ O obtido pelo método de combustão térmica nas temperaturas 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC.....42

Figuras 6 - Célula unitária elementar e parâmetros de rede (Vrejoiu, et al., 2008). ..44

Figuras 7 - Representações visuais da geometria recomendada para uma demonstração prática da lei de Bragg (Rahimi *et al*., 2014).....45

Figuras 8 - Representa o difratograma do nanocompósito ($Mn_xV_yFe_zO_w$) Obtido pelo método de combustão térmica usando o catalizador ácido calconcarboxílico, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.).....46

Figuras 9 - Representa o difratograma do nanocompósito ( $Mn_xTi_yFe_z$Ow, ) Obtido pelo método de combustão térmica usando o catalizador ácido calconcarboxílico, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.).....47

Figuras 10 - Mostra espectros de FTIR do nanocompósito $Fe_xV_yMn_z$, $Fe_xTi_yMn_z$ sintetizados com catalizadores ácido calconcarboxílico e ureia, observa-se que não houve diferença expressiva nas duas sínteses. ( Fonte: Próprio autor.).....50

Figuras 11 - Esquema ilustrativo do interferômetro de Michelson, transformada de Fourier. (F. Berna, 2017).....52

Figuras 12 - Diagrama demonstrando o funcionamento interno do espectrofotômetro Fonte: ( Martinez (2014) .....53

Figuras 13 - Esquema Estrutural de um Microscópio Eletrônico de Transmissão: Principais Componentes e Etapas do Funcionamento. Padrões de difração típicos: a) material amorfo, .....56

Figuras 14 - Diagramas ilustrando os componentes-chave de um microscópio eletrônico de varredura, assim como os diferentes tipos de sinais resultantes da interação dos elétrons primários com a amostra. .....58

Figuras 15 - Mostra os espectros FMR do nanocompósito *($Fe_XMn_YV_z$)* com o catalizador ureia, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.) .....61

Figuras 16 - Mostra os espectros EPR do nanocompósito ($V_XMn_YFe_z$) com o catalizador ureia, .....62

Figuras 17 – São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$, obtido a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. .....64

Figuras 18- São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$, obtido a partir de catalisador ureia e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C .....65

Figuras 19 – São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_{0.4}Fe_{0.3}TiO_w$, obtido a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. .....67

Figuras 20 - São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_{0.4}Fe_{0.3}TiO_w$, obtido a partir de catalisador ureia e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C .....68

Figuras 21 - Padrões de difração de raios X (DRX) das amostras S1-400, S1-800 e S1-1000, obtidas a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. .....70

Figuras 22 - Padrões de difração de raios X (DRX) das amostras S2-400, S2-800 e S2-1000, obtidas a partir de catalisadores ureia e submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. .....71

Figuras 23 - Padrões de difração de raios-X (DRX) comparando as amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 e S4-400, S4-800 e S4-1000 .....72

Figuras 24 - Padrões de difração de raios-X (DRX) comparando as amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 e S4-400, S4-800 e S4-1000.....73

Figuras 25 - Representação esquemática de uma célula unitária da estrutura. (Fonte: Próprio autor.....74

Figuras 26 - O gráfico apresentado mostra três espectros de transmissão em diferentes amostras, com a intensidade de transmissão (Transmitância %) em função do número de onda ($cm^{-1}$). ( Fonte: Próprio autor) .....76

Figuras 27 - O gráfico apresentado mostra três espectros de transmissão em diferentes amostras, com a intensidade de transmissão (% Transmitância) em função do número de onda ($cm^{-1}$)( Fonte: Próprio autor). .....77

Figuras 28 - Os espectros UV-VIS *($Fe_4Mn_6V_7O_w$)* das amostras S1-400, S1-800 e S1-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....79

Figuras 29 - Os espectros UV-VIS *($Fe_4Mn_6V_7O_w$ )* das amostras S2-400, S2-800 e S2-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ureia. .....80

Figuras 30 - Os espectros UV-VIS ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ ) das amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....81

Figuras 31 - Os espectros UV-VIS ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ ) das amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras,

contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ureia e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....82

Figuras 32 - Representação da relação entre (hvα)$^{1/2}$ e energia (hv), *($Fe_4Mn_6V_7O_w$ )* com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.....84

Figuras 33 - Representação da relação entre (hvα)$^{1/2}$ e energia (hv), *($Fe_4Mn_6V_7O_w$ )* com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador ureia e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....85

Figuras 34 - Representação da relação entre (hvα)$^{1/2}$ e energia (hv), ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ ) com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....86

Figuras 35 - Representação da relação entre (hvα)$^{1/2}$ e energia (hv), ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ ) com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas. .....87

Figuras 36 - As micrografias das MET *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) na escala de 200nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.* .....90

Figuras 37 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.* .....91

Figuras 38 - As micrografias das MET *na escala de 50nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.* .....92

Figuras 39 - As micrografias das MET *na escala de 5nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.* .....93

Figuras 40 - As micrografias das MET *na escala de 51/nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.* .....94

Figuras 41 - As micrografias das MET *na escala de 200nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$. .....95

Figuras 42 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....96

Figuras 43 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....97

Figuras 44 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....98

Figuras 45 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....99

Figuras 46 - As micrografias das MEV *na escala de 200nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....101

Figuras 47 - As micrografias das MEV *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....102

Figuras 48 - As micrografias das MEV *na escala de 10.00nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....103

Figuras 49 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....104

Figuras 50 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....105

Figuras 51 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....106

Figuras 52 - As micrografias das MEV *na escala de 10μm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ .....107

Figuras 53 - As micrografias das MEV *na escala de 100μm, do nanocompósito* *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....108

Figuras 54 - As micrografias das MEV *na escala de 10μm, do nanocompósito* *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....109

Figuras 55 - As micrografias das MEV *na escala de 1μm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....110

Figuras 56 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....111

Figuras 57 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....112

Figuras 58 - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....113

Figuras 59 - - As micrografias das MEV *na escala de 5μm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*.....114

Figuras 60 - Análise de microscopia eletrônica de varredura (SEM) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) da amostra S1(1). A imagem SEM (à esquerda) apresenta três pontos marcados (1, 2 e 3) que indicam as regiões específicas analisadas, com escala de 25 μm. O gráfico EDS (à direita) mostra os picos de intensidade dos elementos detectados, incluindo oxigênio (O), carbono (C), ferro (Fe), manganês (Mn) e vanádio (V), em uma faixa de energia de 0 a 8 keV. A composição química identificada contribui para compreender as propriedades materiais e as condições de síntese da amostra.....116

Figuras 61 - Legenda: Imagem de microscopia eletrônica de varredura (SEM) da amostra S2(1), acompanhada do espectro de energia dispersiva de raios X (EDS) correspondente. A imagem SEM, com escala de 25 μm, destaca as áreas de análise marcadas em azul e laranja, representando pontos de interesse selecionados. O espectro EDS (S2(1) _pt1) ilustra os picos de intensidade dos elementos químicos detectados, incluindo carbono (C), oxigênio (O), ferro (Fe), manganês (Mn) e titânio (Ti). Essas informações são essenciais para caracterizar a composição química e estrutural da amostra, contribuindo para o estudo de suas propriedades físico-químicas.....116

Figuras 62 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ catalisado por ureia, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.).....118

Figuras 63 - Apresentação das medições de FMR do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ catalisado por ácido calcocarboxílico, em temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. ( Fonte: Próprio autor.).....119

Figuras 64 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Mn_6Fe_4V_7O_w$ catalisado por ureia, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.) .....120

Figuras 65 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$ catalisado por ácido calcocarboxílico, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.)...121

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Balanceamento da equação no processo de síntese do elemento ternário $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ . Usando cálculo estequiométrico, para realização da síntese. .....34

Tabela 2 - Balanceamento da equação no processo de síntese do elemento ternário Fe4Mn6V7Ow. Usando cálculo estequiométrico, para realização da síntese. .....34

Tabela 3 - exibe as identificações das amostras, as temperaturas de síntese utilizadas, o método de preparação por forno mufla e os valores da energia de Band Gap (E_gap) correspondentes.....88

## LISTA DE FIGURAS COM LINK


1. Esquema Estrutural de um Microscópio Eletrônico de Transmissão *https://atin.icb.usp.br/inicio/topicos/comosab/mic-eletr/.*
2. ( *Breve histórico do Microscópio Eletrônico)*: www.meib.uff.br/?q=content/introdução-0.
3. *Esquema Estrutural de um Microscopia Eletrônica de Varredura https://atin.icb.usp.br/inicio/topicos/comosab/mic-eletr/.*

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - lei de Bragg. ..... 45

Equação 2 - Equação de Scherrer ..... 47

Equação 3 - Relação de energia de um fóton ..... 51

Equação 4 - Lei de Lambert-Beer ..... 51

Equação 5 - Equação da frequência vibracional ..... 51

Equação 6 – Lei de Lambert-Beer ..... 53

Equação 7 - Equação da energia de Zeeman ..... 60

Equação 8 - Equação de Tauc ..... 83

## LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

**Ti** - Titânio

**V** – Vanádio

**Mn** – Manganês

**Fe** – Ferro

**FeCl3·6H2O -** cloreto de ferro (III)

**$MnCl_2 \cdot 4H_2O$** - cloreto de manganês (II)

**$VCl_3$** - cloreto de vanádio (III)

**$TiO_2$** – Oxido de titânio (III),

**$CH_4N_2O$** - ureia

**fcc -** cúbica de face centrada

**eV** - elétron - volt

**Pa** - Pascal

**kV** – quilovolt

**MR** - Método de Rietveld

**PDF2-2003** - Powder Diffraction File

**ICDD** - International Centre for Diffraction Data

**Rp** - Resíduo do perfil.

**Rwp** - Resíduo do perfil ponderado.

**Eg** - energia do band gap.

**FWHM** - largura à meia altura do pico mais intenso.

**EPR -** Espectroscopia de ressonância paramagnética eletrônica

**RFM -** Ressonância Ferromagnética eletrônica

**MET** - Microscopia Eletrônica de Transmissão

**MEV** - Microscopia Eletrônica de Varredura.

**EDS** - Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X.

**DRX** - Difração de Raios X.

**FTIR** - Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier.

**UV-VIS** - Espectroscopia Ultravioleta e Visível

**SUMÁRIO**

**1. INTRODUÇÃO ..... 20**

1.1 Nanomateriais ..... 20

1.2 Nanocompósitos ..... 22

1.3 Titânio (Ti) ..... 25

1.4 Vanádio (V) ..... 26

1.5 Manganês (Mn) ..... 27

1.6 Ferro (Fe) ..... 28

**2. JUSTIFICATIVA ..... 30**

**3. OBJETIVOS ..... 31**

3.1 Objetivo Geral ..... 31

3.2 Objetivos Específicos ..... 31

**4. METODOLOGIA ..... 32**

4.1 Materiais ..... 32

4.2 Método de Síntese do Nanocompósito ..... 35

**5. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS ..... 39**

5.1 Raios de Fluorescência de (XRF) ..... 39

5.2 Difração de Raio X (DRX) ..... 43

5.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) ..... 49

5.4 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS) ..... 52

5.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) ..... 54

5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) ..... 57

5.7 A ressonância Ferromagnética eletrônica (RFM) ..... 59

**6.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO ..... 63**

6.1 Raios de Fluorescência de (XRF) ..... 63

6.2 Difração de Raio X (DRX) ..... 69

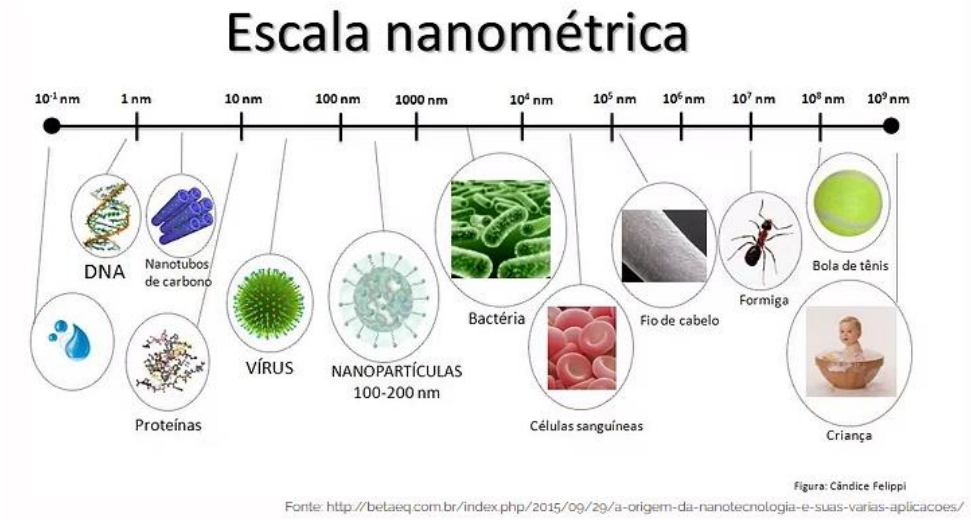
6.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) .....75
6.4 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS).....78
6.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) .....89
6.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....100
6.9 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS).....115
6.7 A ressonância paramagnética eletrônica (RPE) .....117
**7.0 CONCLUSÕES E SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....122**
7.1 Conclusões Finais .....122
7.2 Sugestões para Trabalhos Futuros.....124
**8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA .....126**

# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1 Nanomateriais

A Nanoescala compreende o tamanho de partículas com uma ou mais dimensões no intervalo entre 1 nanômetro (1nm= 1 bilionésimo de metro) e 100 nm. Os materiais que possuem características estruturais em escala nanométrica, em pelo menos uma de suas dimensões, são amplamente conhecidos como nanomateriais.

Estes podem ser classificados em duas categorias principais: aqueles de origem natural e os criados por intervenção humana. No primeiro grupo, incluem-se estruturas biológicas como proteínas, vírus e bactérias, bem como nanopartículas formadas por processos geológicos, como erupções vulcânicas. Já no segundo grupo, destacam-se os nanomateriais gerados de maneira não intencional, como partículas originadas da queima de combustíveis fósseis, e aqueles deliberadamente fabricados através de processos altamente controlados e definidos, sendo objeto de estudos científicos em múltiplos campos, desde a medicina até a engenharia. (Martins; Trindade, 2012). Na Figura 1, é possível observar exemplos de estruturas naturais e artificiais, apresentadas em relação às escalas métricas comumente utilizadas.




Figuras 1 - Comparação entre o tamanho de objetos e fenômenos em nanoescala e pequenos objetos do cotidiano

Os nanomateriais podem ser categorizados de diversas maneiras, considerando fatores como formas cristalinas, composição química e propriedades específicas. No entanto, abordagens mais recentes sugerem que sua classificação seja baseada nas dimensões características. A nanociência dedica-se ao estudo de materiais na escala nanométrica, enquanto a nanotecnologia refere-se à aplicação prática e tecnológica desses materiais. Essa área envolve a manipulação em nível atômico ou molecular para criar estruturas altamente organizadas e funcionais (MENDANHA *et al.,* 2018; Dang *et al.,* 2017).

Entre os tipos de nanomateriais, destacam-se aqueles cuja classificação se baseia no número de dimensões que são inferiores a algumas centenas de nanômetros. Estruturas tridimensionais, como as nanopartículas, possuem todas as dimensões na escala nanométrica. Já os nanotubos possuem duas dimensões menores, enquanto os nanofilmes apresentam apenas uma dimensão reduzida. Além disso, os nanomateriais podem ocorrer em diferentes formas, como esféricas, tubulares e irregulares, e podem ser encontrados isolados, fundidos, agregados ou aglomerados.

Nesse contexto, é possível identificar uma ampla gama de propriedades físico-químicas associadas aos nanomateriais conforme estes são progressivamente desenvolvidos. Uma característica comum notada é a relação entre a superfície e o volume, que, ao ser ampliada, desencadeia ou potencializa diversos efeitos, proporcionando características singulares que são cruciais para a definição e caracterização desses materiais em escala nanométrica. Essas propriedades abrangem um avanço nas características estruturais, termodinâmicas, eletrônicas, espectroscópicas, eletromagnéticas e químicas, além de propriedades distintas que emergem dos efeitos quânticos (Tanaka; *et al*.,1966).

Quanto ao desenvolvimento dos nanomateriais produzidos de forma intencional, a construção se dá por duas vias conhecidas, "de cima para baixo" e "de baixo para cima", ou seja, por meio de processos de sínteses físico-químicos diminuindo os materiais macros, ou a partir da construção de pequenos blocos. Existem diversos métodos de sínteses com os quais podemos construir nanomateriais com algumas características de interesse bem controlados, como: tamanho, forma e composição química (Louro; *et al*., 2013). Neste sentido, é importante salientar o estudo de materiais em escala nanométrica, mostrando-se como alicerces para o

desenvolvimento de novos produtos e aplicações em diversas áreas, contribuindo cada vez mais na melhoria e qualidade das pessoas e na preservação do meio ambiente.

Os avanços no estudo dos nanomateriais revelam uma variedade surpreendente de propriedades físico-químicas que se desenvolvem à medida que esses materiais são aprimorados. Um aspecto notável é a interação entre a área de superfície e o volume. Quando essa interação se torna mais pronunciada, efeitos diversos se manifestam, conferindo a esses materiais características únicas que são essenciais para sua definição e análise em escala nanométrica. Essas características englobam aprimoramentos em propriedades estruturais, termodinâmicas, eletrônicas, espectroscópicas, eletromagnéticas e químicas, entre outras propriedades do mundo quântico (Tanaka; *et al*., 1966).

A produção intencional de nanomateriais pode ser abordada através de duas estratégias distintas: a abordagem 'top-down', que foca na redução de materiais em escala macroscópica utilizando técnicas físico-químicas, e a abordagem 'bottom-up', que envolve a montagem de estruturas a partir de componentes minúsculos. Há uma variedade de métodos de síntese que permitem a criação de nanomateriais com propriedades cuidadosamente controladas, como dimensões, formas e composições químicas. É crucial ressaltar a relevância do estudo dos materiais em escala nanométrica, que se estabelecem como fundamentos para inovações em produtos e aplicações em diversas áreas.

Além disso, a aplicação de novas tecnologias possibilita a criação de produtos mais eficientes e menos poluentes, refletindo um compromisso com a sustentabilidade. A união entre desenvolvimento tecnológico e consciência ambiental abre caminho para um mundo onde progresso e preservação caminham lado a lado, beneficiando tanto a humanidade quanto o planeta.

## 1.2 Nanocompósitos

Os nanocompósitos representam uma avançada classe de nanomateriais desenvolvidos com o objetivo de superar limitações inerentes aos materiais microcompostos e monolíticos, ao mesmo tempo que impulsionam a inovação em diversas aplicações tecnológicas. A combinação de duas ou mais estruturas de

maneira ordenada permite a fabricação de sistemas com propriedades únicas, muitas vezes inatingíveis por seus componentes individuais.

O conceito de nanocompósito está intrinsecamente relacionado ao desenvolvimento de uma ampla variedade de sistemas com diferentes configurações estruturais. Esses sistemas podem apresentar estruturas unidimensionais, bidimensionais, tridimensionais, cristalinas ou amorfas, com combinações que envolvem tanto componentes orgânicos quanto inorgânicos. O elemento definidor desses materiais multifásicos é que pelo menos uma de suas fases deve estar na escala nanométrica (Silva; *et al*., 2010).

A possibilidade de manipular características em nanoescala confere aos nanocompósitos propriedades excepcionais, como maior resistência mecânica, condutividade elétrica ou térmica aprimorada, propriedades ópticas diferenciadas, entre outras. Essa versatilidade os torna indispensáveis para o avanço em áreas como eletrônica, biomedicina, construção civil e armazenamento de energia, posicionando-os como um dos pilares da nanotecnologia contemporânea.

Nanocompósitos são materiais formados por uma estrutura principal contínua e uma fase dispersa que atua como reforço. A classificação desses materiais depende do tipo de estrutura principal utilizada, que pode ser metálica, cerâmica ou polimérica. A fase dispersa, frequentemente em escala nanométrica, é adicionada para melhorar diversas propriedades, como resistência mecânica, eficiência catalítica, características magnéticas, eletrônicas e ópticas. Além disso, apresentam vantagens funcionais, como biocompatibilidade, baixa toxicidade e elevada durabilidade.

A fase dispersa, em escala nanométrica, é incorporada ao material contínuo para criar um composto com propriedades superiores. Essas propriedades incluem melhor resistência mecânica, melhor desempenho catalítico, propriedades magnéticas, eletrônicas e ópticas avançadas. Além disso, esses nanocompósitos podem ter superfícies com biocompatibilidade, baixa toxicidade e alta estabilidade.

Os nanocompósitos têm uma ampla gama de aplicações industriais, desde eletrônica até medicina e engenharia de materiais. Suas propriedades únicas abrem novas possibilidades para solucionar desafios complexos em diversas áreas. Diferentes técnicas para a síntese de nanocompósitos têm sido amplamente exploradas na literatura, abrangendo princípios físicos, químicos, mecânicos e outros. Essas metodologias têm como foco principal o controle preciso das estruturas em

escala nanométrica, empregando abordagens inovadoras. O objetivo é desenvolver nanocompósitos de alto desempenho, assegurando a distribuição uniforme das fases dispersas na estrutura principal e promovendo uma adesão eficiente na interface entre os componentes. Esse processo é fundamental para garantir uma interação sinérgica entre o material base e o reforço, maximizando as propriedades e funcionalidades do material resultante (Silva; *et al*., 2010).

A produção de nanocompósitos envolve uma variedade de métodos de síntese que têm sido amplamente discutidos em diversas fontes, abrangendo práticas físicas, químicas e mecânicas. O foco principal desses métodos é estabelecer um controle eficaz sobre as estruturas em nanoescala, utilizando técnicas inovadoras na fabricação dos compósitos. A qualidade final dos nanocompósitos depende da distribuição homogênea das fases dispersas no sistema, o que é essencial para garantir uma adesão eficiente nas interfaces dos diferentes componentes. Essa interação cuidadosa resulta em um desempenho sinérgico que potencializa as propriedades do material, permitindo que as combinações de materiais atinjam novos patamares de eficiência e funcionalidade (Stolt; *et al*., 1990).

Esse sinergismo entre a fase contínua e a fase dispersa resulta em materiais com propriedades mecânicas, catalíticas, magnéticas, eletrônicas e ópticas melhoradas, além de funcionalidades de superfície notáveis. Os nanocompósitos têm uma ampla gama de aplicações industriais, desde eletrônica até medicina e engenharia de materiais. Suas propriedades únicas abrem novas possibilidades para solucionar desafios complexos em diversas áreas.

A exploração de nanocompósitos baseados nas combinações de elementos como $Mn_xTi_yFe_zO_W$, e $Mn_xV_yFe_zO_w$ destaca o potencial revolucionário desses materiais. A relação estrutura-propriedade nessas combinações permite não apenas o desenvolvimento de novos sistemas e aplicações, mas também a criação de materiais inovadores com desempenho aprimorado. Esses avanços podem ser aplicados em dispositivos já conhecidos, como células de combustível, sensores e revestimentos, proporcionando melhorias significativas em sua eficiência e funcionalidade. Além disso, as combinações propostas oferecem oportunidades para o desenvolvimento de novas tecnologias, ampliando seu impacto em diversas áreas e setores da sociedade (Miyake *et al*., 2014).

## 1.3 Titânio (Ti)

Descoberto no final do século XVIII pelo mineralogista britânico William Gregor e identificado como um novo elemento por Martin Heinrich Klaproth em 1795, o titânio rapidamente despertou interesse devido às suas propriedades únicas. Embora tenha sido empregado em pigmentos desde o século XIX, sua aplicação prática foi significativamente ampliada no século XX, com avanços na tecnologia de materiais e metalurgia. Atualmente, o titânio é amplamente utilizado em indústrias diversas, como aeroespacial, biomédica, química e energética (Shinogi; Endo, 1984). O titânio possui duas formas alotrópicas distintas: **Estrutura hexagonal compacta (hcp)**: Conhecida como a fase alfa, é estável à temperatura ambiente e até 882 °C. **Estrutura cúbica de corpo centrado (bcc)**: chamado de fase beta, torna-se estável acima de 882 °C. Essa transição entre as fases confere ao titânio propriedades mecânicas excepcionais, como alta resistência e ductilidade controlada, que podem ser ajustadas por meio de tratamentos térmicos. O titânio é amplamente utilizado em setores estratégicos e tecnológicos, como: (Waniewska; Lachowicz, 2003)

**Aeroespacial**: Na fabricação de fuselagens, motores de aeronaves e componentes estruturais.

- **Medicina**: Implantes ortopédicos, dentários e dispositivos biomédicos, devido à sua biocompatibilidade.
- **Químico e Energético**: Equipamentos resistentes à corrosão em plantas químicas e reatores nucleares.
- **Automotivo e Esportivo**: Em peças leves e resistentes para veículos de alto desempenho e equipamentos esportivos.

Na escala nano, o titânio e seus compostos têm sido objeto de intensas pesquisas. Destacam-se suas propriedades melhoradas, como:

- **Alta resistência mecânica**: particularmente em nanotubos e nanofios.
- **Eficiência em dispositivos fotocatalíticos**: nanopartículas são amplamente utilizadas em aplicações de purificação de água e geração de energia limpa.
- **Biossensores e Dispositivos Médicos**: A nanotecnologia aplicada ao titânio tem impulsionado avanços significativos em diagnósticos médicos e terapias avançadas.

O titânio é um dos elementos mais versáteis e valiosos da tabela periódica, com aplicações que vão desde o setor aeroespacial até a medicina regenerativa. Seu

desenvolvimento contínuo, impulsionado por avanços em nanotecnologia e ciência dos materiais, promete transformar ainda mais o modo como os materiais avançados são utilizados em nossa sociedade (Silva; *et al*., 2010).

## 1.4 Vanádio (V)

O vanádio foi descoberto em 1801 pelo mineralogista espanhol Andrés Manuel del Río, mas somente em 1830 foi confirmado como um elemento distinto pelo químico sueco Nils Gabriel Sefström. No entanto, foi em 1864 que Christian Wilhelm Blomstrand conseguiu isolar o elemento em sua forma metálica pura, marcando um avanço significativo na exploração de suas propriedades. Suas características únicas, como a capacidade altamente resistente, tornaram o vanádio um metal estratégico em diversas indústrias. Embora tenha sido inicialmente utilizado em pigmentos, hoje é amplamente empregado em aplicações tecnológicas e industriais, como no setor de energia, na produção de aço e em catalisadores químicos (Mohapatra, 2010; *et al*,. 2009).

O vanádio possui uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (bcc) estável em todas as temperaturas. Essa característica confere ao elemento propriedades mecânicas notáveis, incluindo alta resistência, dureza e boa condutividade térmica e elétrica. Além disso, o vanádio é conhecido por suas propriedades químicas únicas, como sua capacidade de existir em vários estados de oxidação (+2, +3, +4 e +5), o que o torna essencial em processos catalíticos e em materiais com propriedades eletrônicas e químicas avançadas (Vinco, 2022).
O vanádio destaca-se pelas seguintes características:

- Alta resistência mecânica: Quando adicionado ao aço, melhora significativamente a dureza, resistência à tração e à fadiga.
- Resistência à corrosão: Forma uma camada passiva de óxido na superfície, protegendo-a de ambientes corrosivos.
- Propriedades químicas versáteis: Suas várias valências tornam-no indispensável em processos industriais e de armazenamento de energia, como baterias de fluxo redox.

Na nanoescala, o vanádio poder  propriedades únicas e aprimoradas que expandem significativamente seu campo de aplicações. A redução do tamanho das partículas para dimensões nanométricas altera suas características físicas e químicas, tornando-o altamente versátil em áreas como armazenamento de energia, catálise, dispositivos eletrônicos e medicina. O vanádio é um dos metais de transição mais versáteis e essenciais para a indústria moderna. Desde sua descoberta e isolamento no século XIX até suas aplicações avançadas no século XXI, ele continua a desempenhar um papel fundamental na ciência e na tecnologia. Suas aplicações, que abrangem desde a melhoria de ligas metálicas até o armazenamento avançado de energia, reforçam sua importância para uma sociedade mais sustentável e inovadora (Creplive, 2009).

## 1.5 Manganês (Mn)

O manganês foi identificado em 1774 pelo químico sueco Carl Wilhelm Scheele e isolado no mesmo ano por seu compatriota Johan Gottlieb Gahn. Reconhecido por sua importância na fabricação de ligas metálicas, o manganês tem desempenhado um papel fundamental em diversas indústrias desde sua descoberta. Inicialmente utilizado como componente essencial na produção de aço, hoje é amplamente aplicado em baterias, catalisadores e outros setores de alta tecnologia (MOREIRA et al., 2024).

O manganês é um metal de transição com várias formas alotrópicas, dependendo da temperatura e pressão. As principais estruturas cristalinas do manganês incluem: Estrutura cúbica de corpo centrado (bcc): Predomina em temperaturas mais altas. Estruturas ortorrômbica e tetragonal: Estáveis em temperaturas mais baixas. Essa variedade alotrópica confere ao manganês propriedades mecânicas e químicas que podem ser ajustadas para aplicações específicas. Além disso, o manganês é conhecido por sua capacidade de assumir múltiplos estados de oxidação de (+2 a +7), tornando-o extremamente versátil em reações químicas e processos industriais.

Na nanoescala, o manganês apresenta propriedades melhoradas que ampliam seu campo de aplicação:

- **Eletroquímica Avançada**: Nanopartículas de dióxido de manganês ($MnO_2$) usadas em supercapacitores e baterias avançadas devido à alta densidade energética e estabilidade.
- **Catalisadores em Nanoescala**: Catalisadores à base de manganês apresentam alta seletividade e eficiência em reações químicas, como a decomposição de poluentes e a síntese de compostos orgânicos.
- **Aplicações Médicas e Biológicas**: Nanopartículas de manganês estão sendo pesquisadas para imagens de ressonância magnética (RM) como agentes de contraste devido à sua biocompatibilidade e propriedades magnéticas.

Compostos nanoestruturados de manganês exibem comportamento magnético único, sendo utilizados em dispositivos de armazenamento de dados e sensores magnéticos. O manganês é um elemento indispensável para a indústria moderna, com aplicações que vão desde a fabricação de ligas metálicas até o desenvolvimento de tecnologias avançadas em nanoescala. Sua versatilidade química e física, aliada às possibilidades oferecidas pela nanotecnologia, promete expandir ainda mais seu impacto em áreas como energia renovável, medicina e eletrônica. Com o progresso contínuo da ciência dos materiais, o manganês continuará sendo um componente vital no desenvolvimento de tecnologias sustentáveis e inovadoras (Reis, *et al*., 2010).

## 1.6 Ferro (Fe)

O ferro é um dos metais mais antigos utilizados pela humanidade, com evidências de sua aplicação datando de 3000 a.C. na Idade do Ferro. Foi utilizado inicialmente em ferramentas e armas, sendo extraído de meteoritos, até que a técnica de fundição foi desenvolvida. Hoje, o ferro é o metal mais produzido e consumido no mundo, devido à sua abundância e versatilidade. Ele é essencial para a fabricação de aço, catalisadores químicos e dispositivos eletrônicos, além de desempenhar um papel biológico fundamental.

O ferro possui uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (bcc) a temperaturas abaixo de 912°C, conhecida como ferro alfa (α-Fe) ou ferrita. Entre 912°C e 1394°C, ele adota uma estrutura cúbica de face centrada (fcc), chamada ferro gama (γ-Fe) ou austenita. Acima de 1394°C, o ferro retorna à estrutura BCC,

conhecida como ferro delta (δ-Fe). Essas transições alotrópicas permitem que o ferro forme ligas com propriedades variáveis, como o aço (Cale, *et al.*, 2008).

O ferro e suas ligas, especialmente o aço, são utilizados em uma ampla gama de aplicações industriais e cotidianas:

- **Construção Civil**: O aço, uma liga de ferro e carbono, é amplamente utilizado em edifícios, pontes e outras estruturas devido à sua alta resistência e durabilidade.
- **Transporte**: O ferro é essencial na fabricação de automóveis, navios, trens e aeronaves, proporcionando a robustez necessária para essas aplicações.
- **Equipamentos e Ferramentas**: Ferramentas, máquinas e equipamentos industriais são frequentemente feitos de ferro ou aço devido à sua resistência ao desgaste e capacidade de suportar cargas elevadas.
- **Eletrodomésticos e Utensílios**: O ferro é utilizado em muitos eletrodomésticos e utensílios de cozinha, como panelas e fogões.

Os avanços na nanotecnologia têm permitido a exploração de novas propriedades do ferro e suas aplicações em nanoescala:

- **Nanopartículas de Ferro**: Estas partículas têm aplicações promissoras em áreas como medicina, onde podem ser utilizadas para terapias direcionadas e diagnóstico, e em remediação ambiental, para a descontaminação de solos e águas contaminadas.
- **Nanotubos de Ferro**: Os nanotubos de ferro têm potencial em aplicações eletrônicas e magnéticas devido às suas propriedades únicas. Eles podem ser utilizados em dispositivos de armazenamento de dados, sensores e outros componentes eletrônicos.
- **Ferro nanocompósitos**: Estes materiais combinam ferro com outros componentes em nanoescala para criar sistemas com propriedades aprimoradas, como maior resistência mecânica, propriedades magnéticas ajustáveis e melhor desempenho catalítico.

O ferro continua a ser um elemento vital para o desenvolvimento tecnológico, com novas descobertas na nanoescala ampliando ainda mais suas aplicações. Ele é um dos metais mais versáteis e essenciais da história da humanidade. Desde sua utilização em ferramentas primitivas até seu papel fundamental em aplicações

avançadas na nanoescala, ele continua a ser indispensável para o progresso tecnológico e científico.

Com os avanços na nanotecnologia, o ferro promete transformar áreas como medicina, energia e eletrônica, reforçando seu papel como um elemento-chave para o desenvolvimento sustentável e inovador da sociedade.

## 2. JUSTIFICATIVA

As pesquisas voltadas para o desenvolvimento de novos materiais exercem um papel essencial no avanço científico e tecnológico de uma nação. Em particular, destaca-se a síntese de materiais nanoestruturados com propriedades híbridas, obtidas por meio da substituição ou da combinação controlada de elementos constituintes dos nanomateriais. Essa abordagem possibilita a modulação de propriedades físico-químicas, resultando em materiais com alto potencial de aplicação em áreas como eletrônica, energia e sensores avançados.

Apesar do crescente interesse na área de nanocompósitos, a literatura científica atual revela uma lacuna significativa quanto à investigação de sistemas que integrem, simultaneamente, os elementos titânio, vanádio, manganês e ferro. Estudos existentes geralmente abordam interações entre pares desses elementos, deixando inexplorada a combinação conjunta em arranjos ternários ou quaternários.

Neste contexto, o presente projeto propõe a síntese e a caracterização de um novo nanocompósito híbrido à base desses quatro elementos, com o objetivo de analisar suas propriedades estruturais, morfológicas, ópticas, magnéticas e elétricas, tanto em aspectos já conhecidos quanto em características ainda inéditas.

Os resultados obtidos servirão como base para a avaliação do potencial tecnológico desse material, contribuindo para o avanço do conhecimento na área de nanotecnologia e abrindo novas perspectivas para aplicações inovadoras em diversos campos científicos e industriais.

# 3. OBJETIVOS

## 3.1 Objetivo Geral

Investigar os compostos nanoestruturados $Mn_xTi_yFe_zO_W$, e $Mn_xV_yFe_zO_w$, por meio da síntese e caracterização de suas propriedades físico-químicas, com o intuito de avaliar seu potencial para aplicações tecnológicas em diferentes áreas.

## 3.2 Objetivos Específicos

- Sintetizar um nanocompósito à base de titânio, vanádio, manganês e ferro, por meio da variação de parâmetros físico-químicos no processo de síntese, com o intuito de desenvolver um material com potencial para aplicações tecnológicas diversas.
- Determinar as características estruturais e propriedades físico-químicas dos materiais sintetizados, utilizando técnicas avançadas de caracterização elementar e análise estrutural.
- Realizar a caracterização elétrica, magnética e óptica dos nanocompósitos obtidos, com o objetivo de identificar suas propriedades funcionais e comportamentos sob diferentes condições experimentais.
- Avaliar o potencial de aplicação dos nanocompósitos sintetizados em áreas como nanotecnologia, geração e armazenamento de energia, bem como em dispositivos de sensoriamento.
- Empregar ácido calconcarboxílico e ureia como agentes complexantes/catalisadores no processo de síntese por combustão em solução, utilizando como reagentes principais óxido de Titânio, cloreto de Vanádio ,cloreto de Manganês e cloreto de Ferro, explorando diferentes configurações físico-químicas.

# 4. METODOLOGIA

## 4.1 Materiais

No presente estudo, foram utilizados como reagentes de base para a síntese dos nanocompósitos: cloreto férrico hexahidratado (**$FeCl_3 \cdot 6H_2O$,** 98%, Sigma-Aldrich), cloreto de manganês tetra hidratado (**$MnCl_2 \cdot 4H_2O$,** Synth), cloreto de vanádio (**$VCl_3$,** 99,8%, Sigma-Aldrich), óxido de titânio (**$TiO_2$,** 99,8%, Sigma-Aldrich) e ácido cítrico monoidratado (**$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, 99**%, Alphatec), todos com grau analítico e utilizados sem purificação adicional.

Os equipamentos empregados no preparo e na execução do processo de síntese incluíram: vidrarias diversas, cadinhos de porcelana, balança analítica de precisão, peneira granulométrica com malha de 75 µm e um forno tipo mufla da marca JUNG, modelo 2895, com volume interno de 2 L, temperatura máxima de 1700 °C, rampa de aquecimento programável e operação em ambiente atmosférico sob pressão constante.

A obtenção dos nanocompósitos $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Fe_4Mn_6V_7O_w$ foi realizada utilizando um processo baseado na purificação por calcinação. O procedimento teve início com a preparação dos elementos, seguindo a sequência química da tabela periódica para garantir a precisão na composição.

Os elementos foram pesados, misturados e homogeneizados cuidadosamente. Em seguida, os reagentes foram dissolvidos em 10 mL de água destilada dentro de um béquer de vidro. Após a homogeneização, realizada com auxílio de um agitador magnético, a solução foi submetida a aquecimento em um forno tipo mufla, configurado na potência máxima, com um tempo de queima de 30 minutos sob condições atmosféricas normais. Os materiais resultantes, caracterizados por uma textura esponjosa e coloração escura, foram coletados e submetidos a um processo de desaglomeração em cadinhos de porcelana, seguido de peneiramento em malha granulométrica de 80 (180 µm).

A etapa de purificação foi conduzida dividindo-se os pós obtidos em partes iguais, distribuídos em dois cadinhos de porcelana com tampa. A calcinação foi realizada em temperaturas finais distintas, de 250 ºC e 1300 ºC, com uma taxa de aquecimento controlada de 10 ºC/min e duração de 30 minutos, mantendo as condições de atmosfera ambiente. Todos os recursos e materiais utilizados durante

as sínteses foram fornecidos pelo Laboratório de Nanomateriais e Nanobiomagnetismo (LNBIOMAG) da UNIR.

Para obtenção das nanoestruturas híbridas à base dos elementos Ferro, Vanádio, Manganês e Titânio, foi realizado o processo de síntese, na qual preparamos as amostras através da síntese de combustão em solução assistida por mufla, que foi utilizada como processo de purificação através da calcinação.

Iniciamos com a pesagem dos reagentes, mistura e homogeneização. As soluções foram preparadas em béquer de vidro, diluindo-se os reagentes em 10 ml de ácido Calconcarboxílico e Ureia. Os reagentes foram macerados em almofariz com uso de pestilo. Na cristalização por reação de combustão catalítica usando ácido calconcarboxílico e ureia, as amostras foram colocadas em cadinhos de porcelana com tampas, sendo acondicionadas em forno mufla. Nesta etapa, as porções das amostras foram tratadas em temperaturas finais de 250 ºC a 1300 ºC, com rampa de aquecimento de 10 ºC/min e tempo de queima de 30 minutos em ambiente atmosférico.

Ressaltamos que, após análises comparativas e revisão metodológica, optou-se por não incluir o ácido calconcarboxílico em certas amostras, considerando que seu uso não traz mudanças significativas nos resultados do processo. A ureia, utilizada como agente de combustão, apresenta comportamento químico análogo ao do ácido calconcarboxílico em relação ao objetivo experimental, garantindo assim a mesma eficiência e reatividade no tratamento das amostras. Essa escolha visa otimizar o procedimento, reduzindo a complexidade operacional e os custos sem comprometer a qualidade ou a integridade dos resultados obtidos.

Tabela 1 - Tabela 1 - Balanceamento da equação no processo de síntese do elemento ternário $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ . Usando cálculo estequiométrico, para realização da síntese.

| *$1.3MnCl_2+1FeCl_3+2TiO_2+8CO(NH_2)2+O_2(g)\rightarrow Mn_{1.3}FeTi_2O_w+(HCl,CO_2,H_2O,N_2,NH_3)$* | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Elemento (Mistura: Ti+Mn+Fe) | Quantidade (g) | Propósito | Preparação | Amostra | Temperatura (°C) |
| Ti+Mn+Fe | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S1=400 | 400 |
| Ti+Mn+Fe | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S2=800 | 800 |
| Ti+Mn+Fe | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S3=100 | 1000 |

Tabela 2- Balanceamento da equação no processo de síntese do elemento ternário *$Mn_6Fe_4V_7O_w$* Usando cálculo estequiométrico, para realização da síntese.

| *$4FeCl_3+6MnCl_2+7VCl_3+54CH_4N_2O+O_2(g) \rightarrow Fe_4Mn_6V_7Ow+$ (HCl, $NH_3$, $CO_2$, $H_2O$, e $N_2$)* | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Elemento (Mistura: $V_xMn_yFe_z$ | Quantidade (g) | Propósito | Preparação | Amostra | Temperatura (°C) |
| V+Mn+Fe | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S1=400 | 400 |
| $V_X$+$Mn_Y$+$Fe_Z$ | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S2=800 | 800 |

| $4FeCl_3+6MnCl_2+7VCl_3+54CH_4N_2O+O_2(g) \rightarrow Fe_4Mn_6V_7Ow+$ ($HCl$, $NH_3$, $CO_2$, $H_2O$, e $N_2$) | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Elemento (Mistura: $V_xMn_yFe_z$ | Quantidade (g) | Propósito | Preparação | Amostra | Temperatura (°C) |
| $V_X+Mn_Y+Fe_Z$ | 1 | Base para reação com ureia | Misturado a seco (sólidos) | S3=100 | 1000 |

A preparação dos elementos Titânio (Ti), Vanádio (V), Manganês (Mn) e Ferro (Fe) foi realizada de maneira homogênea, utilizando o método de mistura a seco. Este método foi escolhido devido à natureza sólida dos materiais envolvidos, garantindo a manutenção das propriedades físicas e químicas dos elementos antes da reação.

Os elementos foram pesados em proporções iguais de 1 grama cada, sendo então combinados por agitação mecânica em ambiente controlado para evitar contaminação. A mistura foi subdividida em três amostras distintas (S1, S2 e S3), cada uma destinada a reações específicas em diferentes condições de temperatura:

- Amostra S1: Mistura exposta a uma temperatura de 400°C.
- Amostra S2: Mistura exposta a uma temperatura de 800°C.
- Amostra S3: Mistura exposta a uma temperatura de 1000°C.

Essa abordagem permite analisar o comportamento da mistura em diferentes condições térmicas, avaliando sua reatividade e os produtos formados em cada faixa de temperatura. A técnica de mistura a seco foi essencial para garantir a homogeneidade dos materiais, facilitando uma reação uniforme com a ureia.

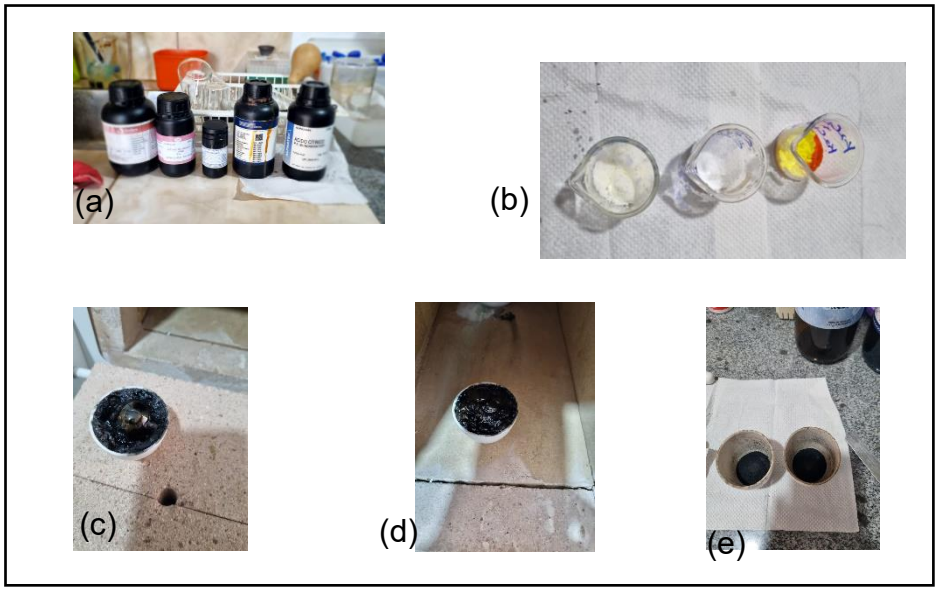
## 4.2 Método de Síntese do Nanocompósito

As nanoestruturas híbridas à base de ferro, vanádio, manganês e titânio foram obtidas por meio da síntese por combustão em solução, assistida por forno mufla. O processo incluiu uma etapa de calcinação, com a finalidade de promover a purificação e a cristalização dos materiais formados. Inicialmente, os reagentes sólidos foram pesados, macerados em almofariz com auxílio de pistilo e homogeneizados. As

soluções foram preparadas em béquer de vidro, sendo os reagentes dissolvidos em 10 mL de ácido cítrico. Como agentes complexantes e catalisadores da reação de combustão, utilizaram-se ácido calconcarboxílico e ureia. (Esteves *et al*., 2004)

As amostras foram transferidas para cadinhos de porcelana com tampa e submetidas ao tratamento térmico em forno mufla. A etapa de calcinação foi realizada em temperaturas variando de 250 ºC a 1300 ºC, com rampa de aquecimento de 10 ºC/min e tempo de queima de 30 minutos, sob ambiente atmosférico.

A Figura 2 apresenta imagens ilustrativas das amostras utilizadas no processo de síntese, enquanto a Figura 3 representa esquematicamente o processo de cristalização dos nanocompósitos.




Figuras 2 - Mostra a preparação dos reagentes. (a) reagentes, (b) pesagem dos reagentes, (c, d, e) nanocompósito em processo de cristalização ( Própria autoria)

Figuras 3 - Representa o processo de preparação dos reagentes e o processo de cristalização do nanocompósito em forno mufla. ( Própria autoria)

As amostras obtidas neste estudo serão submetidas a uma análise abrangente, utilizando uma variedade de técnicas que permitem a caracterização de suas propriedades físico-químicas. Essas técnicas fornecerão informações valiosas sobre as amostras, permitindo uma compreensão mais aprofundada de suas características (Guimarães *et al*., 2009).

Na avaliação físico-química, serão empregadas metodologias que envolvem a análise das propriedades e comportamentos físicos e químicos das amostras. Essas técnicas permitirão a investigação de parâmetros como composição química, estrutura cristalina, morfologia, tamanho de partícula e estabilidade térmica. Com base nesses resultados, será possível obter informações sobre a natureza e as propriedades intrínsecas dos materiais estudados (Von Ranke *et al*., 2007).

Além disso, as técnicas ópticas serão utilizadas para explorar as propriedades de interação da luz com as amostras. Isso inclui a análise da absorção, reflexão, transmissão e emissão de luz pelas amostras. Serão investigadas características como a banda de energia proibida (gap), propriedades de luminescência, polarização e dispersão óptica. Essas informações permitirão avaliar as propriedades ópticas das

amostras e identificar seu potencial para aplicações em dispositivos optoeletrônicos (Valencia *et al*., 2013).

Ao combinar essas diferentes técnicas de caracterização, será possível obter uma visão abrangente das amostras, explorando suas propriedades físicas, químicas, ópticas, elétrica e magnéticas. Essas informações serão essenciais para compreender o desempenho e o potencial das amostras, além de fornecer subsídios valiosos para aplicações futuras em diversas áreas tecnológicas (Noguchi, et al., 2015).

# 5. CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

As caracterizações dos materiais elaborados no âmbito deste projeto têm como propósito identificar e avaliar suas propriedades físico-químicas, tais como composição química, cristalinidade, dimensões, morfologia, além de seus comportamentos térmicos, ópticos, elétricos e magnéticos. Para a obtenção desses dados, serão utilizadas as seguintes técnicas:

- Raios de Fluorescência de (XRF);
- Difração de Raios X (DRX);
- Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR);
- Espectroscopia Ultravioleta, Visível e Infravermelho (UV-VIS-NIR);
- Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET);
- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- A ressonância paramagnética eletrônica (RPE).

## 5.1 Raios de Fluorescência de (XRF)

A Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (XRF) teve suas bases estabelecidas a partir da descoberta dos raios-X em 1895 pelo físico alemão Wilhelm Conrad Roentgen (1845-1923). Essa descoberta impulsionou o desenvolvimento de tecnologias que utilizam raios-X em diversas áreas, culminando em técnicas de análise instrumental capazes de identificar e quantificar elementos químicos em diferentes tipos de amostras. A técnica de XRF destaca-se por sua versatilidade, permitindo a análise de materiais sólidos, líquidos, pastosos ou em pó, combinando precisão, rapidez e simplicidade, sem a necessidade de tratamentos complexos ou destrutivos das amostras (Arteta, 2019).

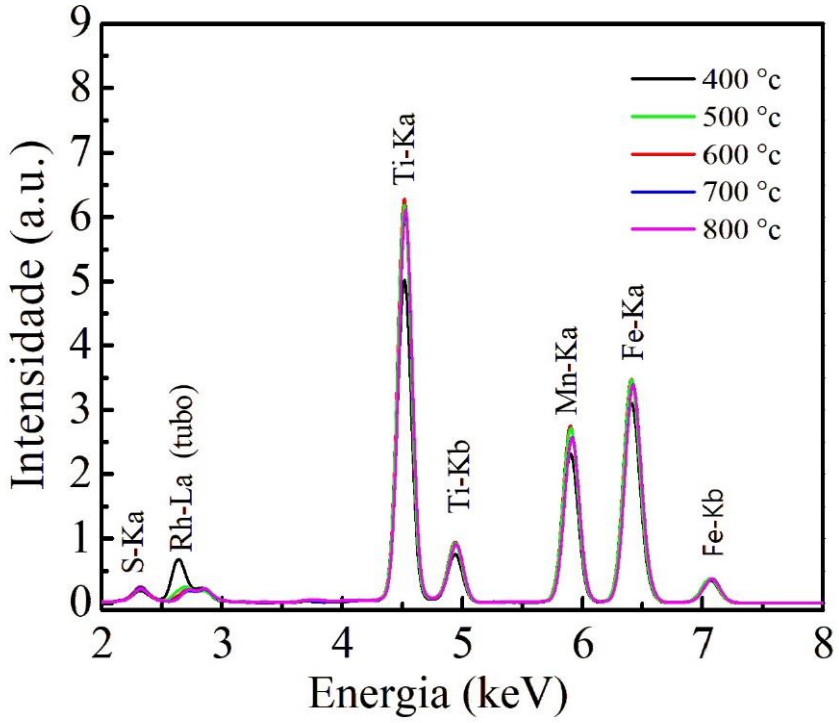
A técnica de Raios-X por Fluorescência (XRF) é uma técnica analítica amplamente utilizada para determinar a composição de elementos químicos em uma variedade de amostras, como metais, minerais. Ela funciona medindo a fluorescência

dos raios-X emitidos por uma amostra quando ela é irradiada com raios-X de alta energia.

A Fluorescência de Raios X é uma técnica não destrutiva e que consiste especificamente no fato de que, quando uma amostra é irradiada por um feixe de Raios X, as transições eletrônicas geradas nos átomos produzem Raios X característicos que são emitidos da amostra. O princípio básico envolve a interação dos raios-X com a matéria, onde a energia dos raios-X excita elétrons internos dos átomos, que são então ejetados. Quando elétrons de camadas superiores preenchem esses vazios, eles emitem raios-X fluorescentes com comprimentos de onda específicos para cada elemento. Os espectros gerados por meio da técnica XRF contêm picos de emissão específicos para cada elemento presente na amostra, permitindo a identificação precisa dos elementos e suas respectivas concentrações. O uso de detectores avançados, como os de semicondutores, tornou a técnica ainda mais precisa, possibilitando a análise de elementos em concentrações traço, ampliando seu espectro de aplicações (Sahu; Murty, 2015).

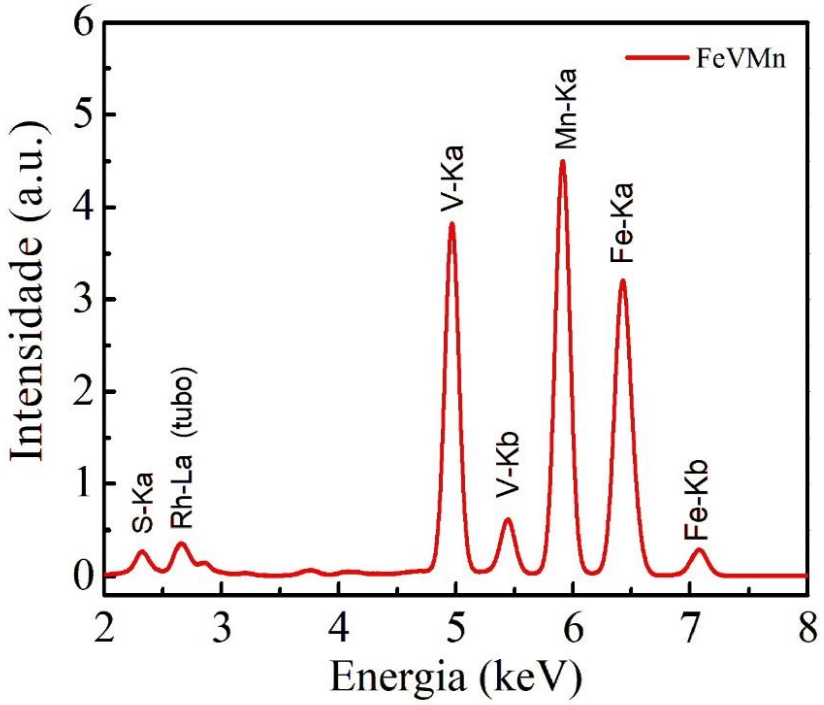
Dessa forma, a Fluorescência de Raios-X é amplamente utilizada tanto na pesquisa científica quanto no setor industrial, oferecendo uma técnica rápida, precisa e não destrutiva para a análise da composição química de materiais, contribuindo significativamente para o avanço de áreas como ciências dos materiais, química analítica e engenharia e física aplicada.

Na Figura 4 são apresentados espectros do nanocompósitos nas temperaturas de 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC. Utilizando o catalisador ácido calcocarboxílico são destacados os picos de emissão característicos dos elementos *Ti ($K_\alpha$ e $K_\beta$), Mn ($K_\alpha$) e Fe ($K_\alpha$ e $K_\beta$),* identificados na região de energia entre 4 e 8 keV.




Figuras 4 - Espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_xFe_yTi_zO_W$ O obtido pelo método de combustão térmica nas temperaturas 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC

Na Figura 5 são apresentados espectros do nanocompósitos nas temperaturas de 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC. Utilizando o catalisador ácido calcocarboxílico. São destacados os picos de emissão característicos dos elementos *Ti ($K_\alpha$ e $K_\beta$), Mn ($K_\alpha$) e Fe ($K_\alpha$ e $K_\beta$),* identificados na região de energia entre 4,5 e 7,5 keV.




Figuras 5 - Espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_xFe_yV_zO_W$ O obtido pelo método de combustão térmica nas temperaturas 400 ºC, 500ºC, 600ºC, 700ºC e 800ºC.

## 5.2 Difração de Raio X (DRX)

No século XIX, foram documentadas as primeiras observações da energia de raios X. Nesse período, o físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen, por volta de 1894, enquanto conduzia investigações envolvendo tubos de descarga de raios catódicos, registrou a formação de radiações que demonstraram a capacidade de penetrar em objetos de natureza opaca. Subsequentemente, dedicou-se ao estudo minucioso desse fenômeno, investigando suas características e propriedades. Atualmente, compreendemos que um dos fenômenos associados a esses raios é a difração de raios X, que constitui uma das técnicas primordiais empregadas na identificação e caracterização microestrutural de materiais cristalinos, sendo aplicada em diversos domínios de pesquisa e conhecimento (Bleicher; *et al*., 2000; Xavier *et al*., 2012).

O fenômeno da difração de raios X ocorre devido à interação entre uma radiação incidente, neste caso, raios X, e os elétrons presentes em um cristal. Esses elétrons refletem os raios X incidentes nos planos atômicos paralelos do cristal. No entanto, é importante observar que cada plano reflete apenas uma parte da radiação, enquanto o restante é refletido pelo plano subsequente do cristal e assim por diante. Para que ocorra o processo de difração de maneira construtiva, é necessário que as reflexões nos planos paralelos interfiram de forma a reforçar o sinal (Bleicher; *et al.,* 2000).

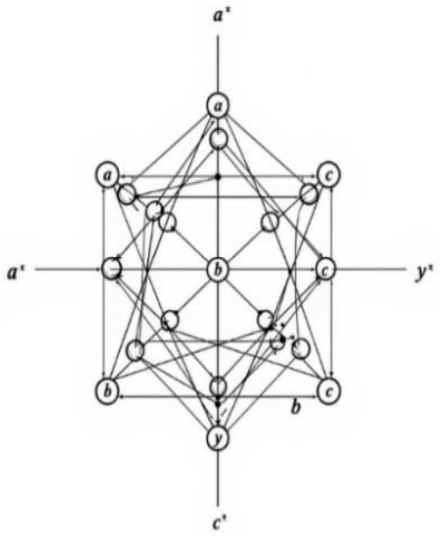
A estrutura cristalina pode ser definida a partir de um arranjo composto por um conjunto de átomos, idênticos ou não, denominado base, organizados tridimensionalmente em uma disposição periódica. Os cristais diferem dos gases e líquidos principalmente porque, nestes, os átomos não apresentam periodicidade. No entanto, nem todos os sólidos são cristalinos; alguns são amorfos, como o vidro, e não possuem um arranjo regular de átomos *( UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. Estrutura dos sólidos. São Paulo: USP, 2005. Disponível em: <http://sites.poli.usp.br/d/pmt2100/Aula02_2005%201p.pdf>. Acesso em: 8 set. 2024)*.

Devido aos arranjos periódicos de átomos no espaço, é possível estabelecer uma série de pontos imaginários (nós de rede) que têm uma relação fixa no espaço com os átomos do cristal, formando uma estrutura ou armação na qual o cristal é construído. Essa estrutura, onde estão dispostos os nós da rede, é chamada de rede cristalina. Esta série de pontos pode ser visualizada da seguinte maneira: o espaço cristalino deve ser dividido em três séries de planos, sendo que os planos de cada

série devem ser paralelos e igualmente espaçados. Essa divisão espacial produzirá uma série de células idênticas em tamanho, forma e orientação em relação às células vizinhas. Cada célula é um paralelepípedo, desde que suas faces opostas sejam paralelas e cada face seja um paralelogramo. Os planos aqui definidos interceptam-se, formando os planos da rede. Essa série de pontos constitui o retículo cristalino (Gubin *et al.,* 2005).

A célula unitária da estrutura cristalina pode ser definida a partir de três vetores unitários a, b e c.

Os ângulos α, β e γ entre os eixos estão de acordo com a figura:




Figuras 6 - Célula unitária elementar e parâmetros de rede (Vrejoiu, et al., 2008).

As redes cristalinas são classificadas de acordo com as características dos seus parâmetros de rede, permitindo a representação de 13 tipos de redes, as chamadas redes de Bravais. Por exemplo, um átomo no centro do cubo e um átomo em cada vértice (8 vértices no total, mas cada vértice é compartilhado por 8 células (Vrejoiu, et al., 2008).

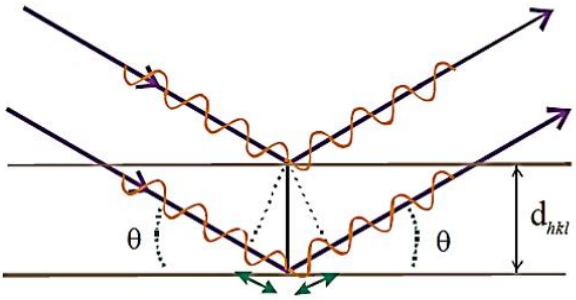
Os planos cristalinos podem ser agrupados em famílias, representadas de forma simples por seus vetores normais. Estes vetores, por sua vez, são caracterizados como vetores da rede recíproca. Ao definir um conjunto de pontos, conhecidos como rede recíproca, cada ponto corresponde a uma família específica

de planos cristalinos. Esta abordagem tem a vantagem de evidenciar as relações entre as famílias de planos cristalinos, a lei de Bragg e as orientações dos feixes difratados. Na rede recíproca, cada nó é identificado por três números inteiros, *h, k e l,* conhecidos como índices de Miller (Rahimi, *et al*., 2014).

Considerando que os planos cristalinos estão separados por uma distância interplanar "d" e que a radiação incide sob um ângulo de incidência "θ", a diferença no caminho percorrido pelos raios X incidentes e refletidos é calculada como sendo igual a "2d * sen(θ)". Assim, a interferência construtiva só ocorrerá se essa diferença no caminho for igual a um múltiplo inteiro "n" do comprimento de onda da radiação incidente, representado por "λ", de acordo com a conhecida lei de Bragg.

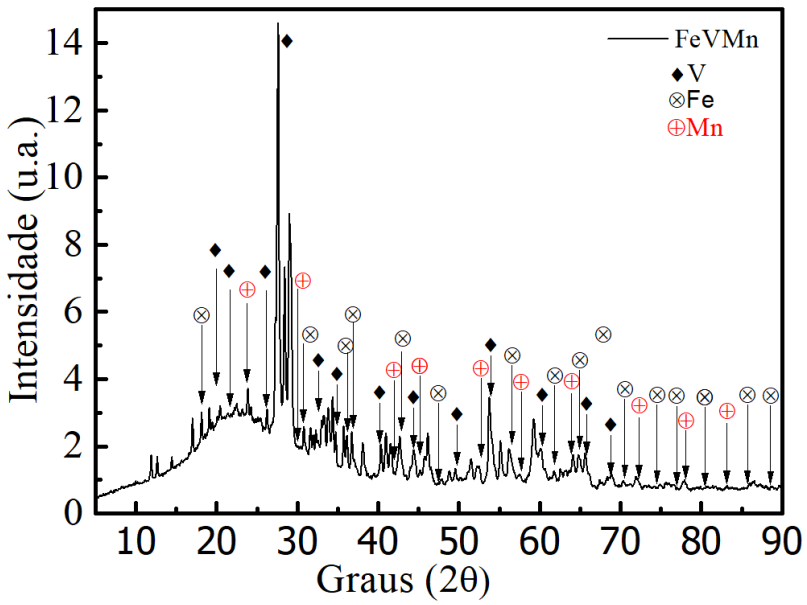
$$n\lambda = 2d\,\mathrm{sen}\theta \qquad \text{Equação 1}$$

Onde n=1,2, 3, é a ordem de reflexão.

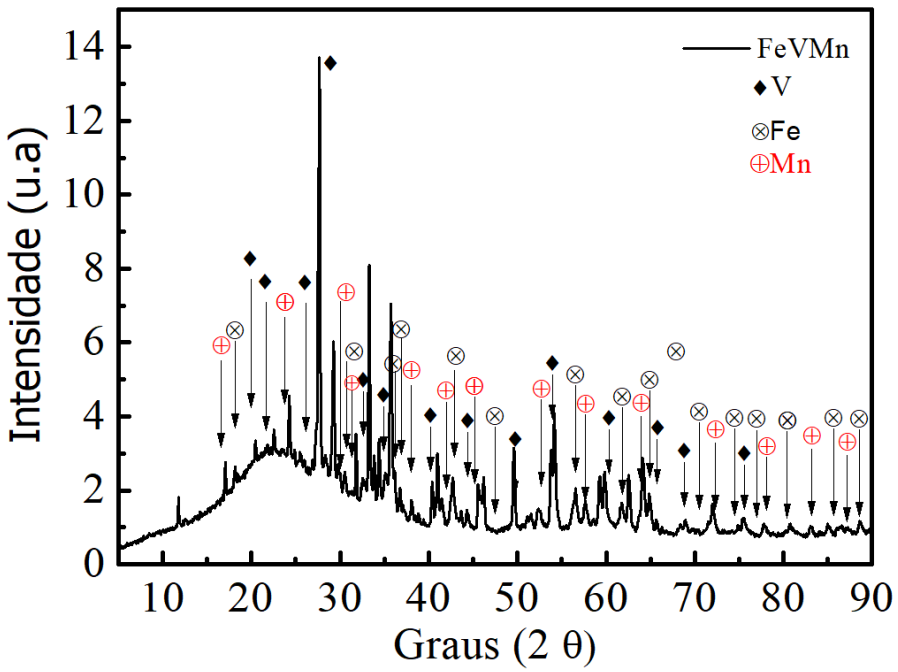



Figuras 7 - Representações visuais da geometria recomendada para uma demonstração prática da lei de Bragg (Rahimi *et al*., 2014).

As figuras 08 e 09 mostram os difratogramas do nanocompósito V+Mn+Fe, com os catalizadores ácido calconcarboxílico, e ureia. Os átomos de V, Mn e Fe são mostrados com símbolos diferentes. Foi observado que o catalizador não influencia na síntese do nanocompósito.




Figuras 8 - Representa o difratograma do nanocompósito ($Mn_xV_yFe_zO_w$) Obtido pelo método de combustão térmica usando o catalizador ácido calconcarboxílico, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.)




Figuras 9 - Representa o difratograma do nanocompósito ( $Mn_xTi_yFe_zO_w$, ) Obtido pelo método de combustão térmica usando o catalizador ácido calconcarboxílico, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.)

Aplicando a equação de Scherrer (Equação 02), foi possível determinar o diâmetro médio das estruturas cristalinas a partir do difratograma apresentado na Figura 9. O valor obtido para o diâmetro foi de (47 ± 1) nm.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$ Equação 2

Onde D representa o diâmetro médio cristalino, K é a constante de rede, $\lambda$ comprimento de onda do raio x, $\beta$ a largura da linha a meia altura do pico, mais intenso do difratograma e $\theta$ o ângulo de Bragg.

As informações que formam os difratogramas podem sofrer distorções decorrentes de efeitos físicos, instrumentais e característicos da amostra. Portanto, para obter uma análise mais precisa, é fundamental aplicar métodos matemáticos que

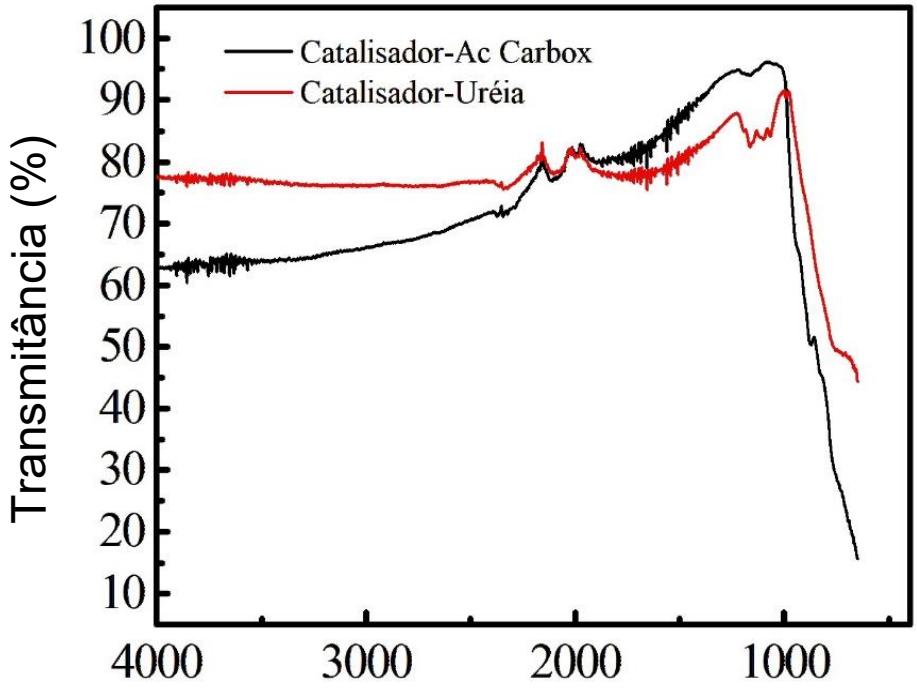
corrijam essas distorções, como o Método de Rietveld. Proposto por Hugo Rietveld em 1967 e 1969, o Método de Rietveld (MR) emprega modelos matemáticos estatísticos baseados no método dos mínimos quadrados para ajustar uma curva teórica aos picos do padrão de difração experimental, utilizando um modelo cristalográfico conhecido e semelhante ao da amostra. O Método de Rietveld possui duas categorias de ajuste: o refinamento estrutural, que considera toda a estrutura cristalina do material, e o refinamento das intensidades e posições dos picos difratados, conhecidos como reflexões de Bragg. Com a técnica de Rietveld, é possível determinar, com maior precisão, as configurações de rede, as posições atômicas, os fatores de vibração térmica, os números de ocupação, além de identificar impurezas e quantificar as informações que formam os difratogramas. Esses podem sofrer distorções decorrentes de efeitos físicos, instrumentais e característicos da amostra. Portanto, para obter uma análise mais precisa, é fundamental aplicar métodos matemáticos que corrijam essas distorções, como o Método de Rietveld.

Proposto por Hugo Rietveld em 1967 e 1969, esse método emprega modelos matemáticos estatísticos baseados nos moldes dos mínimos quadrados para ajustar uma curva teórica aos picos do padrão de difração experimental, utilizando um modelo cristalográfico conhecido e semelhante ao da amostra. O método possui duas categorias de ajuste: o refinamento estrutural, que considera toda a estrutura cristalina do material, e o refinamento das intensidades e posições dos picos difratados, conhecidos como reflexões de Bragg. Com essa técnica aplicada, é possível determinar, com maior precisão, as configurações de rede, as posições atômicas, os fatores de vibração térmica, os números de ocupação, além de identificar impurezas e quantificar (*Utilização do Método de Rietveld no Estudo Estrutural dos Compostos* $K_2MoxW(1-x)O_4$. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2005. Tese (Doutorado em Ciências) – Departamento de Física, Universidade Federal de Minas Gerais. Disponível em: https://lilith.fisica.ufmg.br/posgrad/Teses_Doutorado/decada2000/ademir-guarnieri/AdemirGtese.pdf. Acesso em: 04 set. 2025).

## 5.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, ou FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy), é uma técnica poderosa e versátil de análise molecular que desvenda o mundo invisível das moléculas. Ela revolucionou a maneira como os cientistas e pesquisadores investigam a estrutura e a composição de uma vasta gama de substâncias, desde compostos orgânicos até polímeros, biomoléculas e materiais sólidos, Ao explorar as interações entre as vibrações atômicas e moleculares com a luz infravermelha, o FTIR oferece insights valiosos em áreas que vão desde a química e a biologia até a ciência dos materiais e a análise forense, a FTIR utiliza radiação infravermelha para interagir com uma amostra. A amostra absorve a radiação infravermelha em frequências específicas, que estão relacionadas com a vibração de suas ligações químicas *( DRAWELL ANALYTICAL. 2 Key Points to Know: What Are Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectrometers Working Process and 5 Applications. Disponível em: https://pt.drawellanalytical.com/2-key-points-to-know-what-are-fourier-transform-infrared-ftir-spectrometers-working-process-and-5-applications. Acesso em: 04 set. 2024) .*

A interferência de Fourier é então aplicada para transformar os dados de frequência em um espectro de absorção,




Figuras 10 - Mostra espectros de FTIR do nanocompósito $Fe_xV_yMn_z$, $Fe_xTi_yMn_z$ sintetizados com catalizadores ácido calconcarboxílico e ureia, observa-se que não houve diferença expressiva nas duas sínteses. ( Fonte: Próprio autor.)

Fornecendo informações sobre as ligações químicas presentes na amostra. Identificação de Compostos: o FTIR é amplamente utilizado para identificar compostos orgânicos e inorgânicos, bem como para analisar misturas complexas. Para que uma molécula apresente absorção no infravermelho, é necessário que ela possua um momento de dipolo elétrico. As interações da radiação infravermelha com a matéria podem ser descritas pelas modificações nos dipolos moleculares, associadas às vibrações e rotações. Esse sistema pode ser interpretado como um oscilador harmônico, onde a quantidade total de energia é proporcional à frequência de vibração ( Movasaghi, Z., Rehman, S., & Rehman, I. U. (2008). Fourier Transform infrared (FTIR) spectroscopy of biological tissues. Applied Spectroscopy Reviews, 43(2), 134–179. https://doi.org/10.1080/05704920701829043).

A relação entre a energia vibracional e a frequência pode ser descrita pela equação:

$E_{osc} \propto h\nu_{osc}$ Equação 3

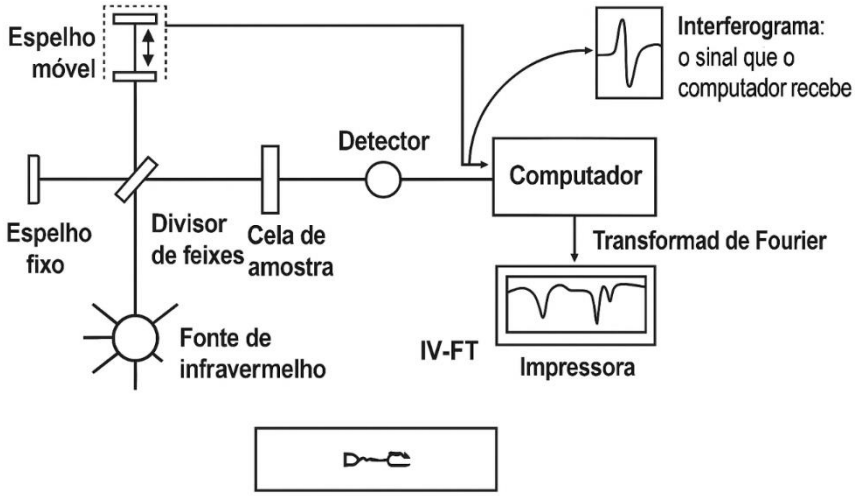
Em um oscilador harmônico, a frequência natural de vibração (*f* ) é determinada pela constante de força (*K*) do elástico e pelas massas ($m_1$ *e* $m_2$) dos átomos unidos, sendo expressa pela equação:

$$F = \frac{1}{2\pi c}\sqrt{\frac{k}{\mu}}$$ Equação 4

Nessa equação, f representa a frequência vibracional em números de onda ($cm^{-1}$), K é a constante de força (relacionada à rigidez da ligação), e μ é a massa reduzida, calculada a partir das massas dos átomos envolvidos ($m_1$ *e* $m_2$):

$$\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$$ Equação 5

Com esses conceitos, é possível prever as frequências aproximadas dos modos vibracionais e determinar a posição das bandas no espectro. A figura 11 mostra

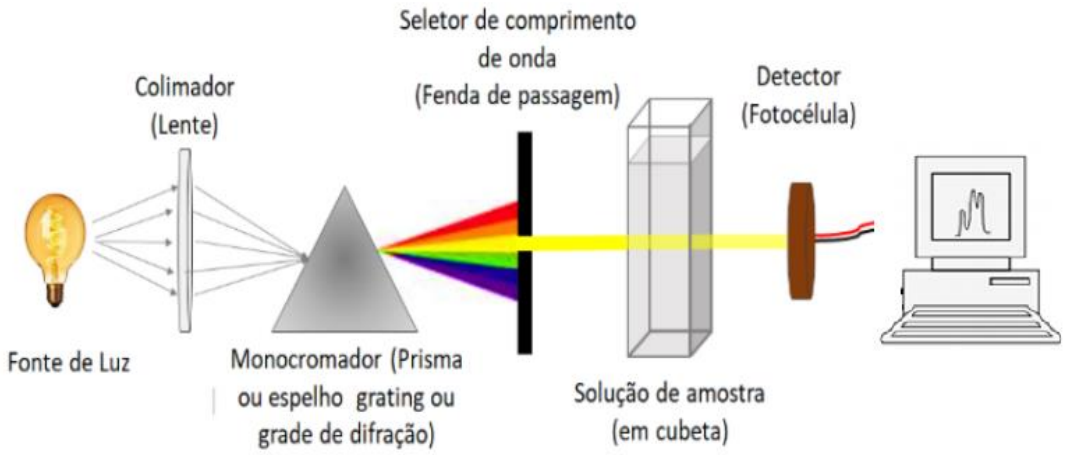



Figuras 11 - Esquema ilustrativo do interferômetro de Michelson, transformada de Fourier. (F. Berna, 2017).

## 5.4 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)

A técnica de espectroscopia de absorção no Ultravioleta, Visível e Infravermelho Próximo utiliza os espectros eletromagnéticos para identificar e quantificar os grupos funcionais ligados a moléculas de estruturas orgânicas. O equipamento consiste em uma fonte de luz que opera em uma faixa que vai de 200 a 400 nm (UV), 400 a 800 nm (VIS) e 800 nm a 3300 nm (NIR), que emite as ondas eletromagnéticas em um monocromador (H.H.Perkampus 1992).

Para as análises por UV-vis, as amostras foram diluídas em diferentes concentrações, uma alíquota da amostra foi retirada e inserida em uma cubeta de quartzo que passa pelo espectrofotômetro. Para este trabalho, utilizou-se o Espectrofotômetro no UV-VIS, marca: Nova, modelo: 2102 UVPC, localizado nas dependências do Laboratório de Nanomateriais e LNBIOMAG da Fundação Universidade Federal de Rondônia – UNIR.




Figuras 12 - Diagrama demonstrando o funcionamento interno do espectrofotômetro Fonte: ( Martinez (2014) .

Os espectrofotômetros usados nessa técnica possuem componentes básicos, como uma fonte de luz que combina lâmpadas de deutério e tungstênio. Essas lâmpadas geram radiação ultravioleta e visível, que é focalizada e dispersa em diferentes comprimentos de onda por meio de prismas ou monocromadores de grade. A radiação selecionada interage com a amostra, gerando sinais que são detectados por fotodetectores. Esses sinais, então, são processados por softwares específicos, produzindo gráficos de absorbância em função do comprimento de onda ( Makuła P, 2018 ).

O fundamento teórico da espectroscopia *UV-VIS* está alicerçado na **lei de Lambert-Beer**, que estabelece a relação matemática para quantificar a absorção de radiação por amostras no estado sólido, líquido ou gasoso. Essa lei é descrita pela equação:

$$A = Log\left(\frac{I_0}{I}\right) = \varepsilon cb$$ Equação 6

Onde:

- A: Absorbância.
- $I_O$: Intensidade da radiação incidente (antes de passar pela amostra).

- I: Intensidade da radiação transmitida (após atravessar a amostra).
- ε: Coeficiente de absorbância molar, que varia com o comprimento de onda da radiação.
- c: Concentração do material absorvedor.
- b: Caminho óptico percorrido pela radiação na amostra.

A espectroscopia de absorção na região ultravioleta e visível (*UV-VIS*) é uma técnica essencial e versátil, amplamente utilizada para a caracterização e quantificação de uma variedade de materiais orgânicos, inorgânicos e biológicos. Ao proporcionar informações detalhadas sobre os estados eletrônicos das amostras analisadas, esta técnica se destaca pela sua simplicidade e eficácia. A combinação de fontes de luz adequadas, como lâmpadas de deutério e tungstênio, com a precisão do monocromador e a sensibilidade dos fotodetectores, garante resultados precisos e confiáveis. Dessa forma, a espectroscopia *UV-VIS* continua a ser uma ferramenta indispensável em laboratórios de pesquisa e controle de qualidade, contribuindo significativamente para o avanço do conhecimento científico e tecnológico (Field, *et al.,* 2008).

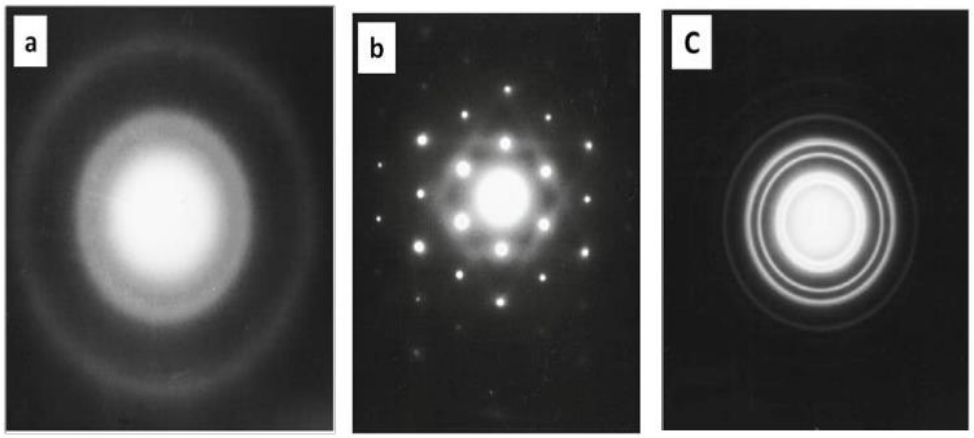
## 5.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

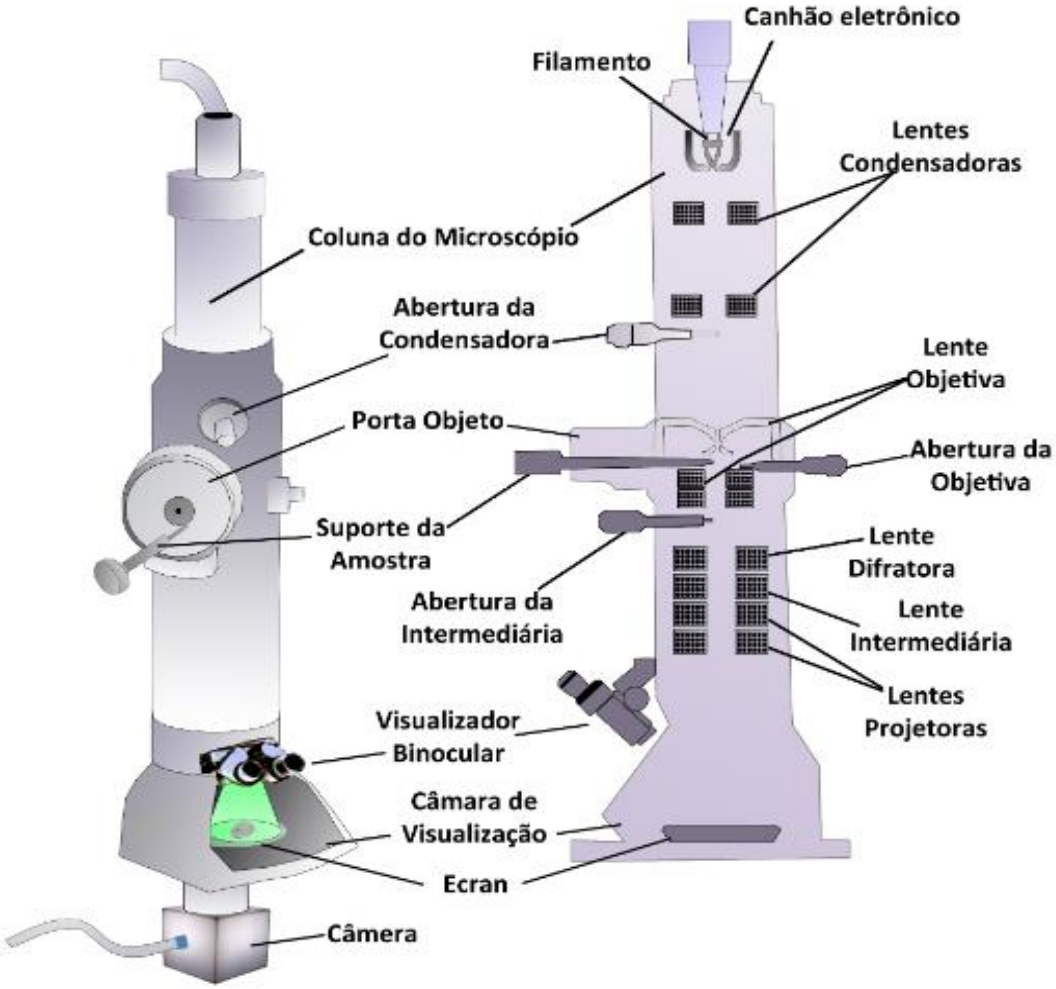
A Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) é uma técnica poderosa e indispensável na caracterização de materiais em escalas nanométricas e subatômicas. Desde sua criação em 1931 pelo físico alemão Ernst Ruska e seus colaboradores, a MET revolucionou a maneira como analisamos a microestrutura interna de amostras, proporcionando insights detalhados sobre as propriedades morfológicas, cristalográficas e espectroscópicas de diversos materiais (Abrahão *et al*., 2004).

Com uma resolução capaz de atingir a ordem de angstroms, a MET permite a investigação profunda de nanoestruturas, como partículas, fibras e filmes finos, tornando-se uma ferramenta essencial para cientistas e pesquisadores em diversas áreas, como química, biologia, física e ciência dos materiais. Este método utiliza um feixe de elétrons acelerados que interage com a amostra, gerando imagens e padrões

de difração que revelam informações cruciais sobre a composição e estrutura dos materiais estudados. Desde seus primórdios, a MET passou por significativas inovações e melhorias, consolidando-se como uma técnica fundamental para o avanço científico e tecnológico. (Abrahão *et al*., 2004)

MET, com sua capacidade de resolução na ordem de angstroms, revolucionou a caracterização de materiais, permitindo estudos morfológicos, cristalográficos e espectroscópicos. Composta por uma fonte de elétrons, lentes magnéticas e um sistema de vácuo de aproximadamente $10^8$ Pa, a técnica utiliza um feixe de elétrons gerado pelo aquecimento de um filamento de tungstênio. Esse feixe é colimado, acelerado por uma diferença de potencial entre 60 e 300 kV, e focalizado para interagir com a amostra. Os feixes transmitidos e difratados geram imagens ampliadas ou padrões de difração, essenciais para investigações científicas detalhadas. Ao longo das décadas, os avanços na MET e MEV contribuíram significativamente para a ciência, revelando estruturas antes inacessíveis e fornecendo subsídios fundamentais para áreas como biologia, física, química e ciência dos materiais. (Wang *et al*.,1996). Na figura 13 apresentado o esquema estrutural Met.




Figuras 13 - Esquema Estrutural de um Microscópio Eletrônico de Transmissão: Principais Componentes e Etapas do Funcionamento. Padrões de difração típicos: a) material amorfo, b) monocristalino e c) policristalino. ( *Microscopia Eletrônica – Atlas Interativo de Biologia Celular. São Paulo: Instituto de Ciências Biomédicas da USP. Disponível em: https://atin.icb.usp.br/inicio/topicos/comosab/mic-eletr/. Acesso em: 10 ago. 2024.)*

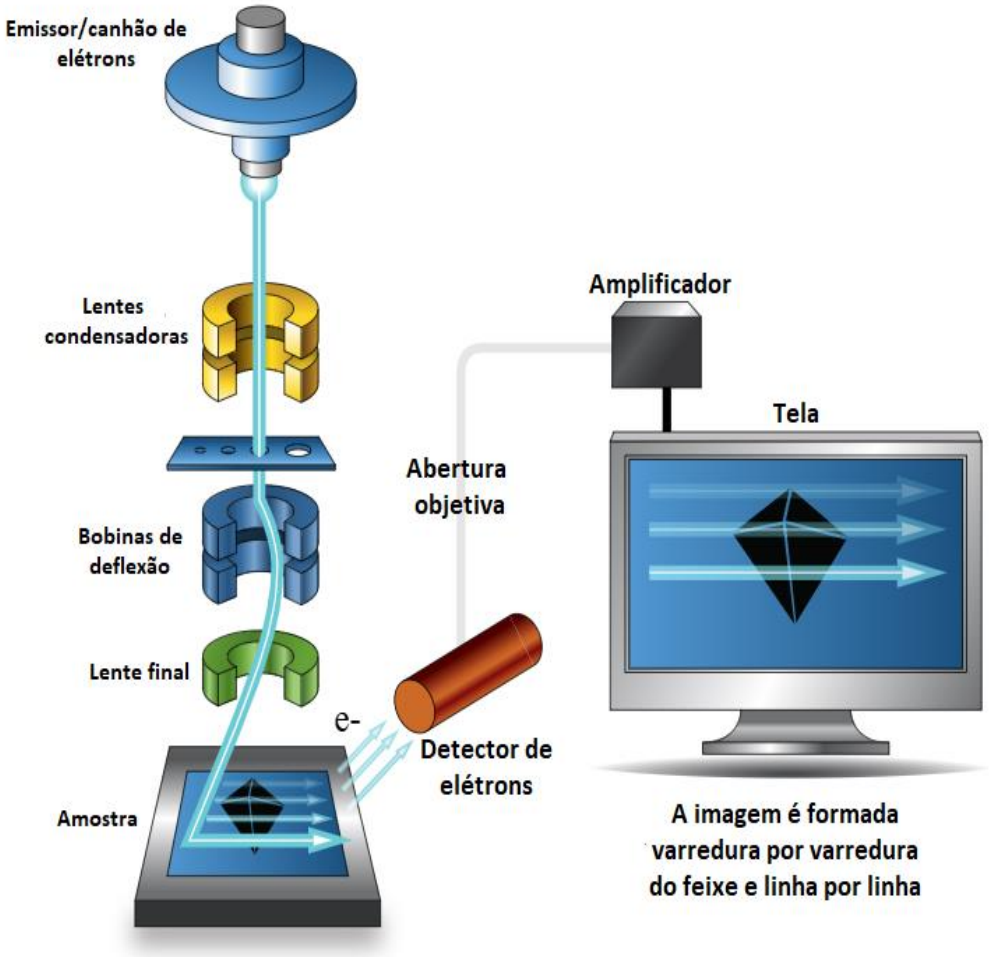
## 5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) teve suas raízes estabelecidas na década de 1930. Em 1931, o físico alemão Ernst Ruska, junto com seus colaboradores, apresentou o primeiro microscópio eletrônico de transmissão. Essa inovação foi tão significativa que, em 1986, Ruska foi agraciado com o Prêmio Nobel de Física. Já em 1935, Max Knoll fez avanços importantes ao descrever a concepção do MEV. Em 1938, Manfred von Ardenne fez uma adaptação crucial, adicionando bobinas de varredura ao microscópio eletrônico de transmissão, criando assim um protótipo de MEV. O primeiro MEV capaz de observar amostras espessas foi construído em 1942, utilizando detectores de elétrons secundários para formar imagens. Em 1939, a Siemens lançou o primeiro microscópio de transmissão comercial, e em 1957, Robertson foi pioneiro ao descrever a estrutura trilaminar das membranas celulares. A partir de 1965, a empresa Cambridge Scientific Instrument começou a comercializar o primeiro MEV, facilitando o acesso e uso dessa tecnologia em diversos laboratórios de pesquisa. ( *Breve histórico do Microscópio Eletrônico*. Universidade Federal Fluminense. 2016. Disponível em: www.meib.uff.br/?q=content/introdução-0 . Acesso em: 22 ago. 2024).

Nos microscópios convencionais, utiliza-se fótons para iluminar o composto em estudo. Em contraste, na MEV, são empregados feixes de elétrons, que permitem capturar imagens de alta resolução com aumentos que podem atingir aproximadamente 300.000 vezes. Devido à sua alta resolução e versatilidade, o MEV é um instrumento extremamente eficaz para o estudo de materiais sólidos microestruturados e nanoestruturados, fornecendo informações detalhadas sobre a morfologia da superfície, organização estrutural e identificação dos materiais (Dedavid *et al 2007).*

A técnica de MEV envolve a emissão de feixes de elétrons a partir de um filamento de tungstênio, gerados por uma diferença de potencial que varia de 0,5 a 30 kV. Essa diferença de potencial gera feixes de elétrons fortemente atraídos pela parte positiva, resultando em aceleração. As lentes condensadoras direcionam esses feixes para a lente objetiva, que ajusta o foco dos elétrons para que atinjam a amostra nas dimensões corretas. A interação entre os elétrons e a amostra gera sinais dispersos,

que são captados pelos detectores e convertidos em dados elétricos, transformando-os em imagens e gráficos analisáveis (Dedavid *et al 2007).*




Figuras 14 - Diagramas ilustrando os componentes-chave de um microscópio eletrônico de varredura, assim como os diferentes tipos de sinais resultantes da interação dos elétrons primários com a amostra. *Microscopia Eletrônica – Atlas Interativo de Biologia Celular. São Paulo: Instituto de Ciências Biomédicas da USP. Disponível em: https://atin.icb.usp.br/inicio/topicos/comosab/mic-eletr/. Acesso em: 10 ago. 2024.*

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) desempenha um papel crucial na análise das diversas radiações resultantes das interações entre elétrons e a amostra. Essa técnica avançada permite a obtenção de imagens que revelam propriedades dimensionais e morfológicas dos nanomateriais, aspectos fundamentais para o estudo e a aplicação desses materiais em diferentes campos científicos e tecnológicos. Por meio da MEV, é possível investigar em detalhes a estrutura e a composição dos

nanomateriais, proporcionando insights valiosos que guiam o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento de materiais existentes (Howe *et al*., 2010).

## 5.7 A ressonância Ferromagnética eletrônica (RFM)

As análises de Ressonância Ferromagnética Eletrônica (RFM) foram conduzidas a uma temperatura controlada de (25 ± 1) °C, utilizando o espectrômetro Bruker® ESP300 (Rheinstetten, Alemanha), operando na banda X (9,84 GHz). Para isso, foi empregado um filme de cavidade ressonante ER4102 ST (Formvar) acoplado ao equipamento. Os espectros obtidos seguiram os seguintes parâmetros instrumentais: potência de micro-ondas de 20 mW, frequência de modulação de 100 kHz, amplitude de modulação de 2,0 G, varredura de campo magnético de 200 G e tempo de aquisição de 100 s.

A ressonância ferromagnética eletrônica (RFM), é uma técnica analítica usada para estudar materiais  possuem elétrons desemparelhados em seus átomos ou moléculas, o que os torna suscetíveis a interações magnéticas (Mendonça; Oliveira, 2000).

A RFM aproveita o fato de que os elétrons desemparelhados em um material ferromagnético têm spin e, portanto, geram um momento magnético. Quando esses elétrons são expostos a um campo magnético externo, eles podem absorver ou emitir energia em forma de radiação eletromagnética na região das micro-ondas. A RFM/mede a absorção ou emissão dessa radiação, permitindo a análise das propriedades magnéticas do material e a determinação de informações valiosas, como o número de elétrons desemparelhados, a estrutura eletrônica, a concentração de espécies paramagnéticas e até mesmo informações sobre a dinâmica molecular.

A RFM é amplamente utilizada em diversas áreas da ciência, como química, física, biologia e ciências dos materiais. Ela desempenha um papel fundamental na pesquisa de compostos, estudos de radicais livres em sistemas biológicos, análise de defeitos em cristais, investigação de propriedades magnéticas em materiais magnéticos. Em resumo, é uma técnica analítica poderosa que fornece informações valiosas sobre sistemas paramagnéticos e tem uma ampla gama de aplicações

científicas e industriais. Mede a absorção ou emissão dessa radiação, permitindo a análise das propriedades magnéticas do material e a determinação de informações valiosas, como o número de elétrons desemparelhados, a estrutura eletrônica, a concentração de espécies paramagnéticas e até mesmo informações sobre a dinâmica molecular. ( Salmon Et al., 2007 )

A equação básica que descreve a ressonância paramagnética eletrônica é:

$$\Delta E = g\,\mu_B B_0 \qquad \text{Equação 7}$$

Onde:

$\Delta E$: Diferença de energia entre os níveis.

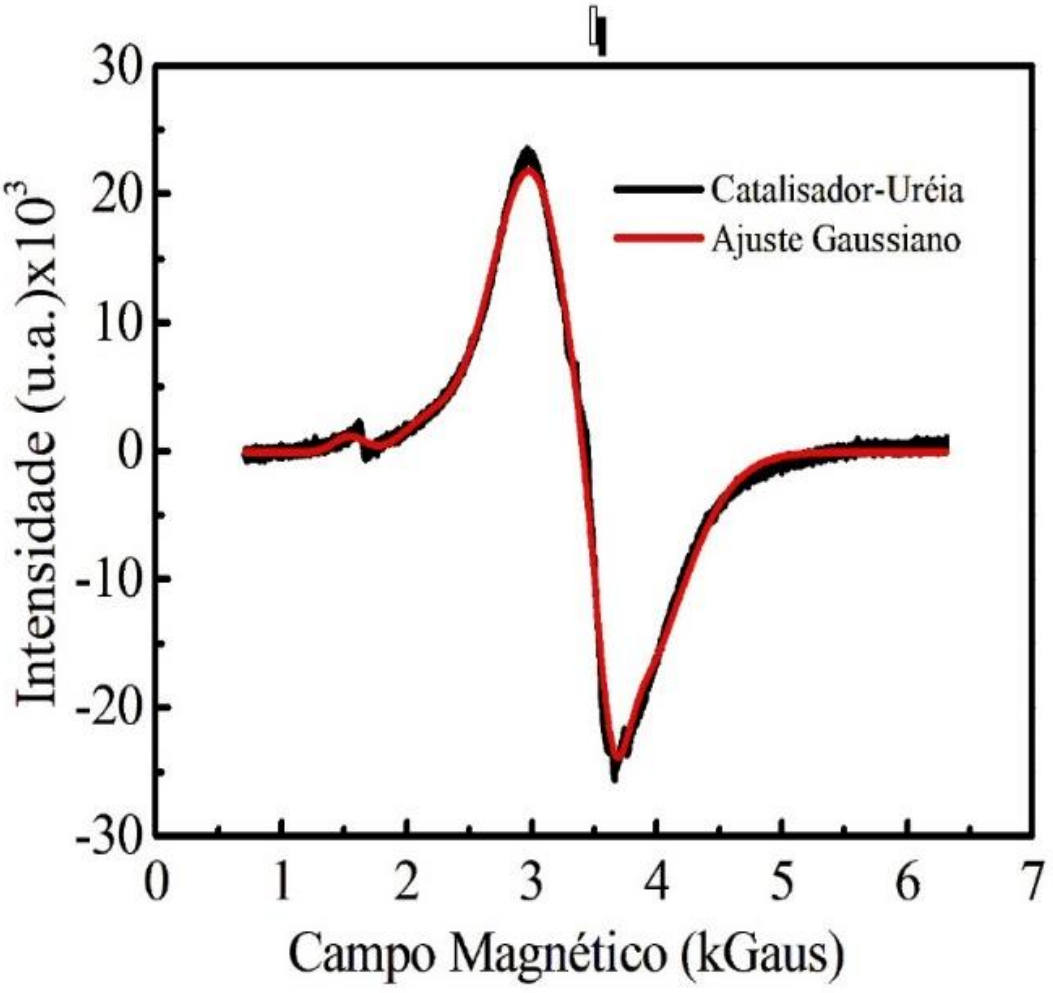
g: Fator g (específico para cada espécie paramagnética).

$\mu_B$: Magneton de Bohr.

$B_0$: Intensidade do campo magnético externo aplicado.

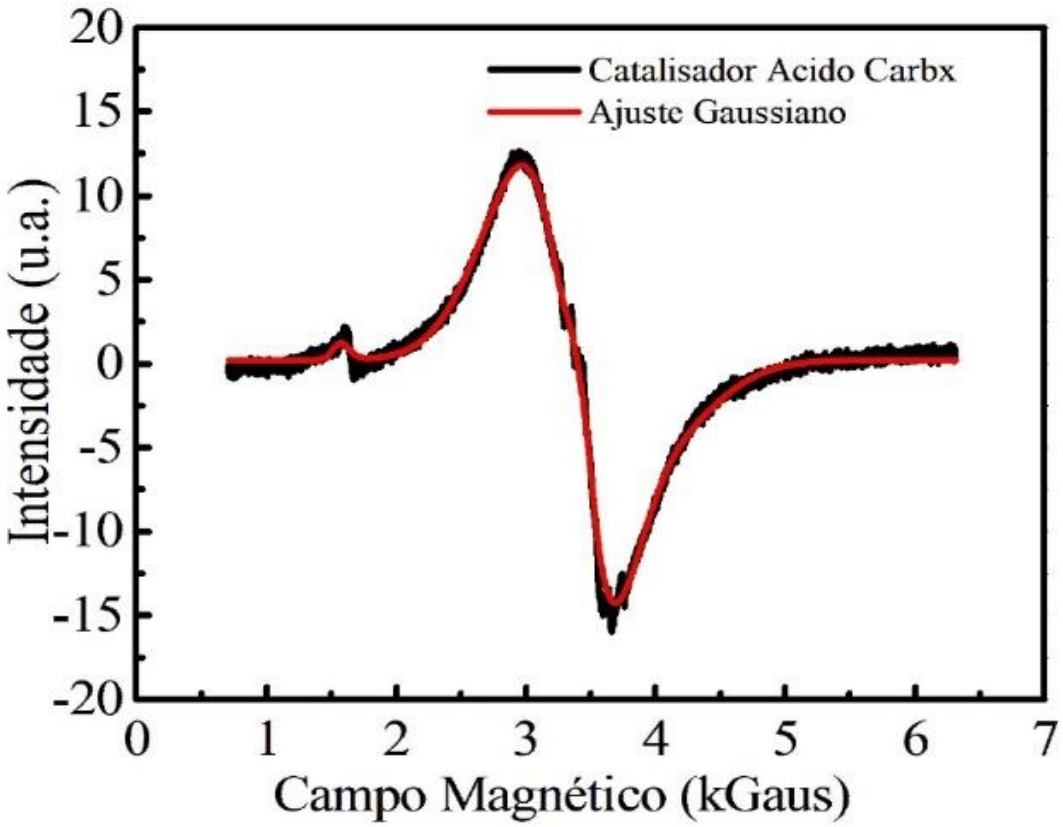
A RPE/EPR é amplamente utilizada em diversas áreas da ciência, como química, física, biologia e ciências dos materiais. Ela desempenha um papel fundamental na pesquisa de compostos paramagnéticos, estudos de radicais livres em sistemas biológicos, análise de defeitos em cristais, investigação de propriedades magnéticas em materiais magnéticos e muito mais.

A figura 15 mostra nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$.




Figuras 15 - Mostra os espectros FMR do nanocompósito $(Fe_XMn_YV_z)$ com o catalizador ureia, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.)

A Figura 16 revela uma  linhas e curvas: ela traz à tona o comportamento magnético do nanocompósito ($Fe_4Mn_6V_7O_w$) quando submetido a altas temperaturas.




Figuras 16 - Mostra os espectros EPR do nanocompósito ($V_XMn_YFe_z$) com o catalizador ureia, na temperatura de 400ºC. ( Fonte: Próprio autor.)

sintetizados com catalizadores ácido calconcarboxílico e ureia. Observa-se que não houve diferença expressiva nas duas sínteses.

A Ressonância Ferromagnética Eletrônica (RFM) é uma técnica indispensável para a caracterização de sistemas paramagnéticos, combinando precisão analítica com ampla aplicabilidade. Com a capacidade de fornecer informações detalhadas sobre a estrutura eletrônica e propriedades magnéticas dos materiais (Salmon Et al., 2007).

## 6.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção, são apresentados e discutidos os resultados obtidos por meio das técnicas de caracterização aplicadas ao estudo. O capítulo está estruturado em sete subtópicos, cada um correspondente a uma técnica específica:

Raios de Fluorescência de (XRF)

Difração de Raio X (DRX)

Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A ressonância paramagnética eletrônica (RPE)

### 6.1 Raios de Fluorescência de (XRF)

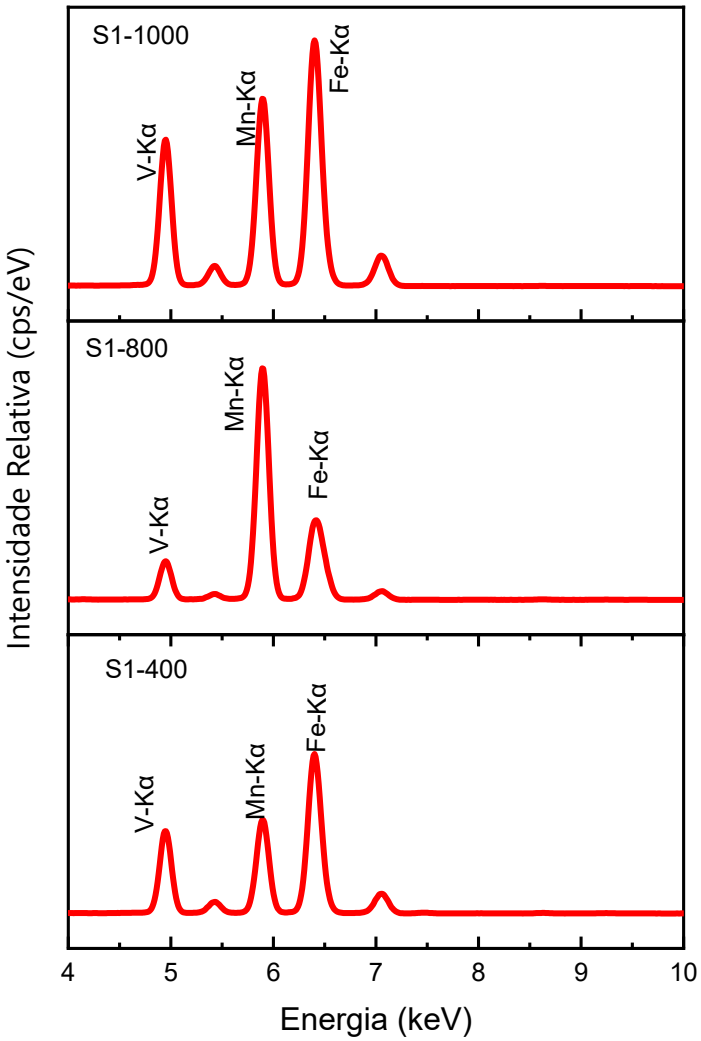
As medições de Fluorescência de Raios X (XRF, do inglês *X-ray Fluorescence*) foram conduzidas no Laboratório Multiuso, vinculado ao Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal de Jataí (UFJ). A realização e análise dos experimentos contaram com a valiosa colaboração do professor Alessandro Martins, cuja participação foi essencial para o desenvolvimento técnico e interpretativo dos resultados obtidos.

Foi realizada a medida do nanocompósitos $Fe_4Mn_6V_7Ow$ obtido a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e ureia nas temperaturas de 400º C, 800ºC e 1000ºc , Conforme mostra na figura 17 e 18.

Em todos os espectros, observam-se picos característicos dos elementos vanádio (V), manganês (Mn) e ferro (Fe), confirmando a presença desses elementos na composição final do material.

Na figura 17 podemos observar

- **S1-400 °C**: Baixa intensidade dos picos, indicando estrutura amorfa e pouca difusão entre os elementos. Porém mostra uma maximização do Fe na formação da estrutura nanocristalina
- **S1-800 °C**: Aumento da intensidade dos picos, sugerindo início da formação de fases cristalinas. Porém mostra uma maximização do Mn na formação da estrutura nanocristalina.
- **S1-1000 °C**: Picos bem definidos, confirmando a formação de fases nanocristalina e maior homogeneidade estrutural.

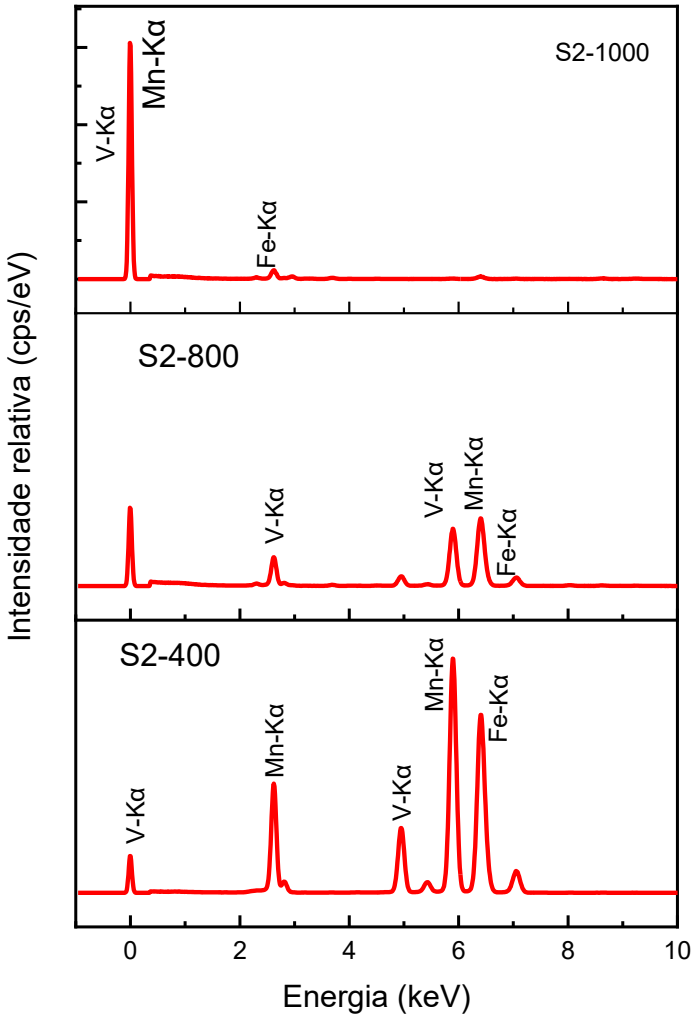



Figuras 17 – São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$, obtido a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C.

Na figura 18 são apresentados os espectros do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$, sintetizado como catalisador ureia, é possível observar picos característicos dos elementos vanádio (V), manganês (Mn) e ferro (Fe),

**S2-400 °C**: Apresentou baixa intensidade nos picos de V, Mn e Fe, indicando estrutura predominantemente amorfa e pouca difusão entre os elementos.

- **S2-800 °C**: Houve aumento na intensidade dos picos, sugerindo o início da formação de fases cristalinas e maior interação entre os componentes.
- **S2-1000 °C**: Os picos se tornaram bem definidos e intensos, confirmando a formação de fases cristalinas consolidadas e uma estrutura mais homogênea.




Figuras 18- São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito *$Fe_4Mn_6V_7O_w$*, obtido a partir de catalisador ureia e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C

Na análise do espectros S3 do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$, sintetizado como catalisador ácido calconcarboxílico, é possível observar picos característicos dos elementos titânio (Ti), manganês (Mn) e ferro (Fe). após tratamento térmico nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C,

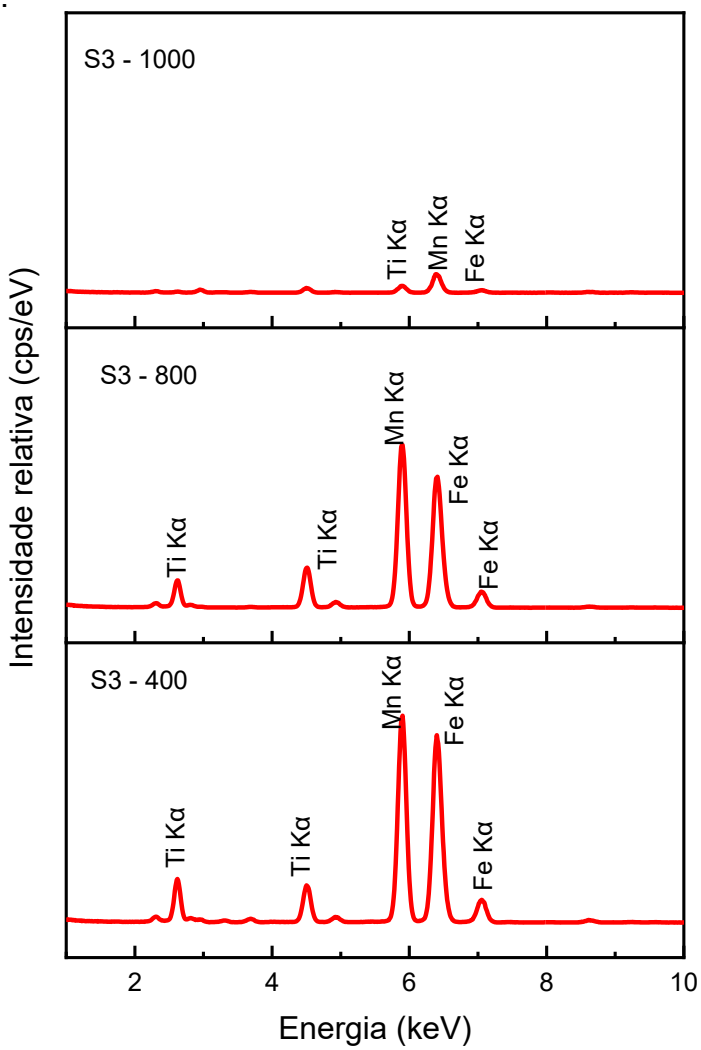
conforme ilustrado na Figura 19.

Na figura 19 podemos observar

**S3-400 °C**: Os picos apresentam baixa intensidade, sugerindo estrutura amorfa ou pouco organizada.

**S3-800 °C**: Observa-se aumento na intensidade dos picos, especialmente para Fe e Mn, indicando maior incorporação dos elementos e início da formação de fases cristalinas.

**S3-1000 °C**: Os picos tornam-se bem definidos e intensos, evidenciando a consolidação de fases cristalinas e uma estrutura homogênea. A alta temperatura favoreceu a difusão completa dos elementos e a estabilização da matriz do nanocompósito.

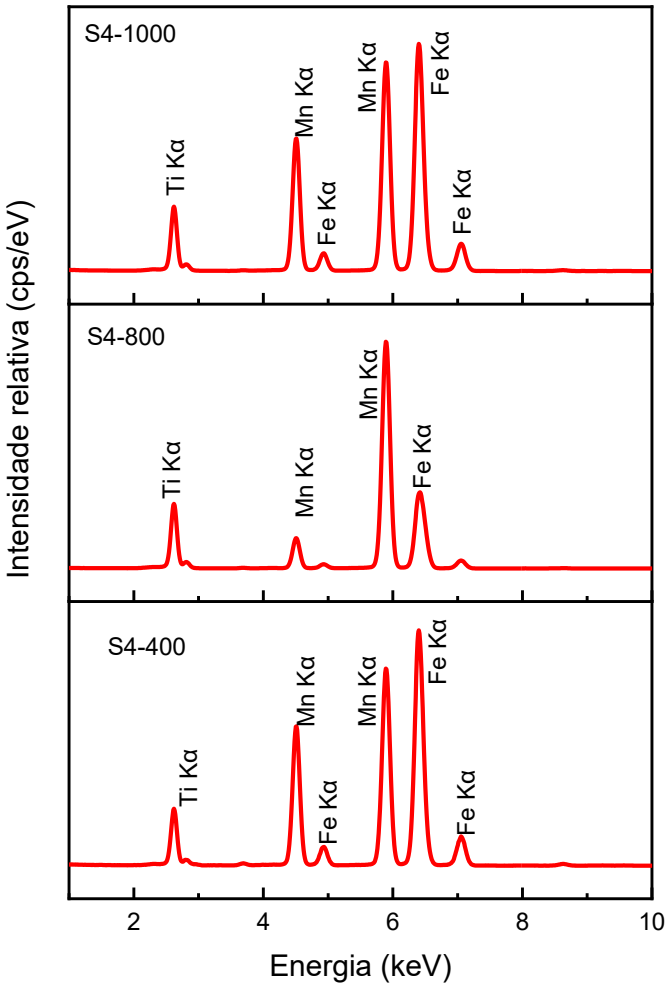



Figuras 19 – São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_{0.4}Fe_{0.3}TiO_w$, obtido a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C.

Na figura 20 podemos observar.

O espectros S4 do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$, sintetizado como catalisador ureia, é possível observar picos característicos dos elementos titânio (Ti), manganês (Mn) e ferro (Fe). após tratamento térmico nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C, conforme ilustrado na Figura 20

- S4-400 °C: A difusão dos elementos ainda é limitada, e não há formação clara de fases cristalinas, Porém mostra uma maximização do Fe na formação da estrutura nanocristalina.
- S4-800 °C: Observa-se aumento na intensidade dos picos, A estrutura começa a se reorganizar, Porém mostra uma maximização do Mn na formação da estrutura nanocristalina
- S4-1000 °C: Os picos tornam-se bem definidos e intensos, evidenciando a consolidação de fases nanocristalina e uma estrutura homogênea.




Figuras 20 - São apresentados os espectros de fluorescência de raios X (XRF) do nanocompósito $Mn_{0.4}Fe_{0.3}TiO_w$, obtido a partir de catalisador ureia e submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C

## 6.2 Difração de Raio X (DRX)

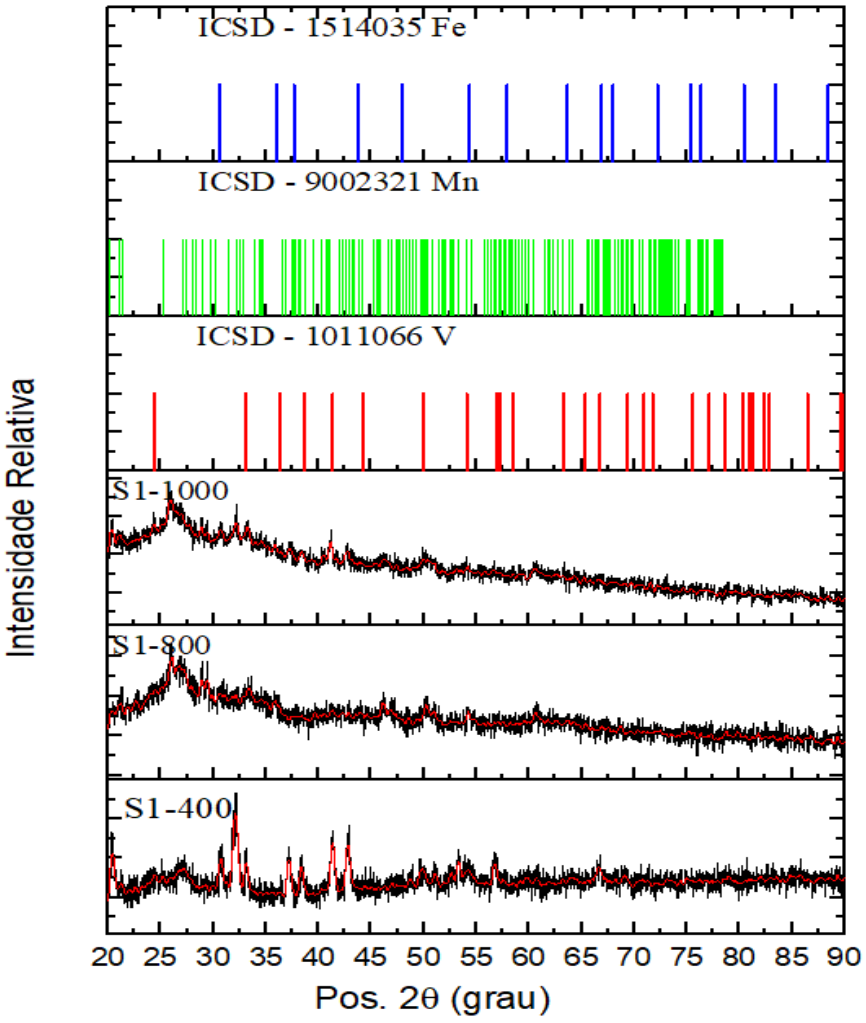
Nas figuras 21, 22, 23 e 24 apresentamos os difratogramas de raios X das amostras S1, S2, S3 e S4 do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Fe_4Mn_6V_7O_w$, obtidas após tratamento térmico nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. A análise dos difratogramas revela a evolução das fases cristalinas com o aumento da temperatura.

Os difratogramas experimentais (linhas pretas) são comparados com os padrões de referência das fases cristalinas de ferro (Fe – ICSD 1514035), manganês (Mn – ICSD 9002321) e vanádio (V – ICSD 1011066), conforme o banco de dados ICSD. As linhas coloridas indicam os ajustes teóricos e as intensidades calculadas para cada fase cristalina identificada. O eixo X indica a posição angular (2θ em graus) e o eixo Y, a intensidade relativa

Na figura 21 são apresentados as analise da amostra S1 Utilizando ácido calconcarboxílico.

**S1-400 °C:** observa-se a presença de estruturas amorfas ou de baixa cristalinidade, indicando que o material ainda não sofreu completa reorganização estrutural.

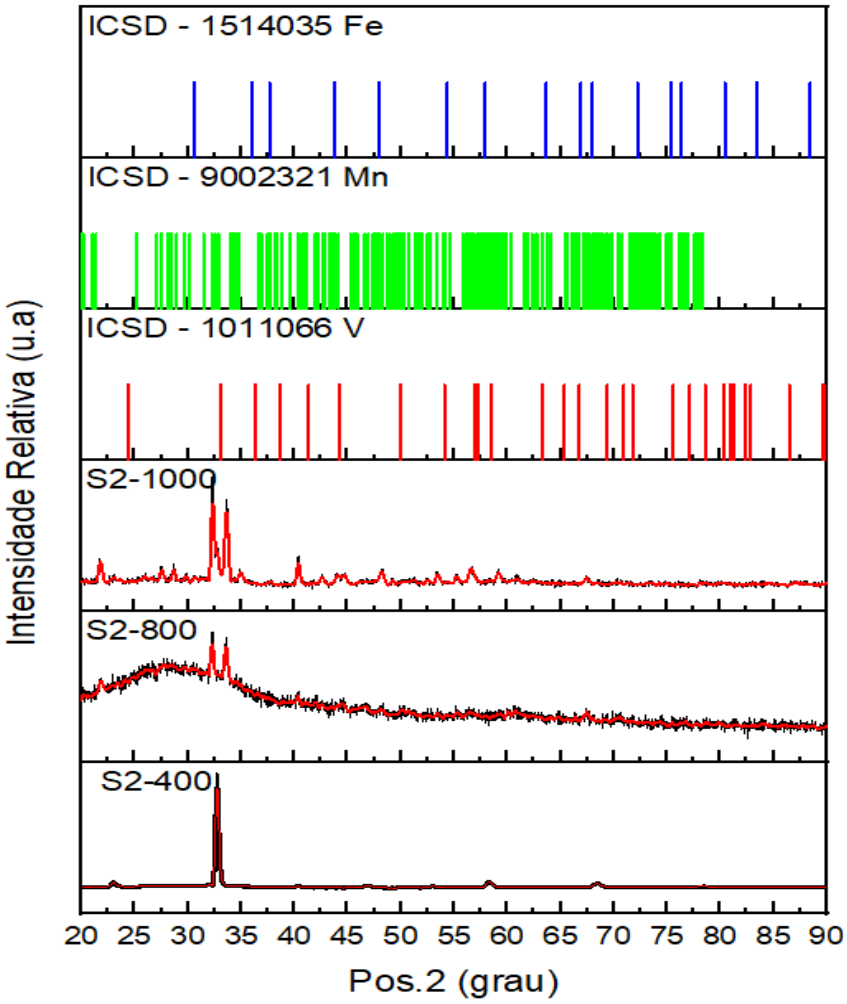
- **S1-800ºC:** surgem picos mais definidos, sugerindo o início da formação de fases cristalinas estáveis, como óxidos mistos de manganês, ferro e titânio.
- **S1-1000ºC:** os difratogramas exibem picos intensos e bem definidos, evidenciando uma maior cristalinidade e formação de fases mais ordenadas.




Figuras 21 - Padrões de difração de raios X (DRX) das amostras S1-400, S1-800 e S1-1000, obtidas a partir de catalisadores de ácido calconcarboxílico e submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C.

Na figura 22 são apresentados as analise da amostra S2 Utilizando ureia

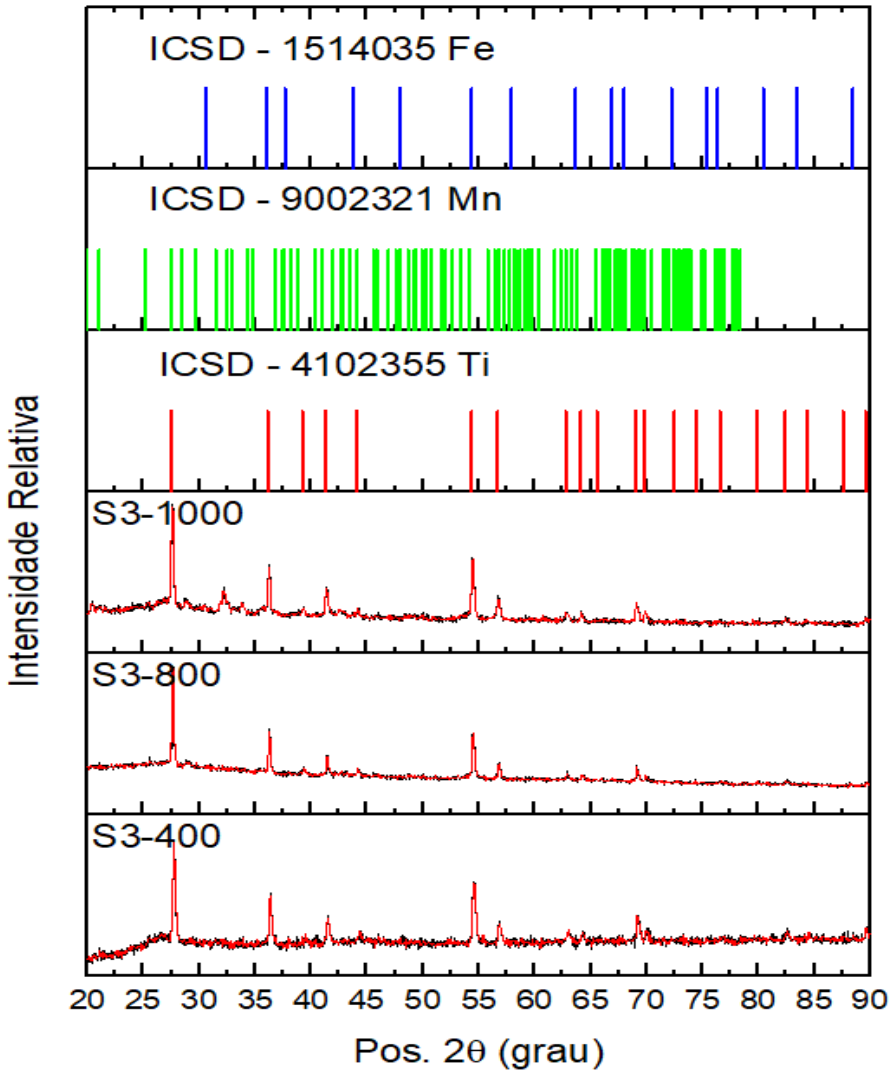
- **S2-400 °C:** O material é predominantemente amorfo, com a possível presença de um resíduo cristalino do precursor.
- **S2-800 °C:** O material ainda é majoritariamente amorfo, mas mostra o início da nucleação de fases cristalinas.
- **S2-1000 °C:** O material sofre uma cristalização completa, resultando em um compósito multifásico e cristalino.




Figuras 22 - Padrões de difração de raios X (DRX) das amostras S2-400, S2-800 e S2-1000, obtidas a partir de catalisadores ureia e submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C.

Na figura 23 são apresentados as analise da amostra S3 Utilizando ácido calconcarboxílico.

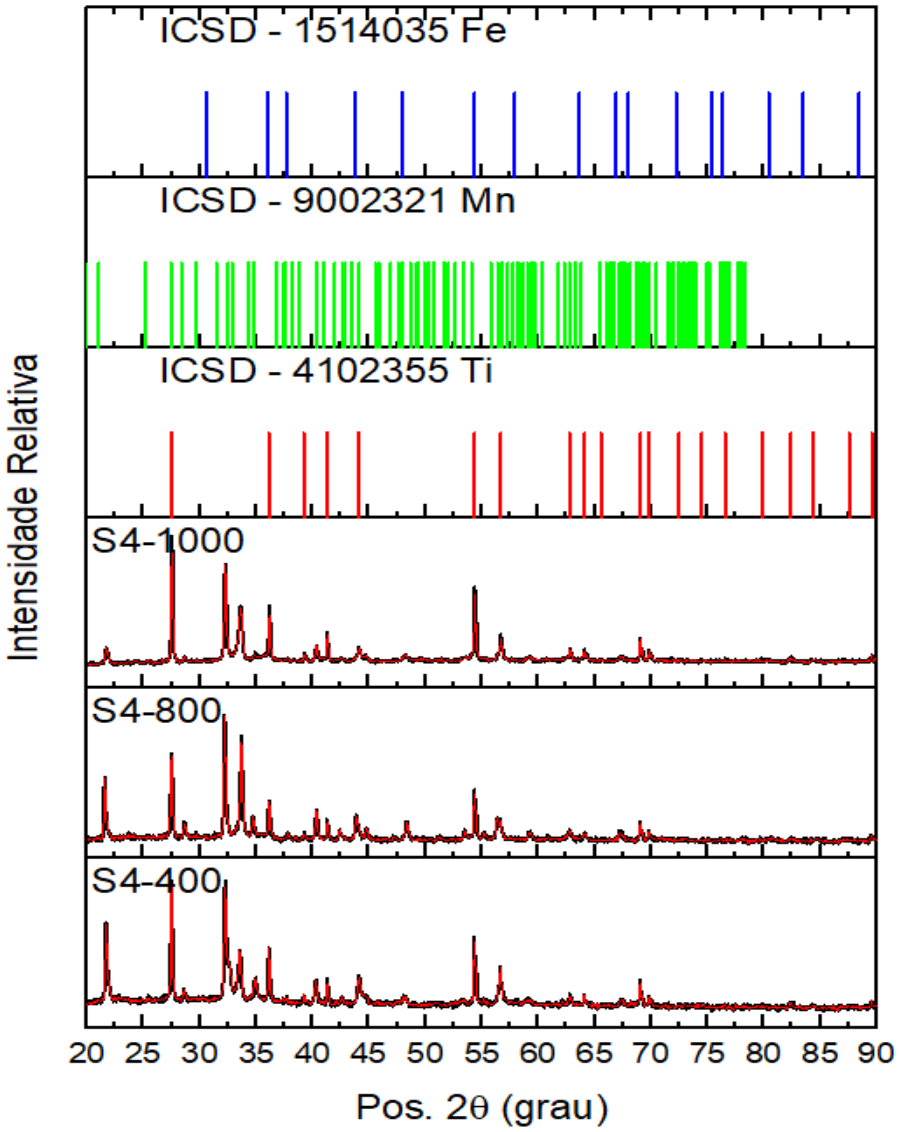
- **S3-400 °C:** O material é predominantemente cristalino, indicando uma rota de síntese que favorece a formação direta de fases estáveis.
- **S3-800 °C:** Os picos permanecem nas mesmas posições angulares, mas sua intensidade aumenta e eles se tornam ligeiramente mais estreitos.
- **S3-1000°C:** A estrutura cristalina formada inicialmente é extraordinariamente robusta e termicamente estável em toda a faixa de temperatura estudada.




Figuras 23 - Padrões de difração de raios-X (DRX) comparando as amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 e S4-400, S4-800 e S4-1000 .

Na figura 24 são apresentados as analise da amostra S4 Utilizando ureia

- **S4-400 °C:** Os picos intensos e definidos ao longo das condições térmicas reforçam a presença de uma fase cristalina integrada.
- **S4-800 °C:** Ocorrem transformações de fase evidentes. O padrão de difração muda significativamente.
- **S4-1000 °C:** O material sofre uma cristalização completa, resultando em um compósito multifásico e cristalino, que agora se mostra termicamente estável.



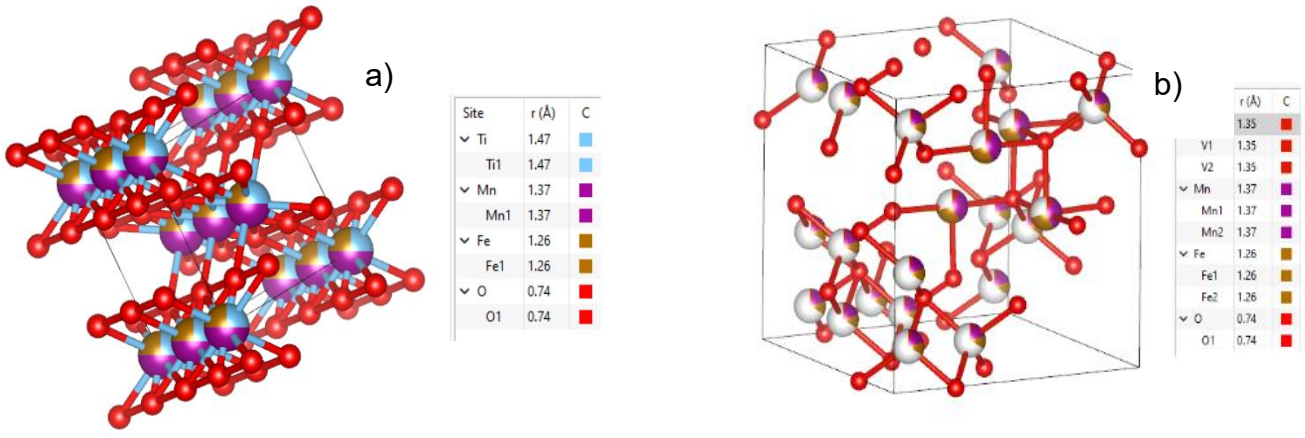

Figuras 24 - Padrões de difração de raios-X (DRX) comparando as amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 e S4-400, S4-800 e S4-1000.

Os resultados dos difratogramas para as quatro amostras demonstram a formação de um material ternário estável e altamente cristalino, com propriedades sinergéticas provenientes da interação dos elementos *Fe, Mn e V*, e *Fe, Mn e Ti.* Essa robustez estrutural torna o material adequado para aplicações avançadas, como catalisadores, dispositivos de armazenamento de energia e revestimentos funcionais.

Levando em conta que uma estrutura contendo os elementos $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Fe_4Mn_6V_7O_w$, apresenta características potencialmente inéditas devido à ausência de dados em publicações científicas e bases cristalográficas, foi necessário iniciar os estudos com estruturas semelhantes disponíveis. A partir da estrutura de referência (ICSD – 4102355 Ti) (ICSD – 1011066 V), Mn (ICSD - 9002321) Fe (ICSD - 1514035), constatou-se que suas características cristalográficas guardam proximidade com o nanocompósito proposto.

Os dados obtidos por análise de fluorescência de raios X (XRF) reforçam essa hipótese, corroborando a presença dos elementos identificados. Na Figura 48, observa-se a estrutura da célula unitária que serviu como base para o refinamento realizado segundo o método de Rietveld.

$Fe_xMn_yTi_zO_w$ $Fe_xMn_yV_zO_w$




Figuras 25 - Representação esquemática de uma célula unitária da estrutura. (Fonte: Próprio autor

## 6.3 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

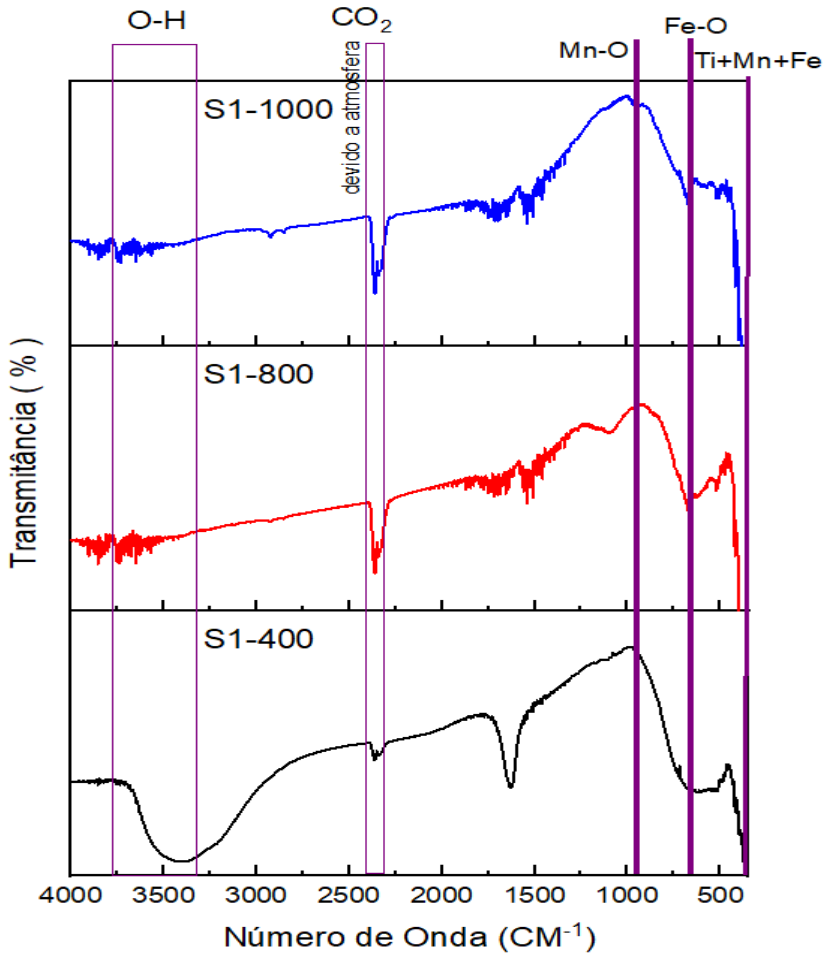
A caracterização dos nanocompósitos sintetizados foi realizada utilizando espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) em um equipamento da marca Jasco, modelo 4100, que opera nas regiões do infravermelho médio (MIR), com varredura de 4000 a 400 $cm^{-1}$. Esse equipamento permite a realização de medições em amostras sólidas. A técnica é amplamente empregada na caracterização de pequenas moléculas inorgânicas e orgânicas, fármacos, catalisadores, nanopartículas, complexos organometálicos, entre outras substâncias.

Através da FTIR, é possível identificar as bandas características do infravermelho em materiais inorgânicos, que tendem a ser mais amplas e de número reduzido, localizando-se na região de menor número de onda, conhecida como região de impressão digital da molécula. Após a conferência dos parâmetros e do funcionamento do equipamento, o espectro foi obtido com amostras preparadas a partir de materiais higienizados com água destilada e álcool 70%. Para isso, utilizaram-se materiais como um moinho de ágata de 4 cm de diâmetro e capacidade de 10 ml, um macerador de porcelana, peças (Die Set) para a construção das pastilhas, uma prensa manual, um suporte de amostras para o espectrômetro e brometo de potássio (KBr). (Cunha Et al., 2014)

A Figura 26 apresenta os espectros de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para a série de amostras S1, tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

- **S1-1000 (Azul):** Amostra aquecida a 1000°C, com faixas de absorção associadas a grupos O-H (hidroxilas), $CO_2$ devido à atmosfera, e características de ligações Mn-O e Fe-O.
- **S1-800 (Vermelho):** Amostra aquecida a 800°C, exibindo absorções também relacionadas ao Mn-O, Ti+Mn+Fe e outras interações.

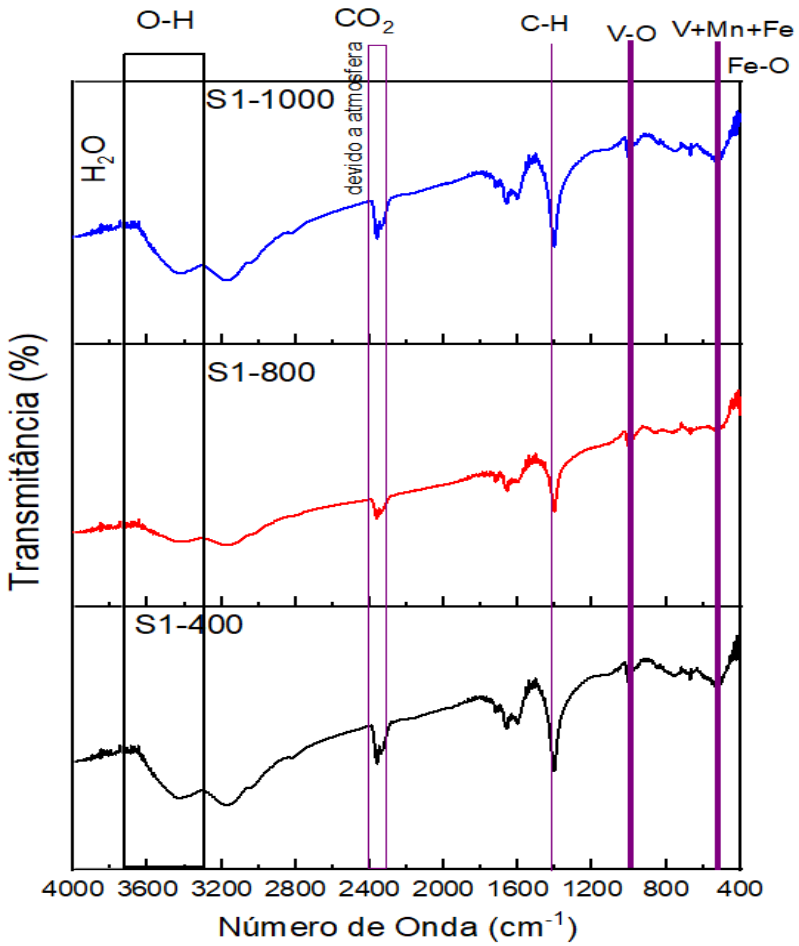
**S1-400 (Preto):** Amostra aquecida a 400°C, com menores picos de absorção, destacando as interações envolvendo Mn-O e Ti+Mn+Fe.




Figuras 26 - O gráfico apresentado mostra três espectros de transmissão em diferentes amostras, com a intensidade de transmissão (Transmitância %) em função do número de onda ($cm^{-1}$). ( Fonte: Próprio autor)

A Figura 27 apresenta os espectros de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para a série de amostras S1, tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

- **S1-1000 (Azul):** Amostra aquecida a 1000°C, com faixas de absorção associadas a grupos O-H (hidroxilas), $CO_2$ proveniente da atmosfera, e características de ligações Mn-O, Fe-O e V-O (vanádio-oxigênio).
- **S1-800 (Vermelho):** Amostra aquecida a 800°C, exibindo absorções também relacionadas às ligações Mn-O, Fe-O e V-O, refletindo as interações do vanádio e outros elementos presentes.
- **S1-400 (Preto):** Amostra aquecida a 400°C, com menores picos de absorção, destacando as interações envolvendo Mn-O, Fe-O e V-O.




Figuras 27 - O gráfico apresentado mostra três espectros de transmissão em diferentes amostras, com a intensidade de transmissão (% Transmitância) em função do número de onda ($cm^{-1}$)( Fonte: Próprio autor).

Esse gráfico ilustra como as condições térmicas de aquecimento afetam as interações químicas e as absorções das amostras, permitindo observar as modificações nas ligações e grupos funcionais à medida que a temperatura aumenta, especialmente a influência do vanádio nas absorções.

Com base na análise dos espectros apresentados, foi possível identificar as principais bandas de absorção, com regiões bem definidas, ocorrendo pequenas variações nas intensidades e deslocamentos dos picos conforme as modificações nos parâmetros do processo de síntese, especificamente nas temperaturas de aquecimento de 400°C, 800°C e 1000°C.

De acordo com os dados obtidos, os picos observados nas regiões de aproximadamente 3300 $cm^{-1}$ e 1600 $cm^{-1}$ estão relacionados ao estiramento e deformação angular das ligações O-H, características das moléculas de água presentes nas amostras. A presença do pico em torno de 1384 $cm^{-1}$ pode ser atribuída às ligações C-O e C-H, possivelmente resultantes de impurezas do processo de síntese. No entanto, é importante destacar que esse pico não é observável após o processo de calcinação, como evidenciado pela amostra aquecida a 1000°C (S1-1000), onde essa característica se torna menos pronunciada.

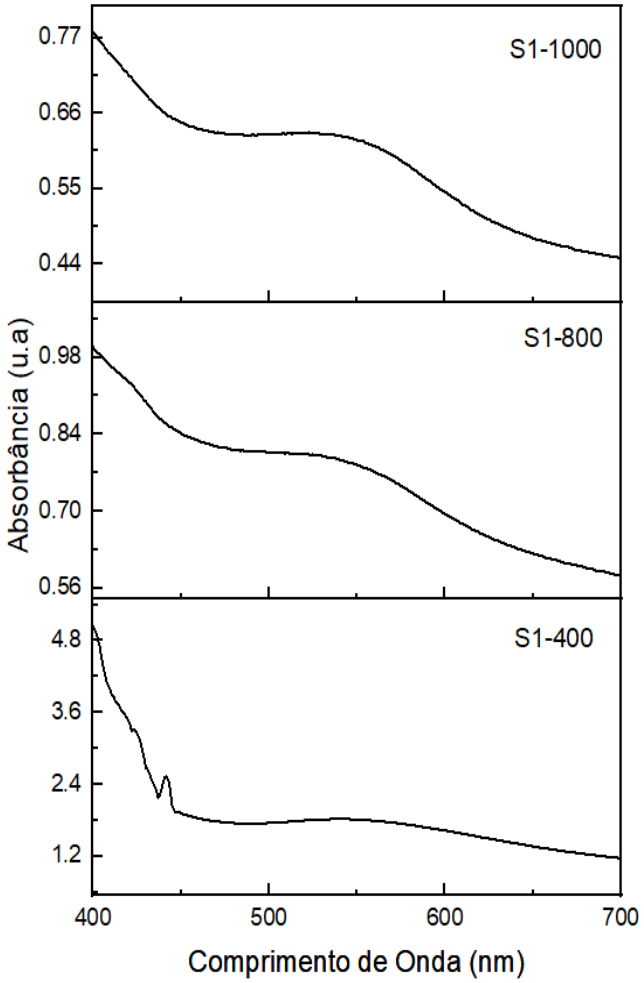
## 6.4 Espectroscopia Ultravioleta e Visível (UV-VIS)

As medidas espectroscópicas de UV-VIS foram realizadas com o espectrofotômetro ANOVA-2100UV, que opera em um intervalo de comprimentos de onda de 190 a 1100 nm, no LNBIOMAG – UNIR. A técnica foi empregada para investigar as regiões de absorção de radiação UV-VIS nos nanocompósitos, permitindo correlacionar essas propriedades com o processo de síntese, além de explorar as transições eletrônicas dos elementos constituintes (Tomaszewska Et al., 2013).

O modo de preparação foi feito usando forno tipo mufla com faixa de aquecimento entre 400º, 800º e 1000º, usando processo de preparação com fração molar dos elementos V=1, Ti=1, Mn=1 e Fe=1.

Nas figura 28  a seguir, são apresentados os espectros de absorção $Fe_4Mn_6V_7O_w$ em função do comprimento de onda das amostras S1-400, S1-800 e S1-1000, agrupadas conforme suas características de preparação. Observa-se que os espectros apresentam tendências distintas nos valores de absorbância:

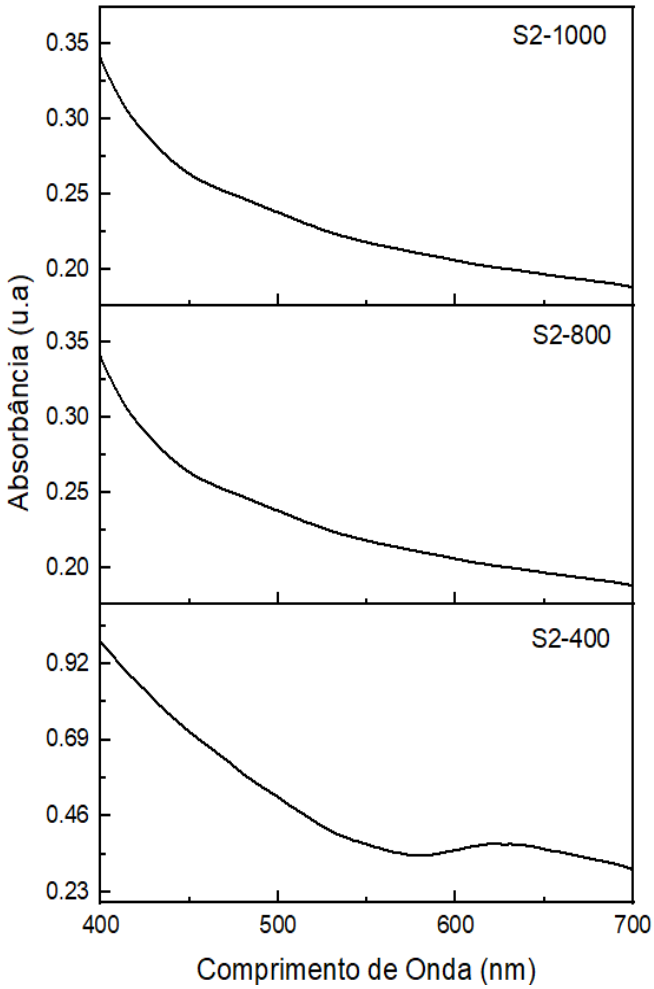
- **S1-400:** destaca-se por apresentar os valores mais elevados, começando em torno de 4,8 a 400 nm e caindo para aproximadamente 1,2 a 700 nm.
- **S1-800:** mostra uma maior absorbância ao longo do espectro, com valores que variam de cerca de 0,98 a 400 nm até 0,56 a 700 nm. Por fim, a amostra
- **S1-1000:** apresenta uma redução gradual na absorbância, indo de aproximadamente 0,77 a 400 nm até 0,44 a 700 nm




Figuras 28 - Os espectros UV-VIS *($Fe_4Mn_6V_7O_w$)* das amostras S1-400, S1-800 e S1-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Nas figura 29, são apresentados os espectros de absorção em função do comprimento de onda das amostras S2-400, S2-800 e S2-1000, agrupadas conforme suas características de preparação. Observa-se que os espectros apresentam tendências distintas nos valores de absorbância:

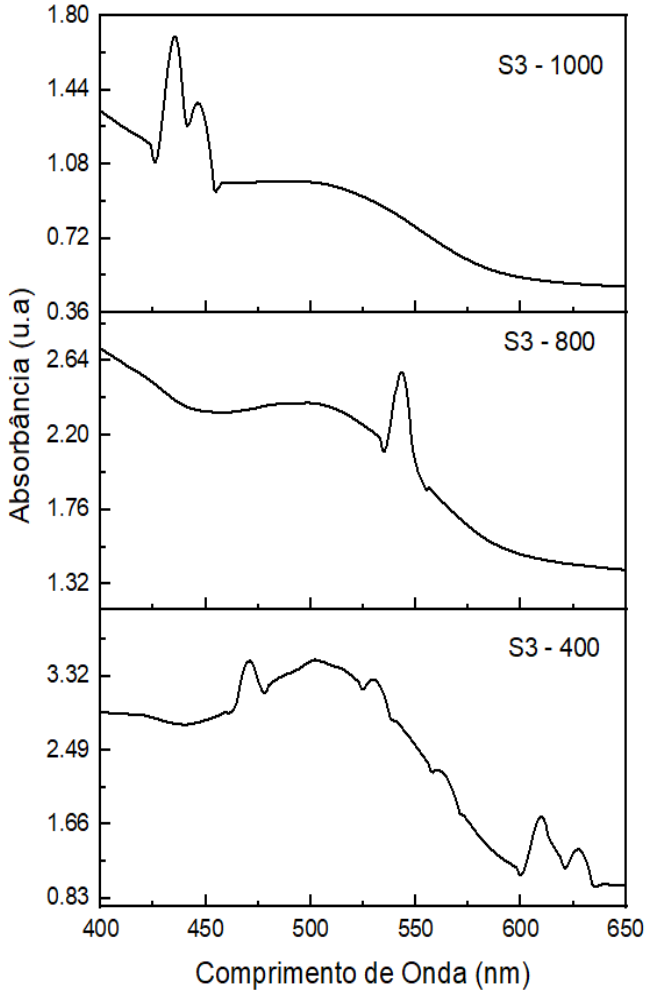
- **S2-400 °C**: Apresenta os maiores valores de absorbância, variando de aproximadamente 0,69 a 300 nm até cerca de 0,23 a 700 nm.
- **S2-800 °C**: Os valores de absorbância são intermediários, indo de cerca de 0,30 a 300 nm até 0,20 a 700 nm.
- **S2-1000 °C**: Apresenta os menores valores de absorbância, entre 0,35 e 0,20 ao longo do espectro.




Figuras 29 - Os espectros UV-VIS *($Fe_4Mn_6V_7O_w$ )* das amostras S2-400, S2-800 e S2-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ureia.

Nas figura 30, são apresentados os espectros de absorção em função do comprimento de onda das amostras S3-400, S3-800 e S3-1000, agrupadas conforme suas características de preparação.

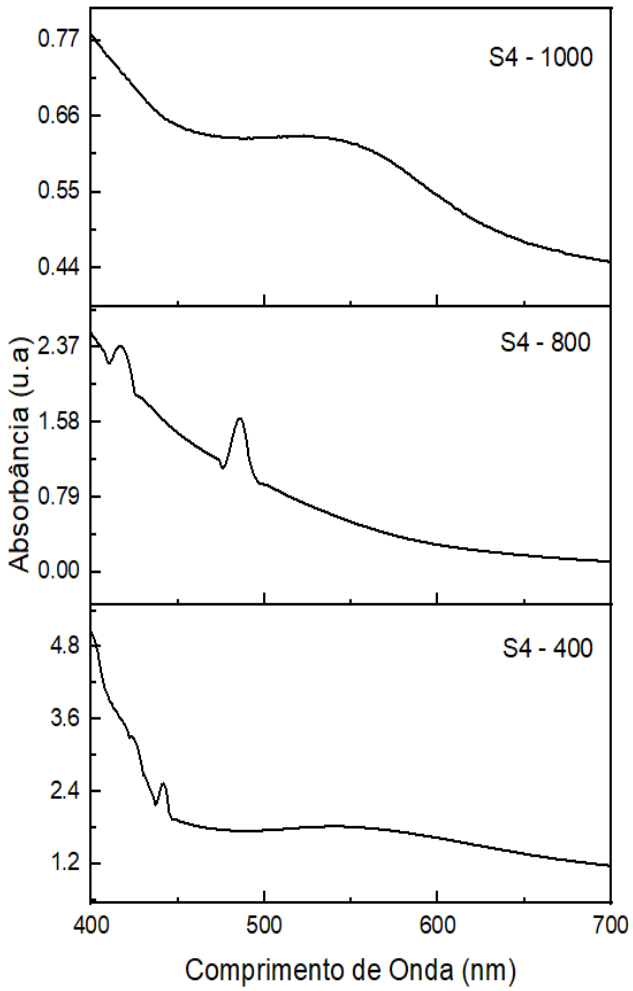
- **S3-400 °C**: Apresenta os maiores valores de absorbância e múltiplos picos, indicando estrutura menos organizada e maior densidade de estados eletrônicos.
- **S3-800 °C**: Mostra pico mais definido próximo a 470 nm e absorbância intermediária, sugerindo início da reorganização estrutural.
- **S3-1000 °C**: Exibe os menores valores de absorbância, com perfil mais uniforme e picos suaves, refletindo maior cristalinidade e estrutura mais estável.




Figuras 30 - Os espectros UV-VIS ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) das amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Nas figura 31, são apresentados os espectros de absorção em função do comprimento de onda das amostras S4-400, S4-800 e S4-1000, agrupadas conforme suas características de preparação.

- **S4-400 °C**: Apresenta os maiores valores de absorbância, com pico próximo de 4,8, indicando estrutura menos organizada e alta densidade de estados eletrônicos.
- **S4-800 °C**: Absorbância intermediária, sugerindo início da reorganização estrutural e redução de defeitos ópticos.
- **S4-1000 °C**: Menor absorbância, com perfil mais uniforme, refletindo maior cristalinidade e estrutura estabilizada.




Figuras 31 - Os espectros UV-VIS ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) das amostras S3-400, S3-800 e S3-1000 mostram a variação da absorbância entre 400 e 700 nm. As amostras, contendo V, Mn e Fe, foram sintetizadas com catalisador ureia e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

A determinação do **band gap** (ou lacuna de banda) é uma característica de grande relevância no estudo de **nanomateriais**, uma vez que essa propriedade está diretamente relacionada às suas funcionalidades fotofísicas e fotoquímicas. O band gap, que corresponde à energia necessária para promover um elétron da banda de valência para a banda de condução, é um dos principais determinantes do comportamento elétrico e óptico dos materiais. Em nanomateriais, esse parâmetro assume ainda mais importância, pois pode influenciar diretamente a eficiência de dispositivos como células solares, sensores ópticos e catalisadores. Uma das formas mais comuns e eficazes de determinar o **band gap** de nanomateriais é através da análise de espectros de **UV-VIS** (ultravioleta e visível).

A técnica permite a avaliação da absorção de luz pelo material, fornecendo informações sobre a energia necessária para excitar os elétrons. Para a obtenção dos valores do band gap, o método de **Tauc** se destaca como uma abordagem simples e altamente eficiente. Baseado na relação empírica entre o coeficiente de absorção (α\alphaα) e a energia dos fótons (hvh\nuhv), esse método é amplamente utilizado devido à sua praticidade e precisão (Karoui, 2018).

$$(h\nu\alpha)^{1/n} = A\,(h\nu - Eg) \qquad \text{Equação 8}$$

A equação de Tauc $(h\nu\alpha)^{1/n} = A\,(h\nu - Eg)$ permite que, ao se traçar um gráfico de $(\alpha h\nu)^n$ versus hv, seja possível extrapolar a energia do band gap a partir da interseção da linha reta com o eixo de energia. onde $\alpha$ é o coeficiente de absorção, $h\nu$ é a energia do fóton, $Eg$ é a energia do *band gap*, $A$ é uma constante de proporcionalidade e o valor de $n$ denota a natureza das transições eletrônicas do material e é igual a 1/2 ou 2 para os intervalos de banda de transição direta e indireta.

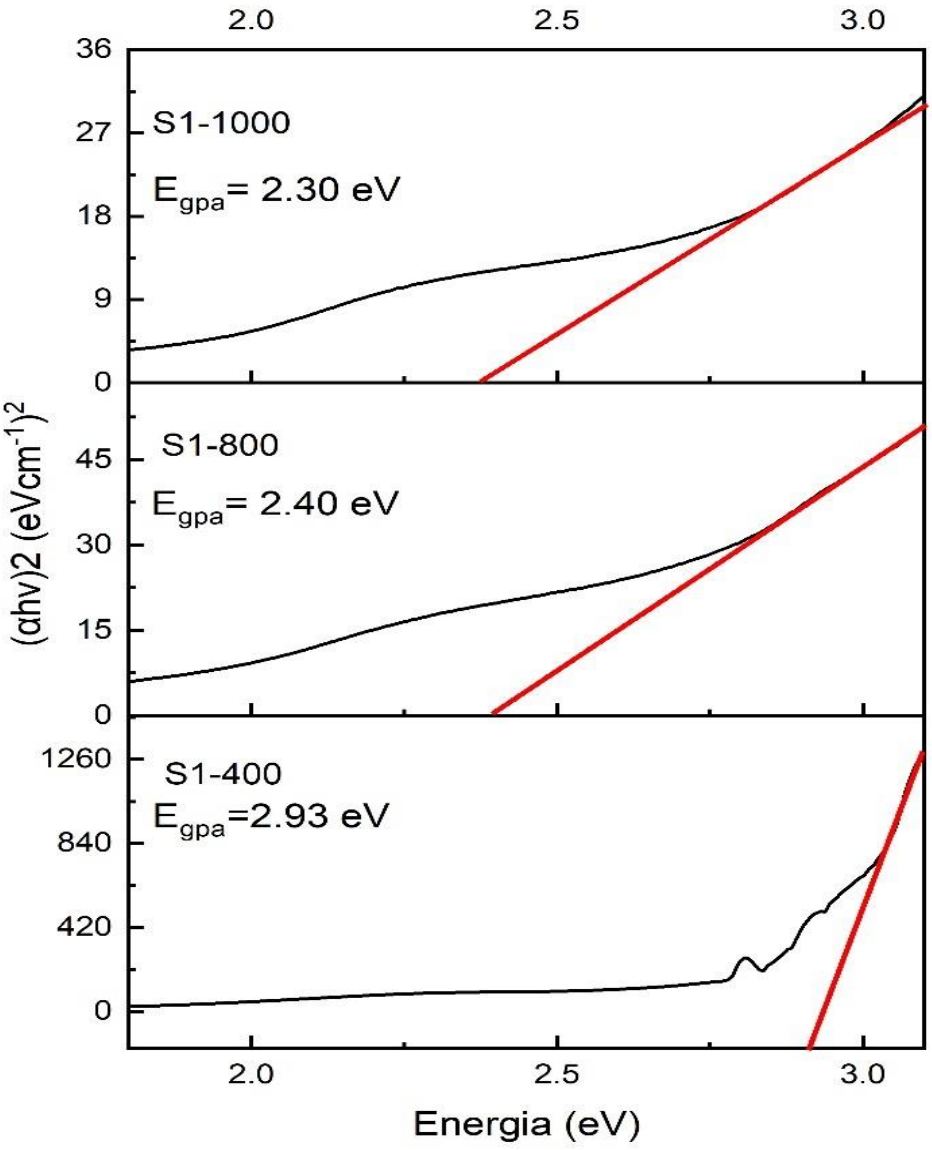
O valor obtido pode, então, ser utilizado para prever as propriedades fotofísicas e fotoquímicas do material.

Os valores de absorbância e comprimento de onda foram analisados e convertidos, possibilitando a construção de gráficos que relacionam $(h\nu\alpha)^{1/2}$ com a energia (hv), apresentados nas figuras 27. Com base no método de Tauc, foi possível determinar os valores da energia de gap das amostras sintetizadas. Observou-se que

os valores de Eg obtidos ficaram entre 2.0 eV e 2.95 eV, evidenciando características consistentes entre as amostras analisadas.

Na figura 32 apresentamos espectros de absorção óptica das amostras S1-400 °C, S1-800 °C e S1-1000 °C.

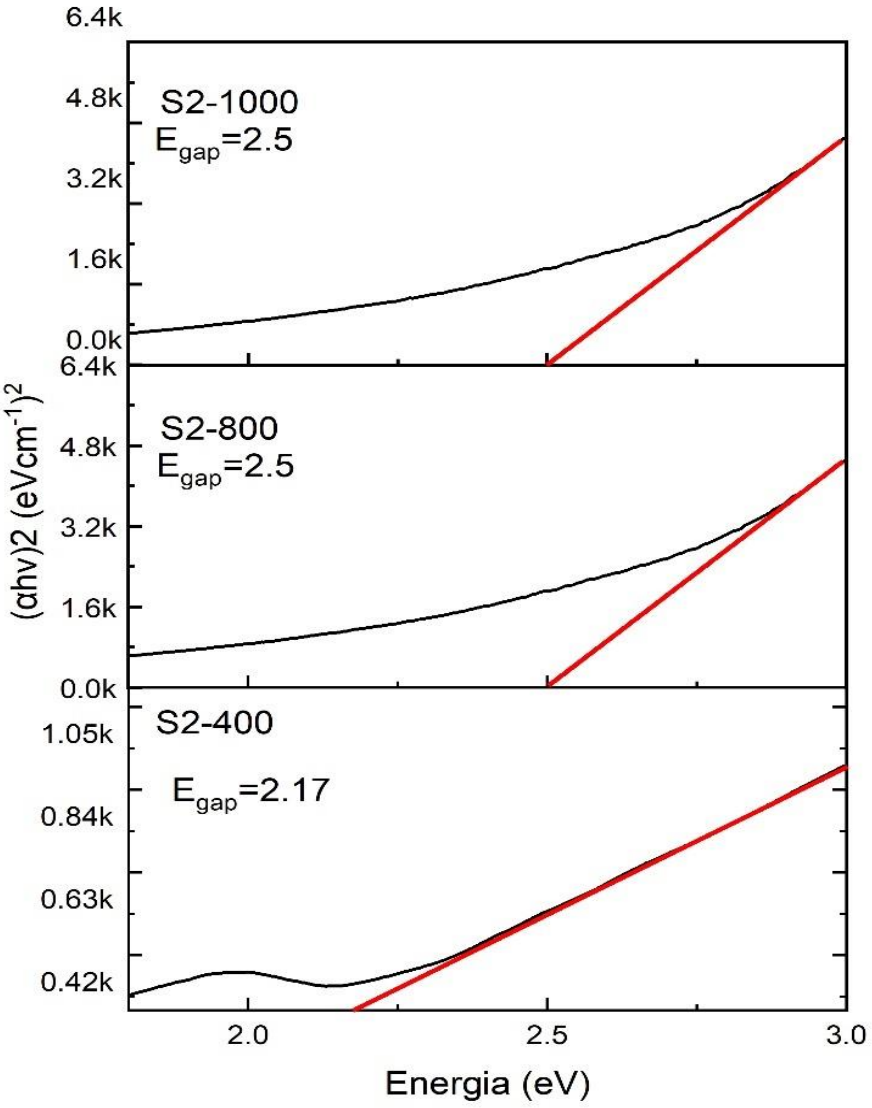
- **S1-400 °C**: $E_{gpa}$ = **2,93 eV** Estrutura menos organizada, com maior band gap, indicando menor densidade de estados .
- **S1-800 °C**: $E_{gpa}$ = **2,40 eV** Redução do band gap sugere início da reorganização estrutural e formação de fases mais ordenadas.
- **S1-1000 °C**: $E_{gpa}$ = **2,30 eV** Menor valor de Egpa, indicando maior cristalinidade e estrutura eletrônica mais homogênea, favorecendo transições ópticas diretas




Figuras 32 - Representação da relação entre $(h\nu\alpha)^{1/2}$ e energia (hv), *($Fe_4Mn_6V_7O_w$ )* com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Na figura 33 apresentamos espectros de absorção óptica das amostras S2-400 °C, S2-800 °C e S2-1000 °C.

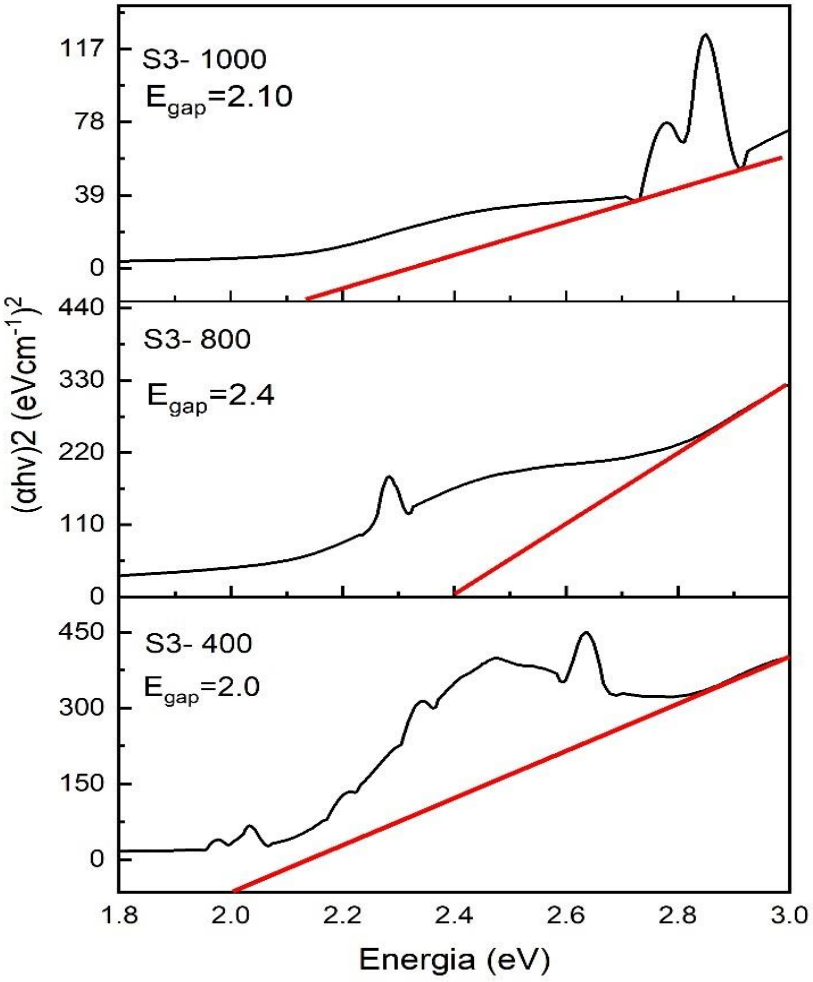
- **S2-400 °C**: $E_{gap}$ = **2,17 eV** Estrutura menos ordenada, com maior densidade de estados eletrônicos e transições ópticas menos definidas.
- **S2-800 °C**: $E_{gap}$ = **2,50 eV** Indica reorganização estrutural e formação de fases mais estáveis.
- **S2-1000 °C**: $E_{gap}$ = **2,50 eV** Mantém o valor, sugerindo consolidação da estrutura cristalina e estabilidade eletrônica.




Figuras 33 - Representação da relação entre $(h\nu\alpha)^{1/2}$ e energia (hv), *($Fe_4Mn_6V_7O_w$)* com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador ureia e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Na figura 34 apresentamos espectros de absorção óptica das amostras S3-400 °C, S3-800 °C e S3-1000 °C.

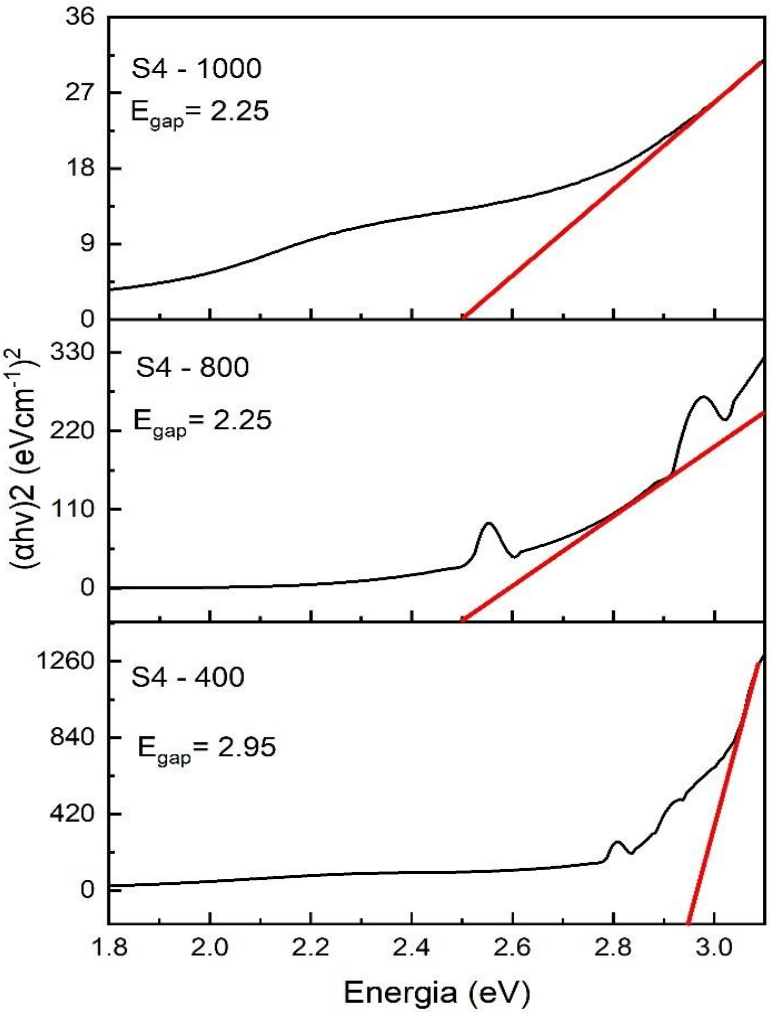
- **S3-400 °C**: $E_{gap}$ = **2,00 eV** Estrutura menos ordenada, com maior densidade de estados eletrônicos e transições ópticas menos definidas.
- **S3-800 °C**: $E_{gap}$ = **2,40 eV** Aumento do band gap indica reorganização estrutural e formação de fases mais estáveis.
- **S3-1000 °C**: $E_{gap}$ = **2,10 eV** Redução do band gap em relação à amostra de 800 °C sugere consolidação da estrutura com possível rearranjo eletrônico




Figuras 34 - Representação da relação entre (hvα)$^{1/2}$ e energia (hv), ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Na figura 35 apresentamos espectros de absorção óptica das amostras S4-400 °C, S4-800 °C e S4-1000 °C.

- **S4-400 °C**: $E_{gap}$ = **2,95 eV** Estrutura menos organizada, com maior band gap, indicando menor densidade de estados eletrônicos e maior presença de defeitos.
- **S4-800 °C**: $E_{gap}$ = **2,25 eV** Redução significativa no band gap, sugerindo reorganização estrutural e formação de fases mais estáveis.
- **S4-1000 °C**: $E_{gap}$ = **2,25 eV** Valor mantido, indicando consolidação da estrutura cristalina e estabilidade eletrônica




Figuras 35 - Representação da relação entre $(h\nu\alpha)^{1/2}$ e energia (hv), ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) com os valores de energia de band gap (E_gap) determinados através do método de Tauc. foram sintetizadas com catalisador catalisador ácido carboxílico e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.

Esses dados são analisados para entender como a variação na temperatura de síntese afeta as propriedades eletrônicas dos materiais. A relação entre as condições de síntese e os valores de Band Gap foi extraída e interpretada a partir dos resultados experimentais, que indicam as variações nas energias de Band Gap em função da temperatura, com base nos dados obtidos nos testes de $(h\nu\alpha)^{1/2}$ em função da energia (hv).

Tabela 3 exibe as identificações das amostras, as temperaturas de síntese utilizadas, o método de preparação por forno mufla e os valores da energia de Band Gap (E_gap) correspondentes.

| Identificação | Temperatura de Síntese (°C) | Modo de Preparação | Energia de Band Gap ($E_{gap}$) |
|---|---|---|---|
| S1-1000 | 1000 | Forno mufla | 2,30 eV |
| S1-800 | 800 | Forno mufla | 2,40 eV |
| S1-400 | 400 | Forno mufla | 2,93 eV |
| S2-1000 | 1000 | Forno mufla | 2,50 eV |
| S2-800 | 800 | Forno mufla | 2,50 eV |
| S2-400 | 400 | Forno mufla | 2,17 eV |
| S3-1000 | 1000 | Forno mufla | 2,10 eV |
| S3-800 | 800 | Forno mufla | 2,40 eV |
| S3-400 | 400 | Forno mufla | 2,00 eV |
| S4-1000 | 1000 | Forno mufla | 2,25 eV |
| S4-800 | 800 | Forno mufla | 2,25 eV |
| S4-400 | 400 | Forno mufla | 2,95 eV |

## 6.5 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

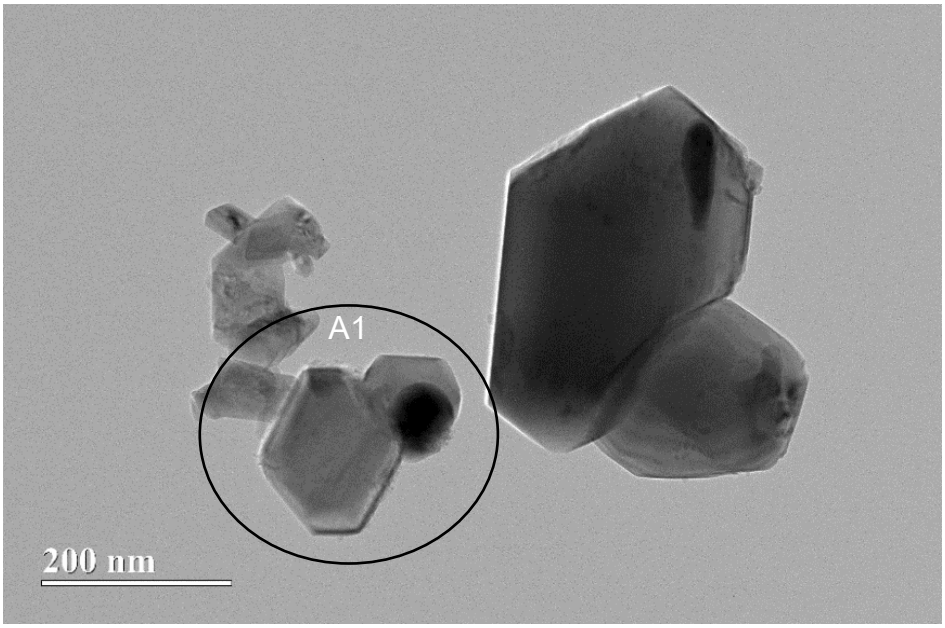
As imagens foram capturadas utilizando o Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), modelo JEM-2100 da Jeol, com espectrômetro de energia dispersiva de raios X (EDS) Thermo Scientific, disponível no LabMic – UFG. Por meio das micrografias obtidas, foi possível analisar com precisão a polidispersão, o diâmetro físico e a morfologia das nanoestruturas em investigação.

As Figuras 28 a 31 exibem as imagens realizadas no MET em diversas áreas da grade de transmissão. O material analisado consiste em amostras que foram sintetizadas e calcinadas a uma temperatura de 400ºC, 800ºC e 1000ºC.

As micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) mostram a estrutura do nanocompósito formado por Ti, Mn e Fe. A imagem superior, com barra de referência de 200 nm, revela uma estrutura composta por nanopartículas de formas variadas, como hexagonais, indicativas de um alto grau de cristalinidade no material. Algumas nanopartículas aparecem aglomeradas, sugerindo interações entre as fases de Ti, Mn e Fe, favorecendo a formação de estruturas compostas. Na imagem intermediária (barra de 100nm), os aglomerados tornam-se mais evidentes, e a presença de uma fase amorfa ou menos organizada é possível, possivelmente associada à presença de Mn e Fe, que podem atuar como dopantes ou estabilizantes da matriz de Ti (Wang, et al., 1996).

Na imagem inferior, com barra de 50nm, observa-se uma resolução ainda maior, evidenciando que as nanopartículas possuem dimensões inferiores a 50 nm. Essas partículas de Ti exibem formas mais definidas e bem organizadas, sugerindo uma estrutura cristalina ordenada. Essa organização é crucial para a compreensão das propriedades mecânicas e estruturais do nanocompósito, que provavelmente apresenta um comportamento multifásico devido à interação das diferentes fases de Ti, Mn e Fe.

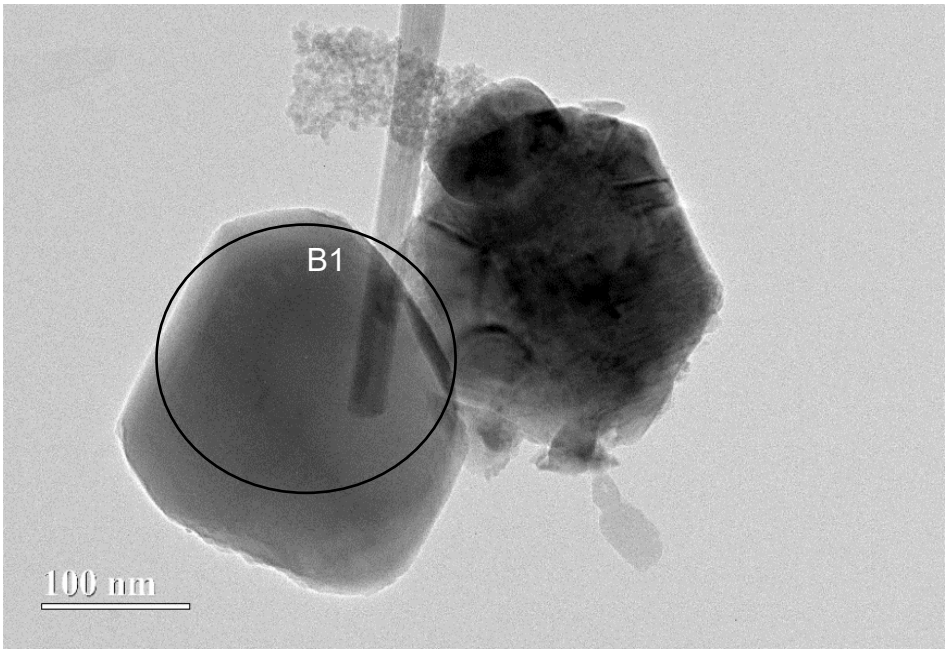
Na Figura 36, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (a) – A região destacada (A1) , Ampliação de 200 nm: As partículas apresentam formas geométricas nítidas, com arestas retas e superfícies planas, características de materiais cristalinos. A presença de formas cúbicas e hexagonais sugere que o crescimento ocorreu de maneira ordenada, favorecendo a formação de fases cristalinas estáveis




(a)

Figuras 36 - As micrografias das MET *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$) na escala de 200nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.*

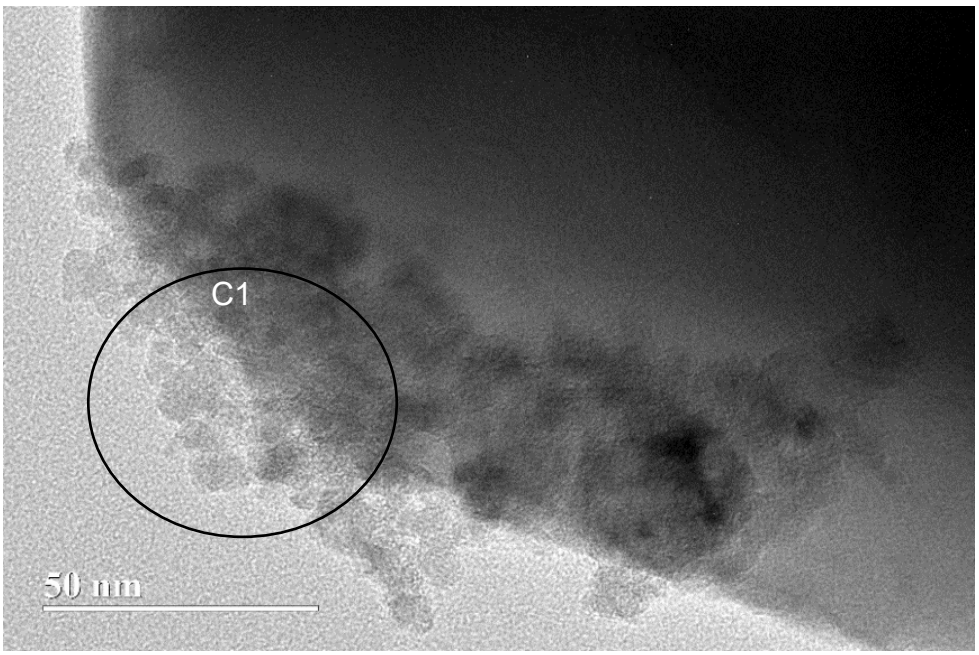
Na Figura 37, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (b) – Ampliação de 100 nm: Mostra uma estrutura mais amorfa e agregada, com presença de uma formação alongada tipo bastonete. A área marcada (B1) revela interação entre partículas irregulares e o bastonete.




(b)

Figuras 37 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.*

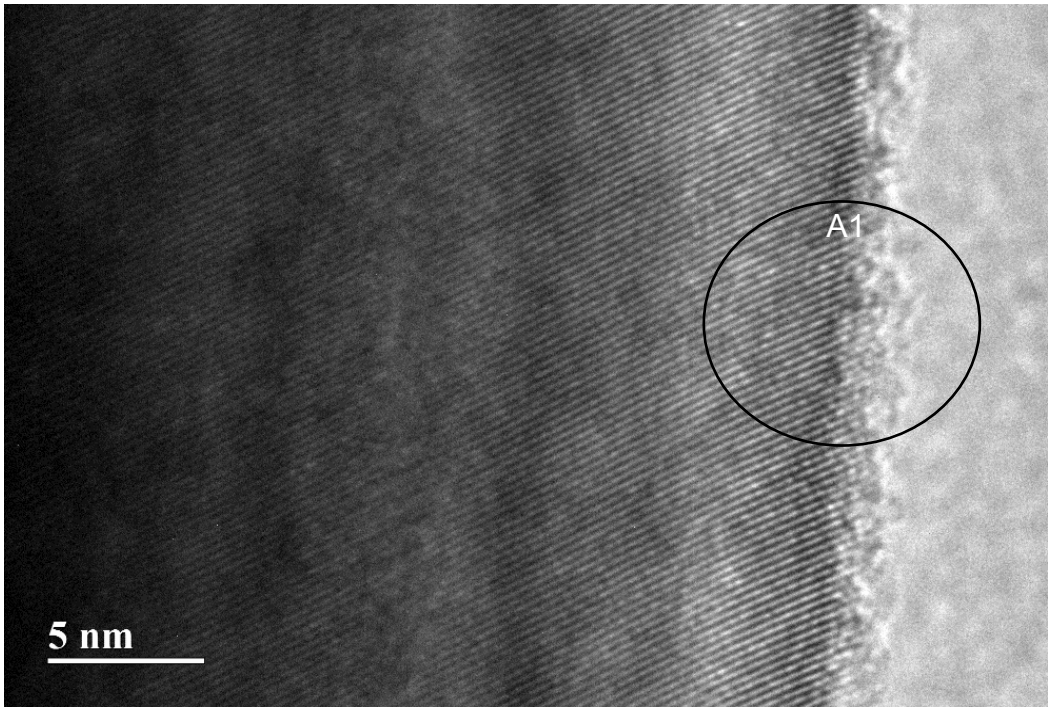
Na Figura 38, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$)* Imagem (c) – Ampliação de 50 nm: Destaca uma região altamente ampliada com aglomerados densos e nanopartículas menos definidas. A área circundada (C1) apresenta pontos de interesse com variação de contraste, indicando possíveis diferenças de densidade ou composição entre os domínios observados.




(c)

Figuras 38 - As micrografias das MET *na escala de 50nm, do nanocompósito* $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.

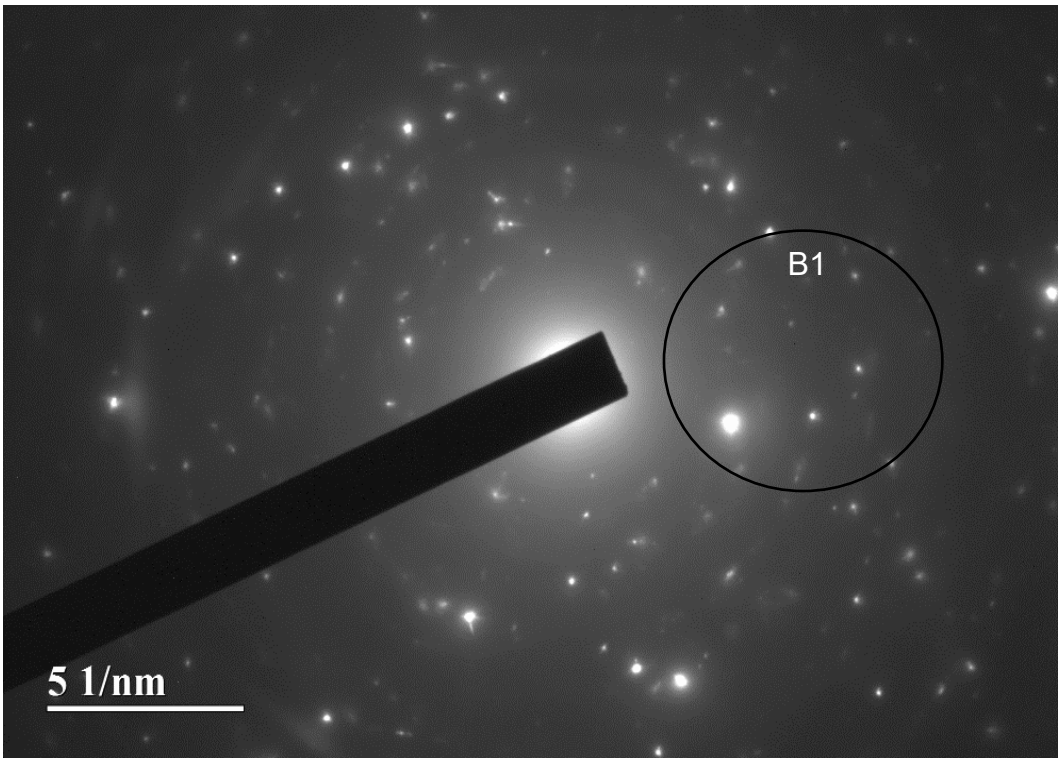
Na Figura 39, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*Imagem (a) – A região destacada (A1) As franjas de rede (lattice fringes) visíveis são linhas paralelas que indicam um arranjo atômico periódico, ou seja, a amostra apresenta cristalinidade bem definida.




(a)

Figuras 39 - As micrografias das MET *na escala de 5nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.*

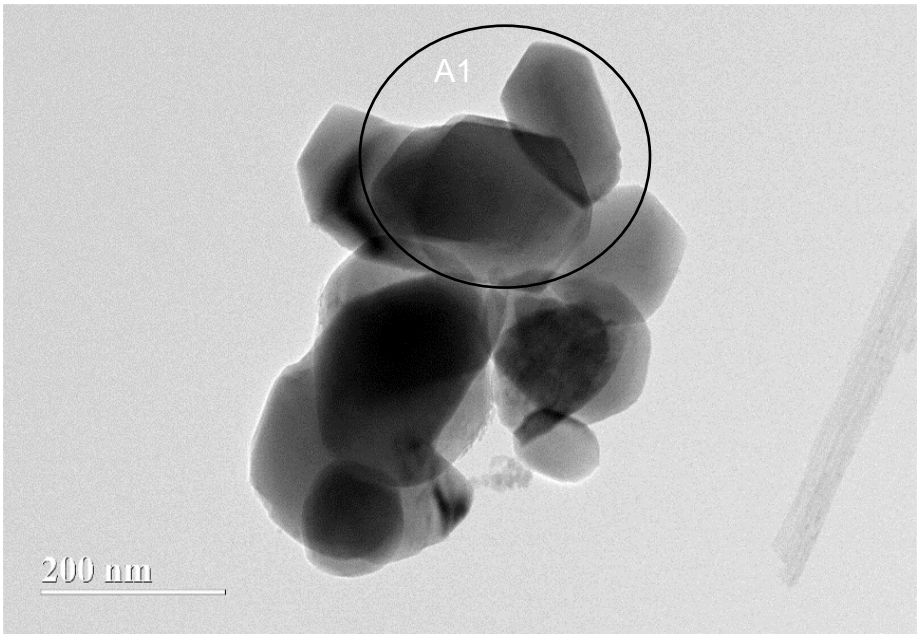
Na Figura 40, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*Imagem (B) – A região destacada (B1) Os pontos brilhantes dispostos em anéis concêntricos indicam que o material é policristalino — ou seja, formado por vários domínios cristalinos orientados de forma diferente. A simetria e intensidade dos pontos revelam que há boa organização cristalográfica, mesmo com múltiplos grãos




(b)

Figuras 40 - As micrografias das MET *na escala de 51/nm, do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$.*

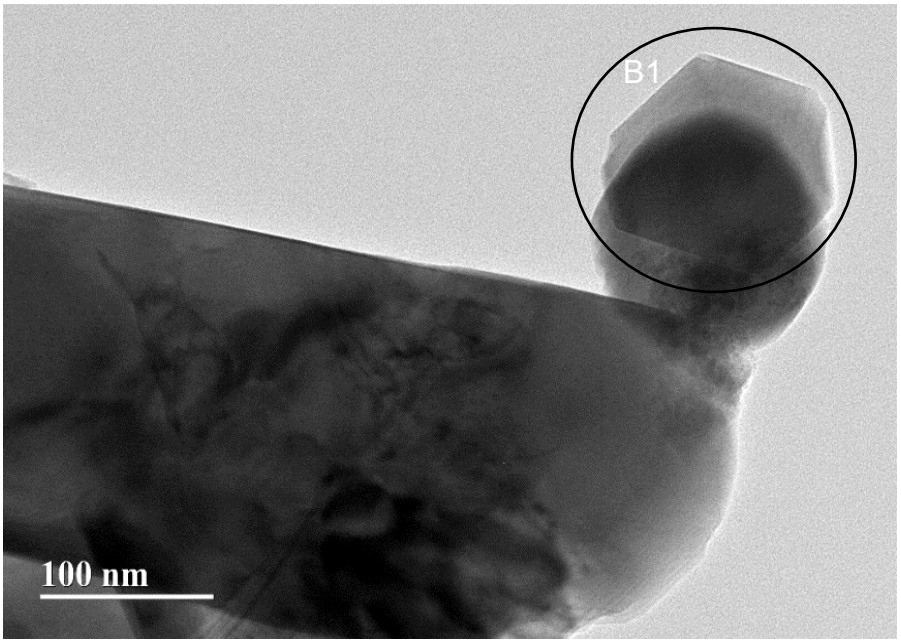
Na Figura 41, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas (*$Mn_6Fe_4V_7O_w$* ). Imagem (a) – Escala de 200 nm. A região destacada (A1) evidencia um grupo de partículas com variação de contraste, indicando diferenças de densidade ou composição. Entre elas, destaca-se uma nanopartícula com morfologia hexagonal bem definida, com bordas simétricas e vértices nítidos, sugerindo alto grau de cristalinidade e crescimento orientado. Essa forma geométrica é típica de materiais com estrutura cristalina compacta.




(a)

Figuras 41 - As micrografias das MET *na escala de 200nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$.

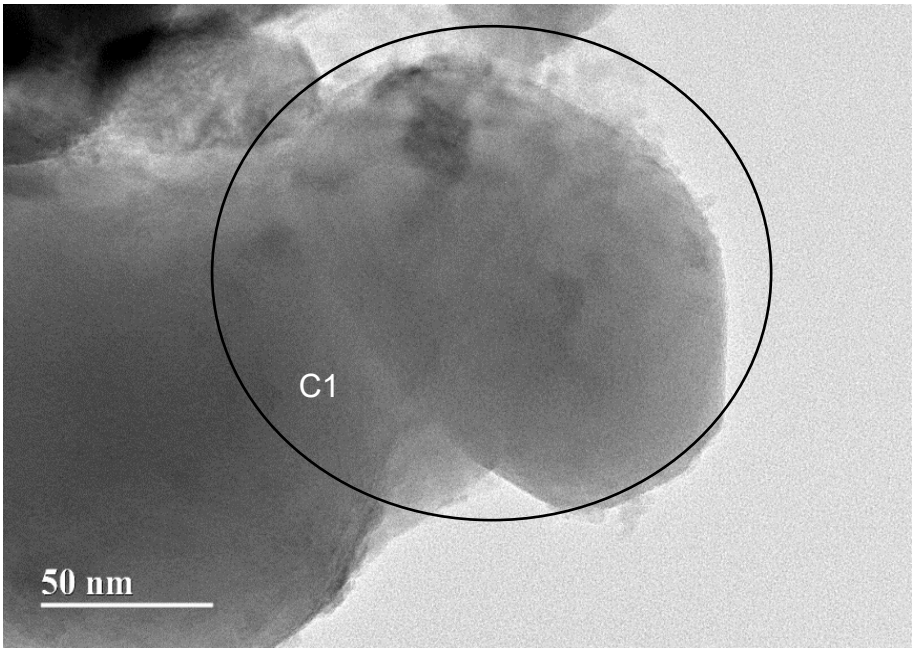
Na Figura 42, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas (*$Mn_6Fe_4V_7O_w$*). Imagem (b) – Escala de 100 nm. A área marcada (B1) destaca uma estrutura com contorno nítido e textura uniforme. Observa-se também uma morfologia hexagonal, com faces planas e ângulos regulares.




(b)

Figuras 42 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

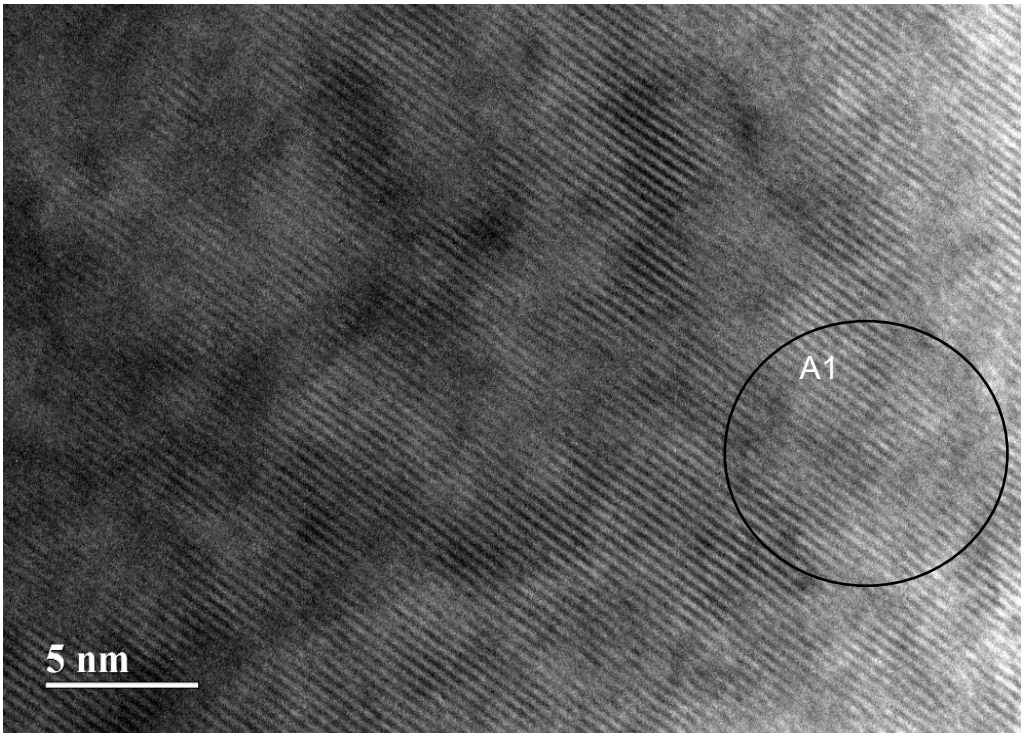
Na Figura 43, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *(*$Mn_6Fe_4V_7O_w$ ). Imagem (c) – Escala de 50 nm. A região (C1) revela detalhes estruturais mais refinados, com contraste bem distribuído e bordas delimitadas. Essa imagem permite observar a organização interna da partícula, sugerindo alta cristalinidade.




(c)

Figuras 43 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

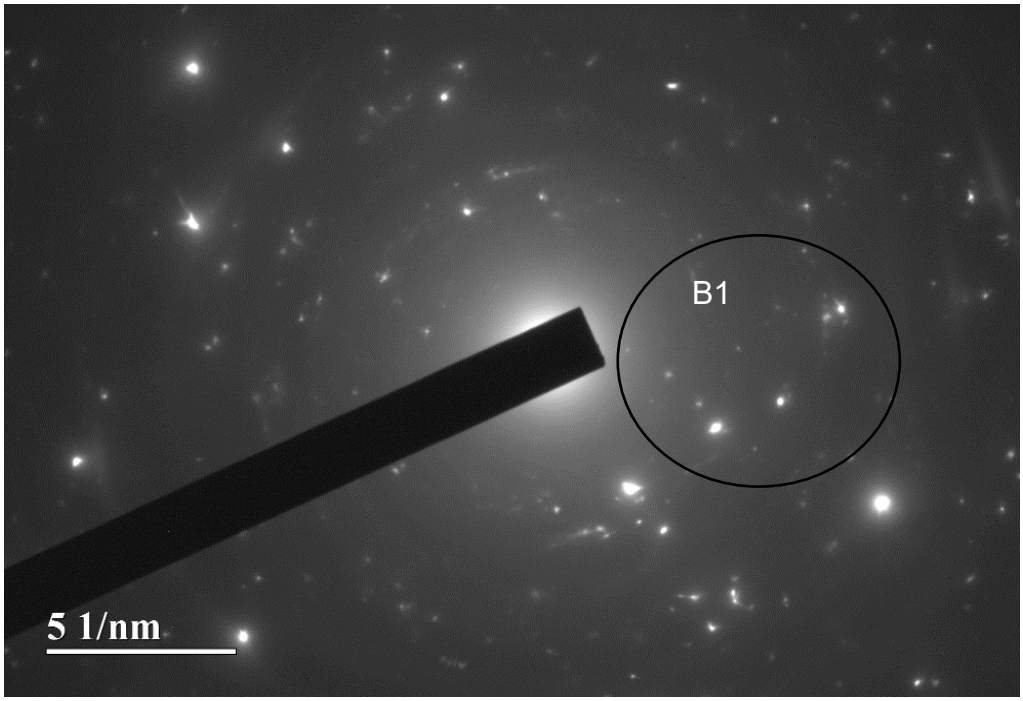
Na Figura 44, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas (*$Mn_6Fe_4V_7O_w$* ). Imagem (a) –Na escala de 5 nm . A área destacada (A1) mostra uma transição entre uma zona altamente cristalina e uma região ordenada. A organização das franjas sugere simetria interna.




(a)

Figuras 44 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 45, são apresentadas a análise geral e as estruturas cristalinas das amostras estudadas *(*$Mn_6Fe_4V_7O_w$ ).Imagem (b) – Na escala de 5 1/nm O padrão apresenta pontos de difração brilhantes organizados com simetria definida, característica de materiais cristalinos. A região destacada (B1) evidencia uma zona de interesse com distribuição de pontos que pode estar associada a uma estrutura bem definida.




(b)

Figuras 45 - As micrografias das MET *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

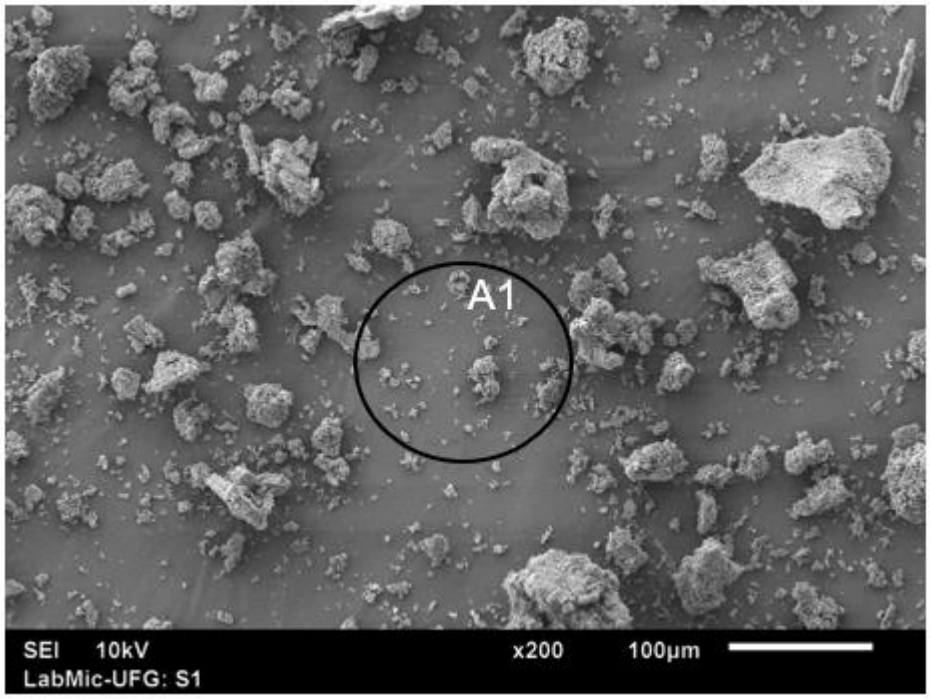
## 6.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens microscópicas foram capturadas utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo Jeol JSM – 6610, com equipamento de EDS, Thermo Scientific NSS Spectral Imaging, disponível no LabMic da UFG. Essa técnica possibilita a análise da superfície das amostras, permitindo o estudo da distribuição de tamanhos, morfologia e do modo de agregação das partículas dos nanocompósitos investigados. As Figuras 32 a 37 exibem as micrografias das amostras que foram sintetizadas e calcinadas na temperatura de 800ºC, dos elementos ($V_xMn_yFe_z$).

Com base na informação fornecida, a imagem mostra os elementos ternários V (Vanádio), Ti (Titânio), Mn (Manganês) e Fe (Ferro) após o processo de calcinação a 800°C. A micrografia revela a formação de agregados policristalinos irregulares, sugerindo que o tratamento térmico de calcinação influenciou a estrutura e a morfologia das partículas.

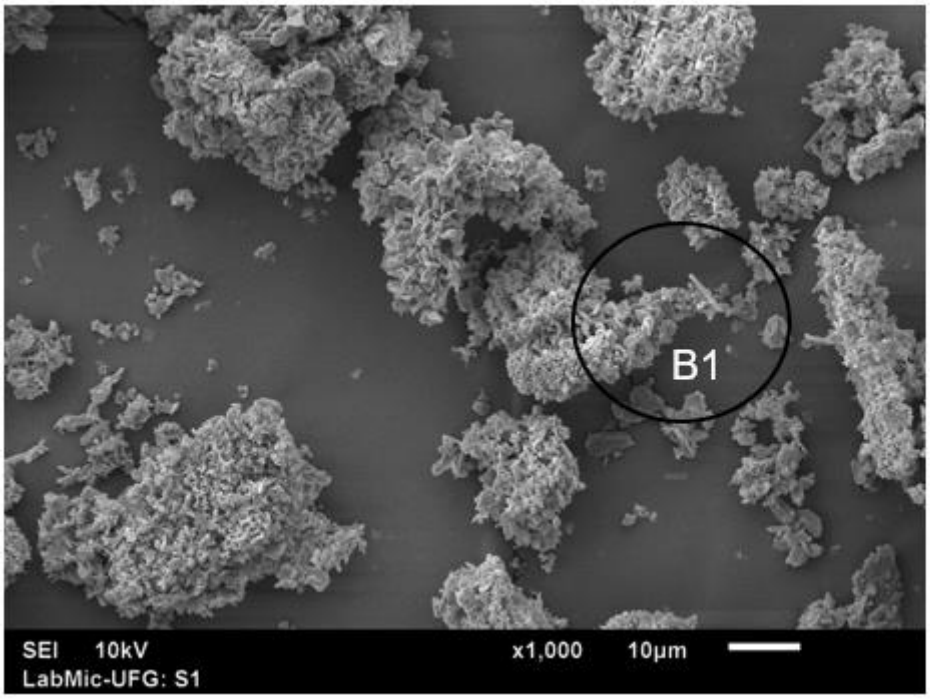
Neste caso, o tratamento térmico a 800°C provavelmente favoreceu a combinação dos três elementos, promovendo o crescimento de partículas maiores e a formação de aglomerados. A aparência irregular e a aglomeração observada nas partículas indicam que os materiais passaram por um processo de fusão parcial, onde as superfícies das partículas se fundiram, criando uma estrutura mais densa. A presença desses aglomerados pode estar relacionada à temperatura de calcinação e à interação entre os diferentes elementos, o que pode afetar diretamente as propriedades do material, como sua condutividade, resistência ou estabilidade estrutural. Esse tipo de análise é fundamental para entender como as condições de calcinação e a composição ternária influenciam o comportamento dos materiais, especialmente em aplicações onde as propriedades desses compostos desempenham um papel crítico, como em catalisadores ou materiais estruturais. (Howe Et al., 2010; Pereira-Da-Silva; Ferri, 2015).

Na Figura 46, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *(*$Mn_6Fe_4V_7O_w$ ). Imagem (a) - Ampliação de 200×: Revela partículas irregulares, aglomeradas e porosas, com agrupamentos finos (A1) indicando novas fases cristalinas.



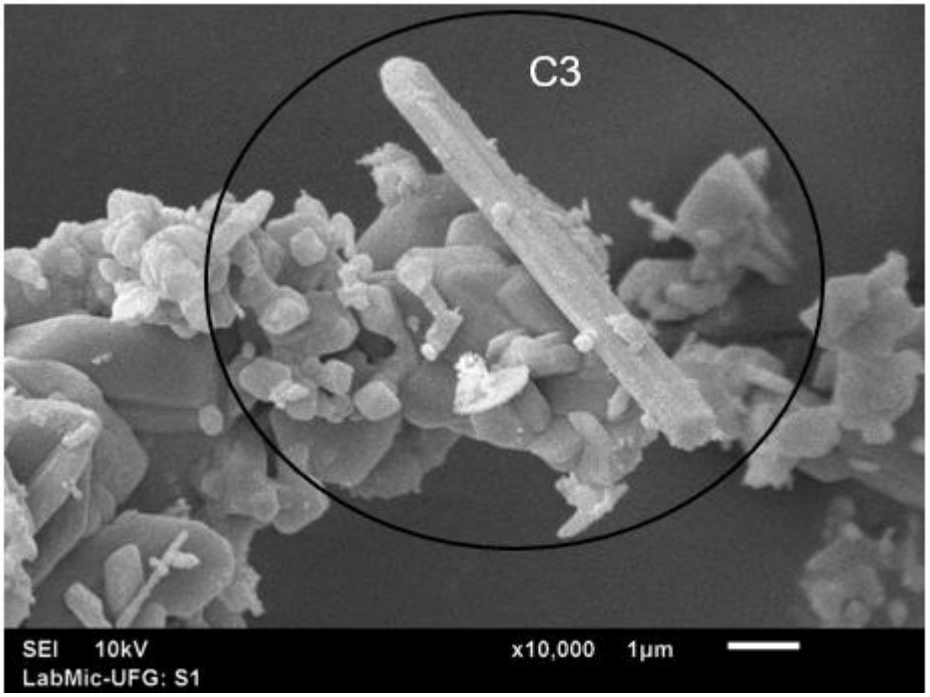

Figuras 46 - As micrografias das MEV *na escala de 200nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 47, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$).* Imagem (b) - Ampliação de 1.000×: Mostra cristalitos lamelares (B1) empilhados, formando uma rede porosa com potencial para difusão e reatividade.



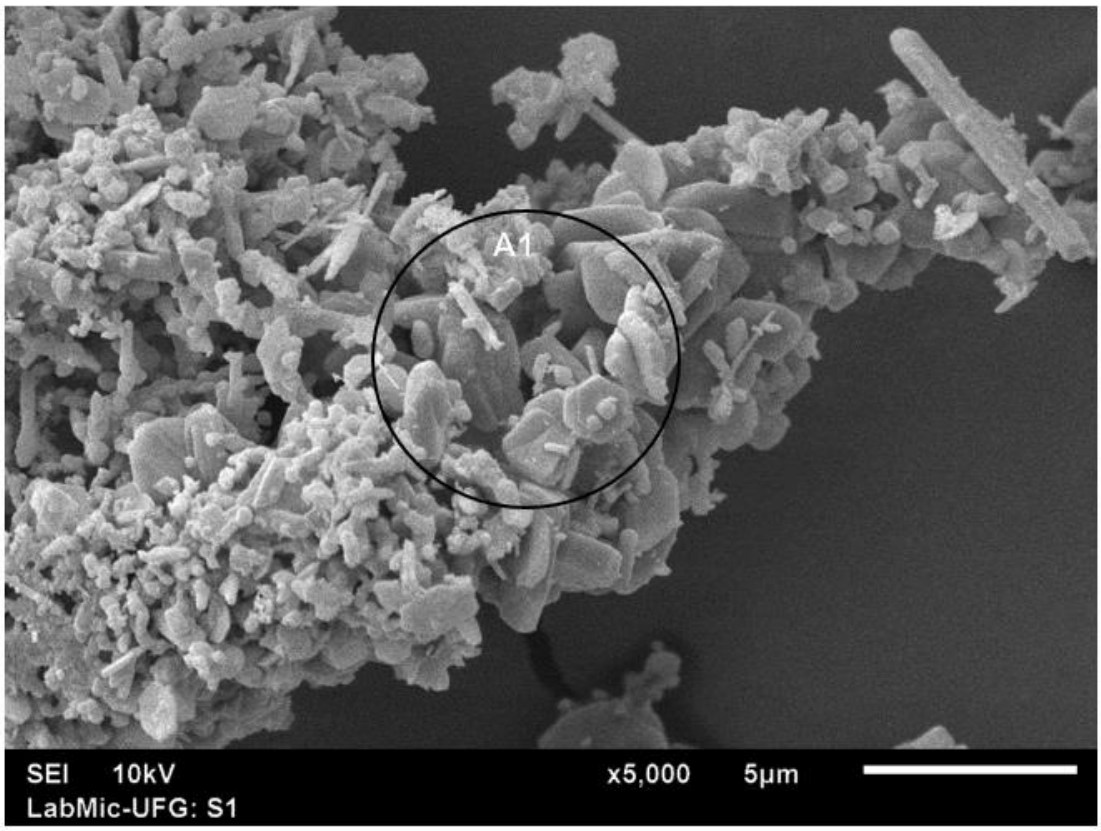

Figuras 47 - As micrografias das MEV *na escala de 100nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 48, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$ ).* Imagem (c) - Ampliação de 10.000×: Destaca a coexistência de cristalitos lamelares e bastonetes (C3), além de poros interligados, evidenciando a complexidade do material.



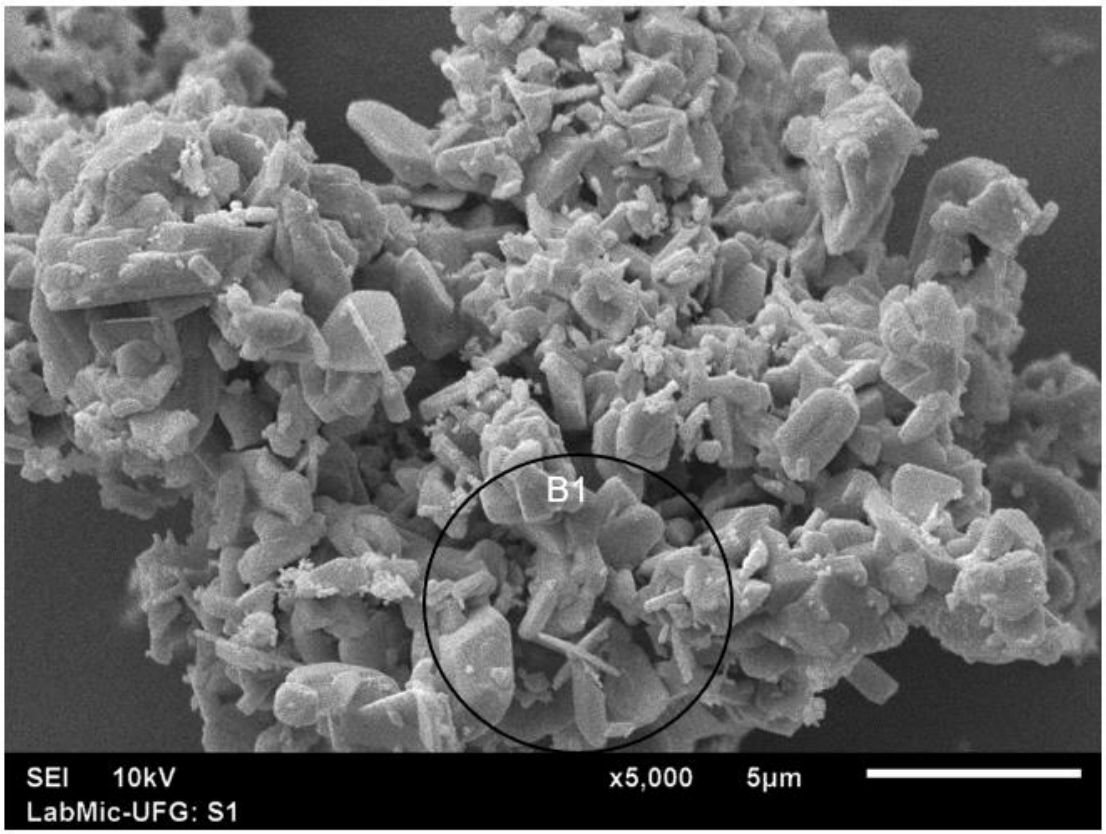

Figuras 48 - As micrografias das MEV *na escala de 10.00nm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 49, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$ ).* Imagem (A1): Confirma a natureza aglomerada e porosa, com cristalitos lamelares e em bastonetes.



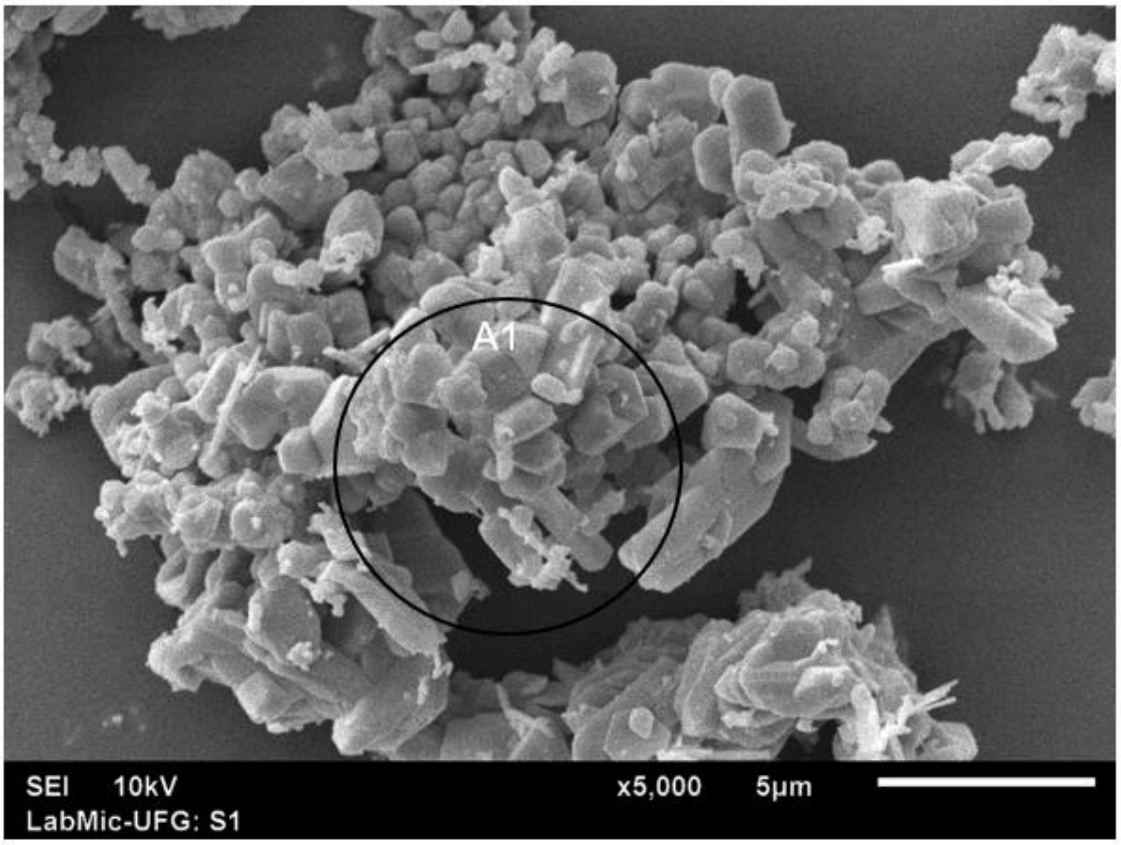

Figuras 49 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 50, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$).* Imagem (B1): Ilustra a interação complexa entre partículas lamelares e bastonetes, formando uma rede porosa e interconectada.



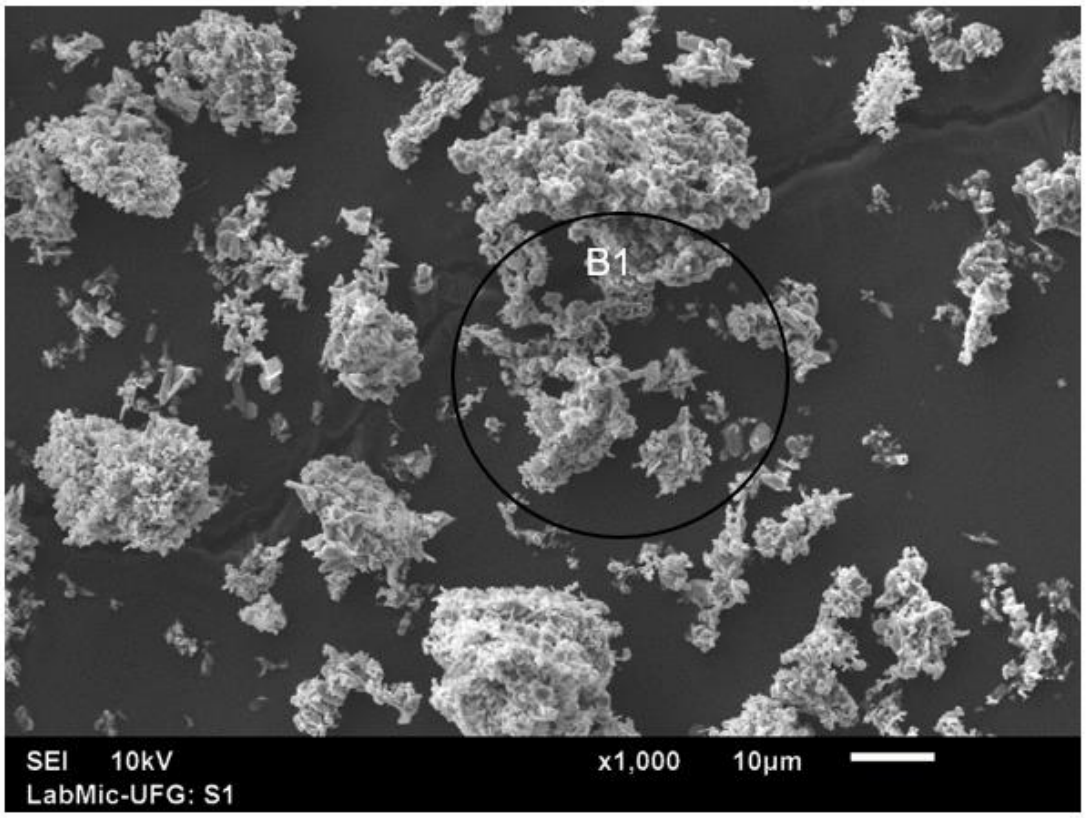

Figuras 50 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 51, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$ ).* Imagem (A1): Apresenta uma microestrutura complexa de partículas lamelares e bastonetes interconectadas, formando uma rede porosa.




Figuras 51 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

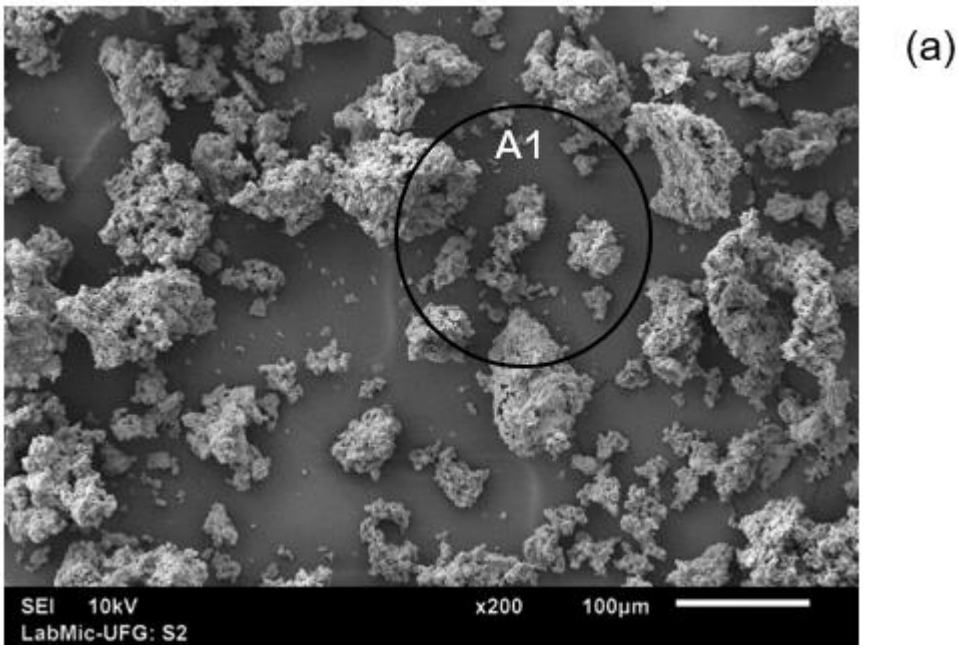
Na Figura 52, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_6Fe_4V_7O_w$).* Imagem (B1): Detalha a interação entre as partículas lamelares e os bastonetes na formação da rede.




(b)

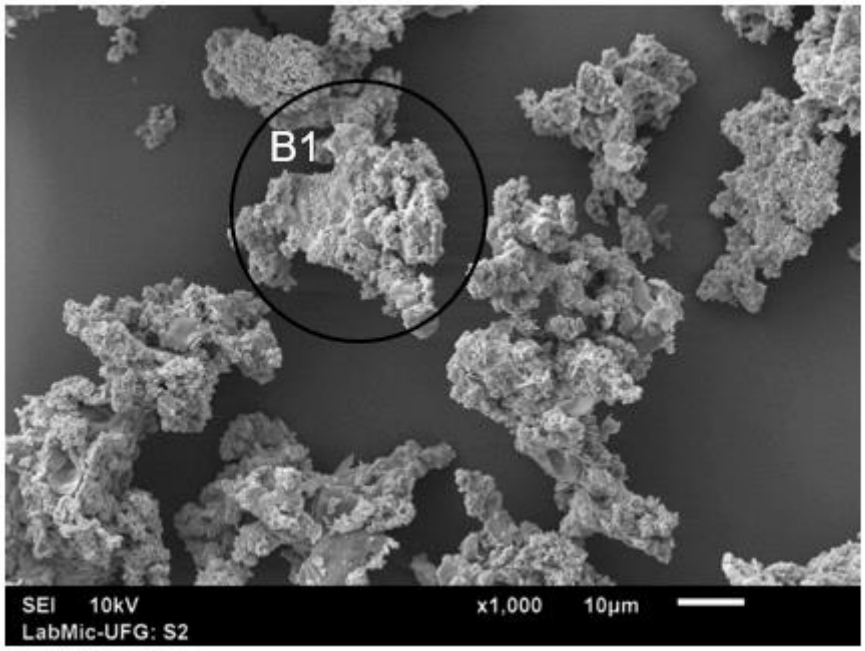
Figuras 52 - As micrografias das MEV *na escala de 10µm, do nanocompósito* $Mn_6Fe_4V_7O_w$

Na Figura 53, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (A1) - Ampliação de 200×: Exibe partículas irregulares, aglomeradas e porosas.




Figuras 53 - As micrografias das MEV *na escala de 100µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

Na Figura 54, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (B1) - Ampliação de 1000×: Detalha aglomerados de partículas irregulares e porosas, com partículas menores e mais definidas.

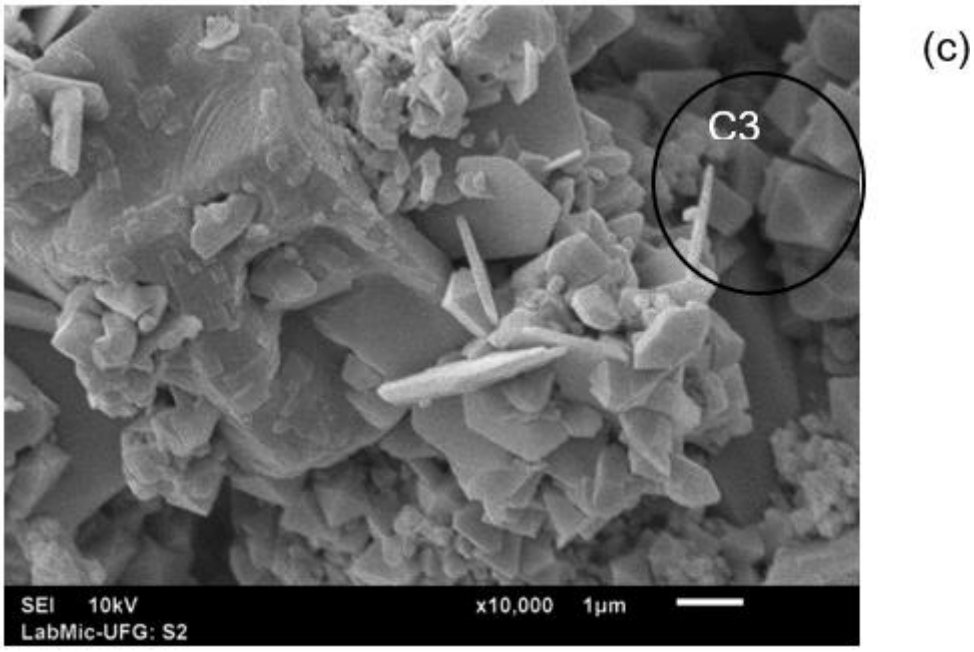



(b)

Figuras 54 - As micrografias das MEV *na escala de 10µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

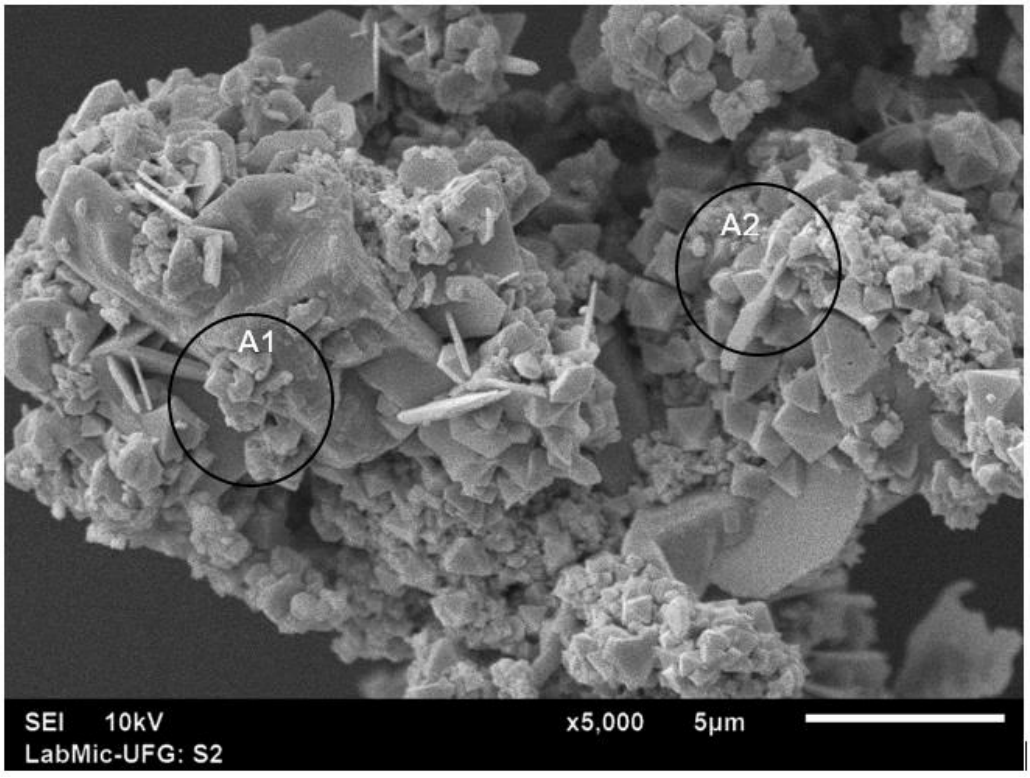
Na Figura 55, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (C3) - Ampliação de 10.000×: Destaca partículas cúbicas ou retangulares (C3), consistentes com fases de perovskita. A coexistência com outras morfologias sugere múltiplas fases, mas a forma cúbica indica fortemente perovskita.

‘




Figuras 55 - As micrografias das MEV *na escala de 1µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

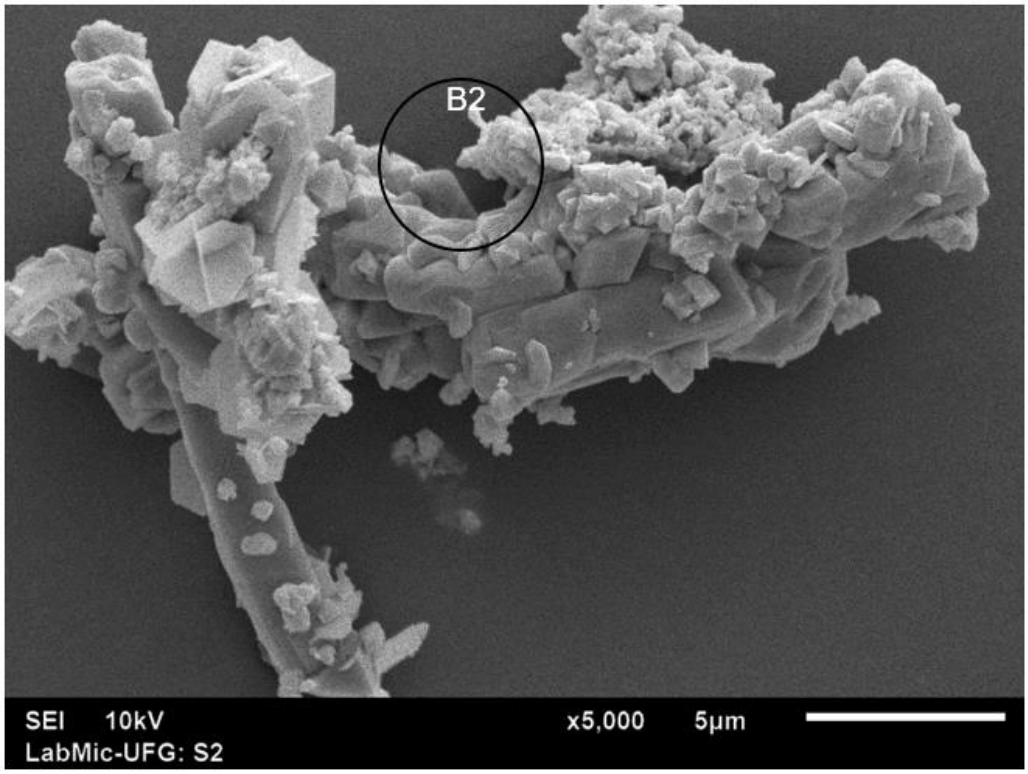
Na Figura 56, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (A1) - Ampliação de 5.000×: Mostra partículas em bastões/agulhas (A1) interligadas a partículas menores e irregulares. Agrupamentos cúbicos/retangulares (A2) sugerem fases cristalinas definidas, possivelmente perovskita.




(a)

Figuras 56 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

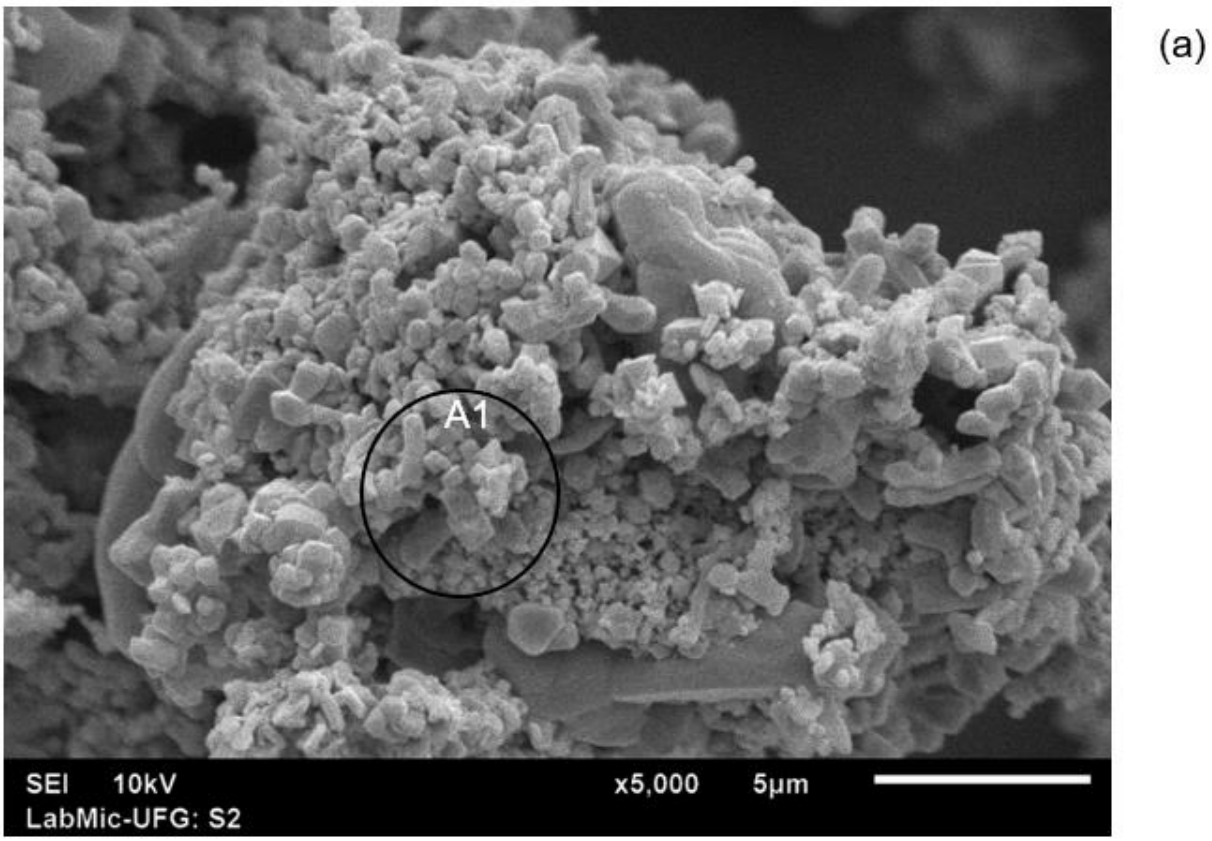
Na Figura 57, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (B2) - Ampliação de 5.000×: Enfatiza a presença de partículas cúbicas/retangulares, reforçando a formação de fases cristalinas específicas e a complexidade microestrutural do material.




(b)

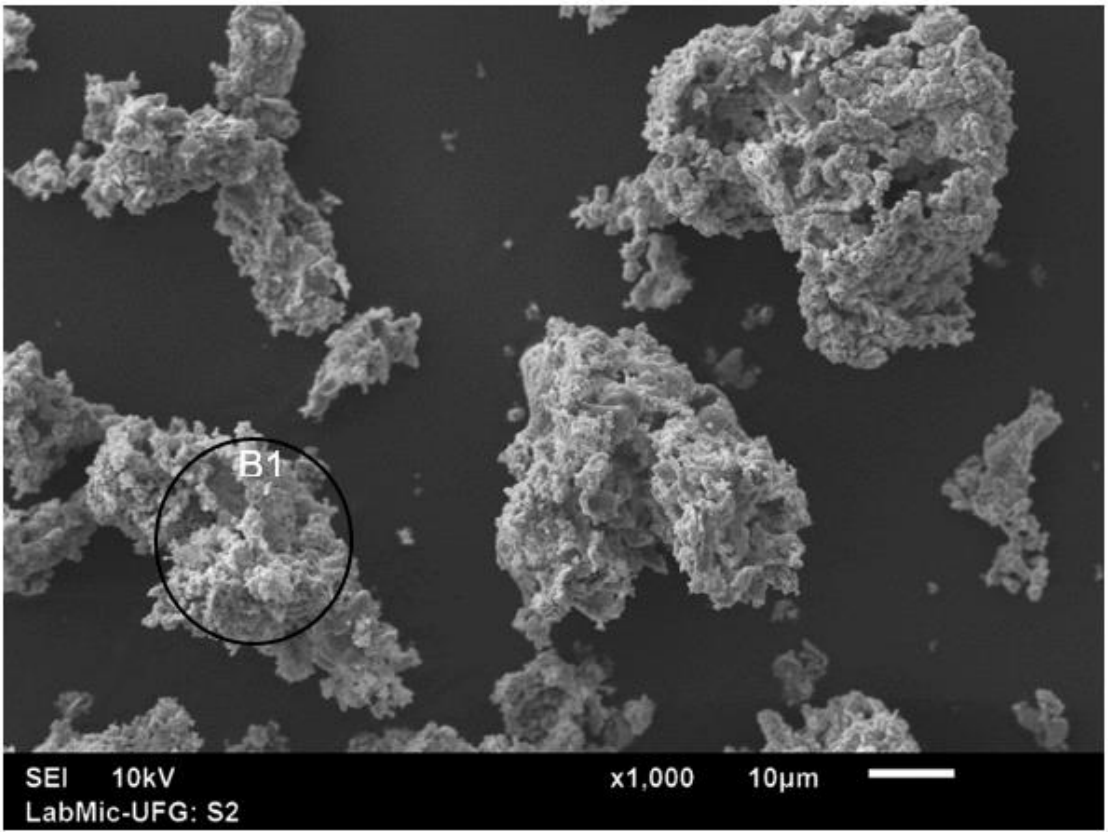
Figuras 57 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

Na Figura 58, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (A1) - Ampliação de 5.000×: Detalha partículas cúbicas/retangulares, características de perovskita. Estão aglomeradas e interligadas, formando uma estrutura porosa, indicando a formação de perovskita após calcinação.




Figuras 58 - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

Na Figura 58, são apresentadas a análise geral da Morfologia estudadas *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).* Imagem (B1) - Ampliação de 1.000×: Visão ampla de aglomerados irregulares e porosos, com partículas menores cúbicas/retangulares (perovskita) em seu interior, confirmando a formação dessa estrutura.




Figuras 59 - - As micrografias das MEV *na escala de 5µm, do nanocompósito ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$).*

A imagem apresenta micrografias de uma amostra ternária composta pelos elementos Ti (Titânio), Mn (Manganês) e Fe (Ferro), submetida a um processo de calcinação a 800°C. Observa-se uma diversidade de formas morfológicas, incluindo agregados policristalinos irregulares e estruturas laminares, indicando transformações significativas durante o processo de calcinação. A variação no tamanho das partículas, desde aglomerados micrométricos até formas menos definidas, é típica de materiais tratados a altas temperaturas. Essas características podem estar associadas às interações entre os compostos presentes, bem como às condições de síntese, como a temperatura e o tempo de calcinação. As imagens foram adquiridas com aumentos de 5000x e 10000x, utilizando barras de referência de 5 μm e 1 μm, respectivamente, com energia de aceleração de 10 kV.

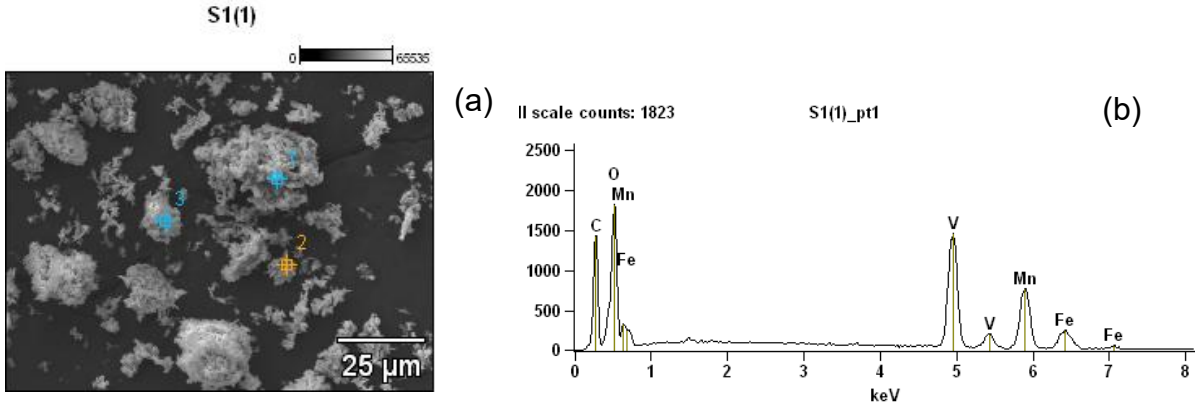
## 6.9 Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS)

Os espectros de EDS foram realizados utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo Jeol JSM–6610, equipado com o sistema de detecção EDS Thermo Scientific NSS Spectral Imaging, disponível no LabMic – UFG. Essa técnica tem como principal objetivo identificar e quantificar os elementos químicos presentes em regiões específicas das amostras analisadas. As Figuras 39 a 45 apresentam os espectros de EDS obtidos, juntamente com as imagens de MEV que indicam as áreas de análise. O conjunto de amostras submetido ao procedimento corresponde às sínteses e calcinações realizadas a 800 ºC, englobando as amostras S1 e S2 pertencentes ao sistema ternário de elementos.

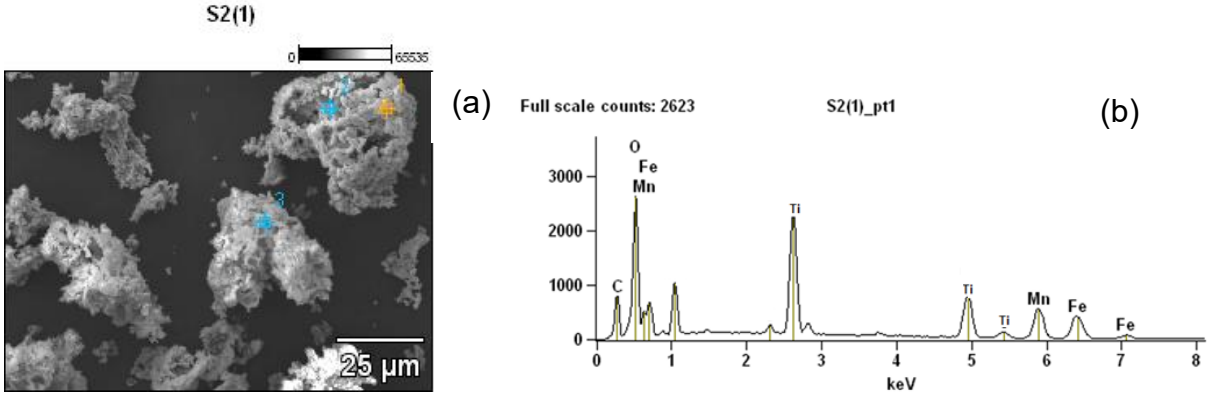
As análises dos espectros de EDS realizadas em regiões específicas das amostras indicam uma possível ocorrência de oxidação, potencialmente relacionada ao processo de síntese, que foi conduzido em um ambiente não controlado e sem atmosfera inerte, favorecendo reações com o meio. Além disso, foram detectados traços de carbono, que podem ter origem no processo de metalização, utilizado na preparação das amostras para obtenção das imagens no MEV, ou na decomposição

térmica da ureia, empregada durante a síntese. A decomposição da ureia pode gerar subprodutos contendo carbono, que acabam sendo incorporados às amostras, contribuindo para os resultados observados. (Newbury; Ritchie, 2012).

Os espectros também confirmaram a presença dos principais elementos das amostras — Ti, V, Mn e Fe —, conforme esperado para os materiais estudados. Esses resultados são de extrema importância para compreender as propriedades físico-químicas das amostras, avaliar os impactos das condições de preparação e explorar possíveis aplicações tecnológicas desses materiais.




Figuras 60 - Análise de microscopia eletrônica de varredura (SEM) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) da amostra S1(1). A imagem SEM (à esquerda) apresenta três pontos marcados (1, 2 e 3) que indicam as regiões específicas analisadas, com escala de 25 µm. O gráfico EDS (à direita) mostra os picos de intensidade dos elementos detectados, incluindo oxigênio (O), carbono (C), ferro (Fe), manganês (Mn) e vanádio (V), em uma faixa de energia de 0 a 8 keV. A composição química identificada contribui para compreender as propriedades materiais e as condições de síntese da amostra.




Figuras 61 - Legenda: Imagem de microscopia eletrônica de varredura (SEM) da amostra S2(1), acompanhada do espectro de energia dispersiva de raios X (EDS) correspondente. A imagem SEM, com escala de 25 µm, destaca as áreas de análise marcadas em azul e laranja, representando pontos de interesse selecionados. O espectro EDS (S2(1) _pt1) ilustra os picos de intensidade dos elementos químicos detectados, incluindo carbono (C), oxigênio (O), ferro (Fe), manganês (Mn) e titânio (Ti). Essas informações são essenciais para caracterizar a composição química e estrutural da amostra, contribuindo para o estudo de suas propriedades físico-químicas.

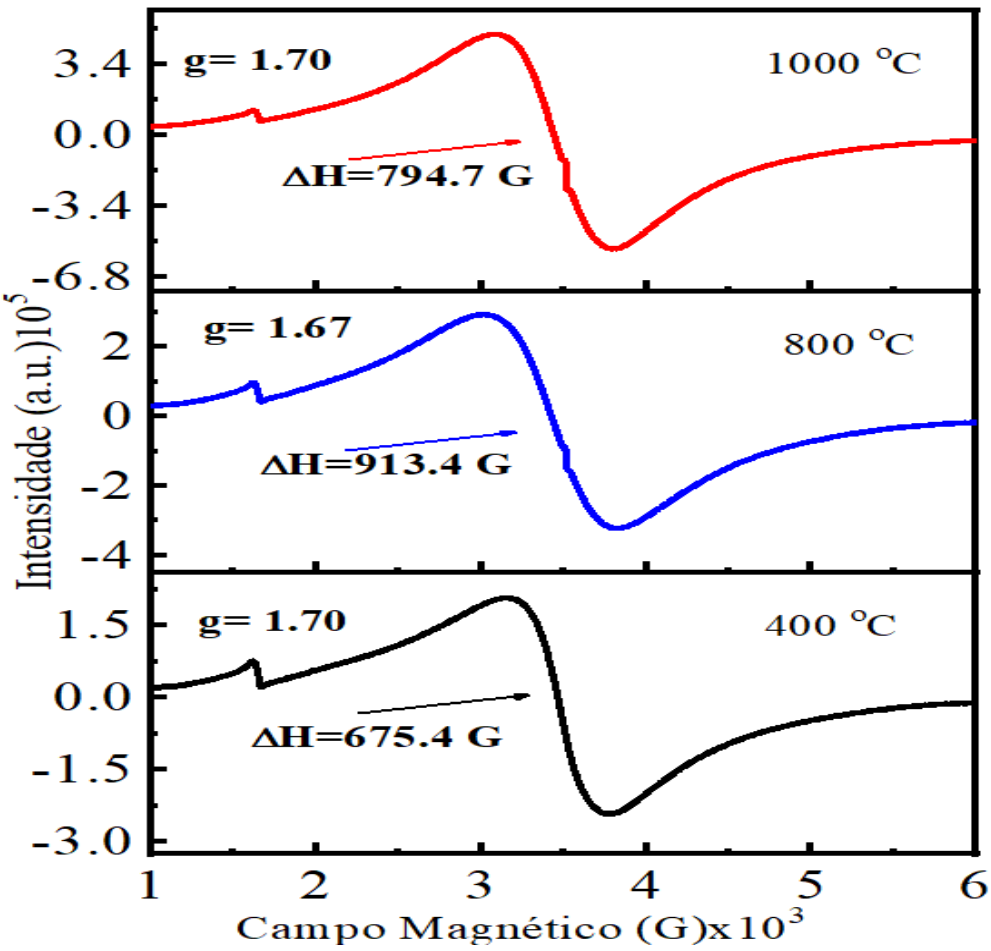
## 6.7 A ressonância paramagnética eletrônica (RPE)

As medidas de espectroscopia de ressonância paramagnética eletrônica (RPE) utilizando o modelo EMXplus oferecem desempenho superior para pesquisas em EPR. O equipamento apresenta diversos modos de operação em 2D, nos quais o segundo eixo pode representar tempo, temperatura, ângulo do goniômetro ou potência de micro-ondas. Os experimentos foram realizados no laboratório de ressonância magnética do Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás.

As amostras foram preparadas em meio de água destilada, distribuídas em quatro diferentes concentrações. O volume de amostra utilizado na medição foi de 5 µl, inserido em um capilar próprio para medidas de ressonância magnética. As análises foram conduzidas em função da concentração, mantendo-se a temperatura ambiente. Para garantir condições ideais de ressonância em fluidos. Nas medidas de ressonância, investigou-se a variação da largura de linha e do campo de ressonância em função da temperatura e da concentração das nanopartículas Ti (Titânio), V (Vanádio), Mn (Manganês) e Fe (Ferro). potência de micro-ondas, 20 mW; frequência de modulação, 100 kHz; amplitude de modulação, 2,0 G; varredura de campo magnético, 200 G; tempo de varredura, 100s . (Mendonça; Oliveira, 2000)

Na figura 63, Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$)* **400 °C:** O material já se apresenta como um sistema ferromagnético com um ambiente magnético relativamente homogêneo, indicado pela menor largura de linha (ΔH = 675.4 G).

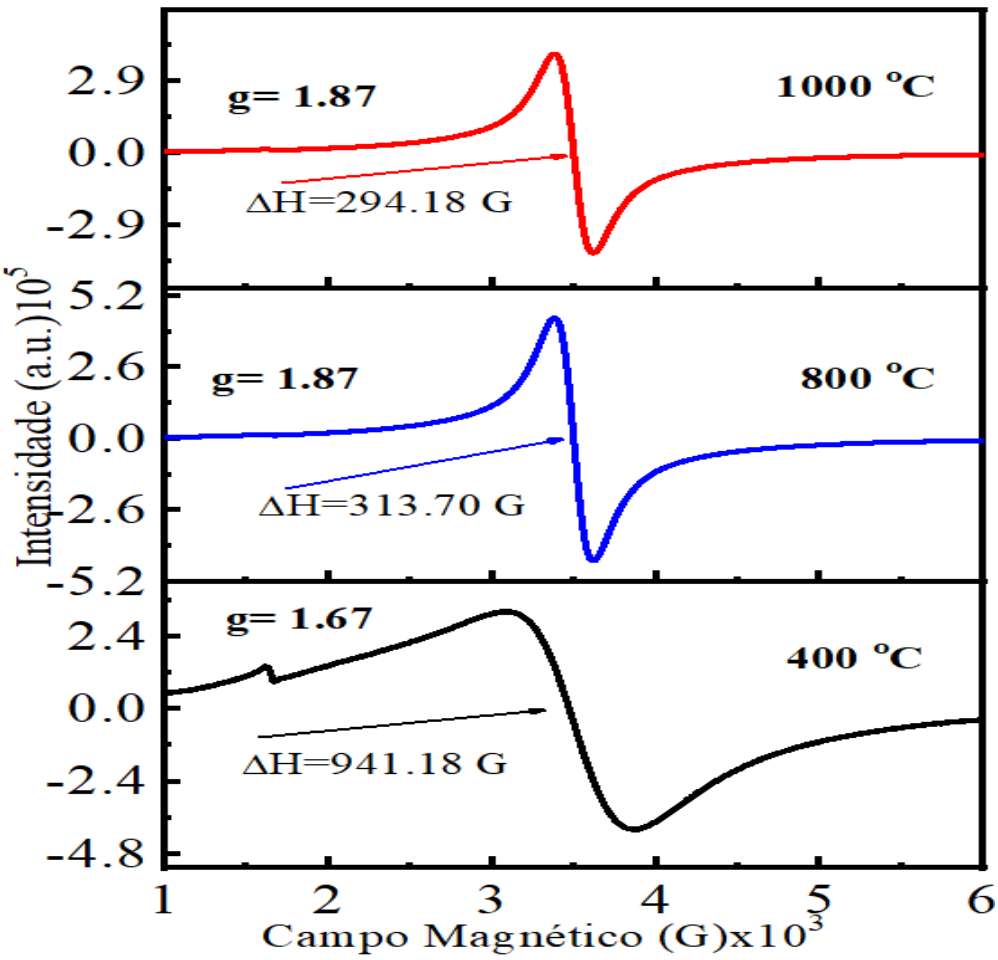
- **800 °C:** O sistema atinge um máximo de desordem estrutural e magnética, provavelmente devido a transformações de fase, o que é evidenciado pelo alargamento drástico da linha de ressonância (ΔH = 913.4 G).
- **1000 °C:** O material alcança um estado final mais ordenado e magneticamente homogêneo, confirmado pelo re-estreitamento da linha (ΔH = 794.7 G) e pelo aumento da intensidade do sinal.




Figuras 62 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ catalisado por ureia, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.)

Na figura 64, Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) *($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$)*

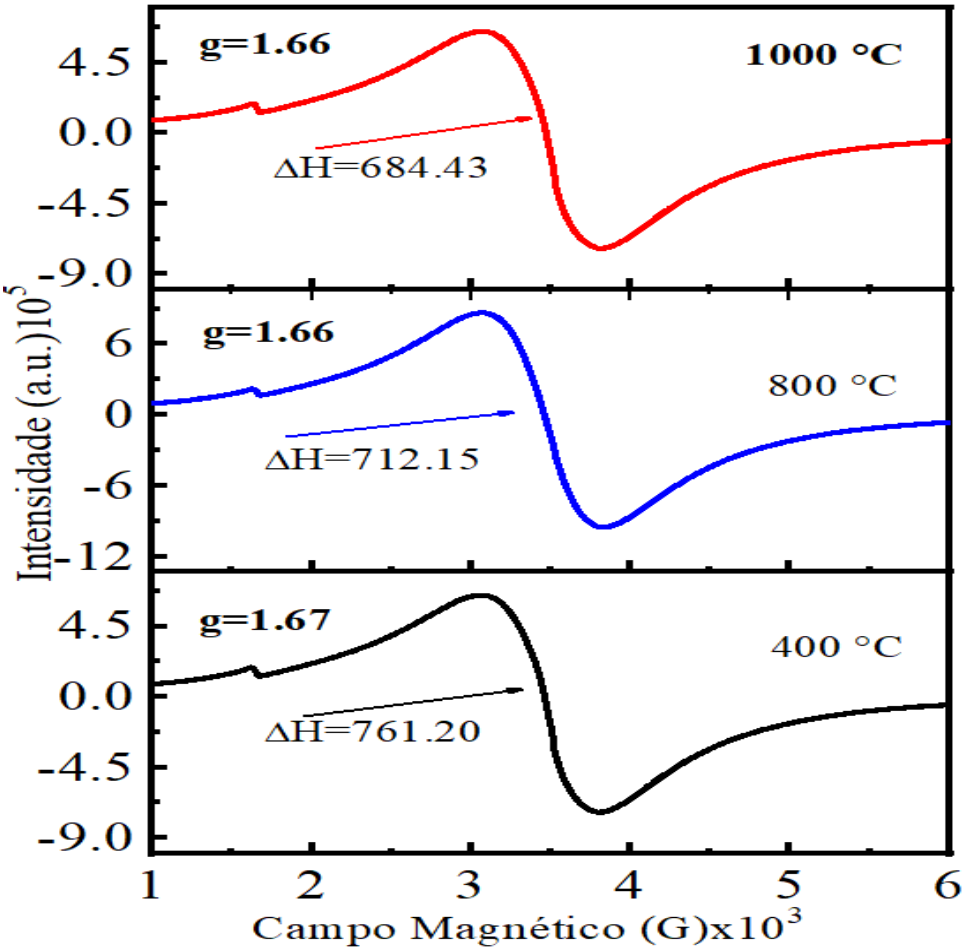
- **400 °C:** O material apresenta um estado de **máxima desordem magnética**, evidenciado pela linha de ressonância extremamente larga (ΔH = 941.18 G), característica de um sistema estruturalmente heterogêneo.
- **800 °C:** Ocorre uma **transição para um estado ordenado**. O estreitamento drástico da linha (ΔH = 313.70 G) indica uma melhora significativa na homogeneidade estrutural e magnética, provavelmente devido à cristalização do material.
- **1000 °C:** O sistema atinge seu estado de **máxima ordem e homogeneidade magnética**. A linha de ressonância se torna ainda mais estreita (ΔH = 294.18 G), refletindo um material com alta cristalinidade e um ambiente magnético bem definido.




Figuras 63 - Apresentação das medições de FMR do nanocompósito *$Mn_{1.3}FeTi_2O_w$* catalisado por ácido calcocarboxílico, em temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. ( Fonte: Próprio autor.)

Na figura 65, Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) *($Mn_6Fe_4V_7O_w$)*

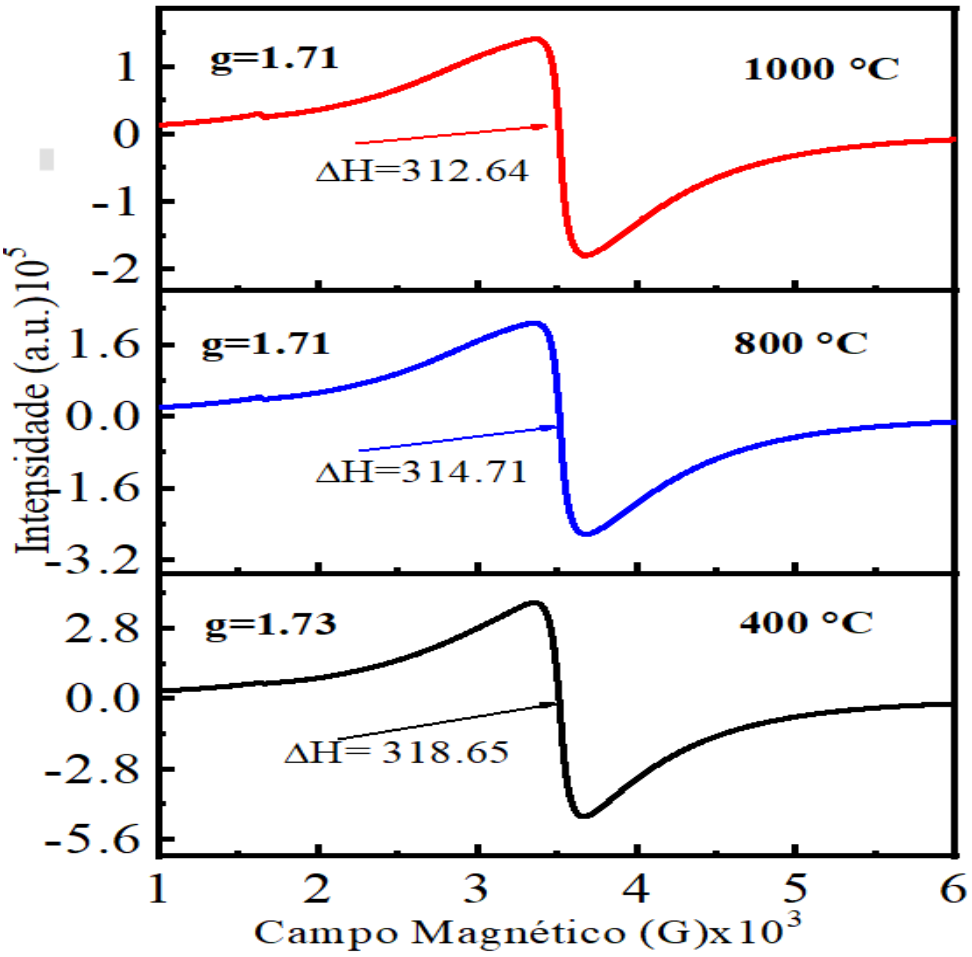
- **400 °C:** O material é ferromagnético, mas apresenta **desordem magnética moderada**, como indicado pela largura de linha relativamente grande (ΔH = 761.20 G).
- **800 °C:** O sistema se torna **mais ordenado e homogêneo**. O estreitamento da linha (ΔH = 712.15 G) reflete uma melhora na qualidade estrutural e magnética do compósito.
- **1000 °C:** O material atinge seu estado de **maior ordem e homogeneidade magnética**. A linha de ressonância atinge seu valor mais estreito (ΔH = 684.43 G), indicando um sistema magnético bem definido e com alta perfeição cristalina.




Figuras 64 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Mn_6Fe_4V_7O_w$ catalisado por ureia, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.)

Na figura 66, Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) *($Mn_6Fe_4V_7O_w$)*

- **400 °C:** O material já se apresenta em um estado de **alta ordem e homogeneidade magnética**, como evidenciado pela linha de ressonância muito estreita (ΔH = 318.65 G).
- **800 °C:** O sistema demonstra **extrema estabilidade**, mantendo suas propriedades magnéticas praticamente inalteradas (ΔH = 314.71 G), indicando ausência de transformações de fase.
- **1000 °C:** O material atinge seu estado de **máxima perfeição estrutural e magnética**. A largura de linha permanece muito estreita (ΔH = 312.64 G), confirmando a robustez da fase magnética formada.




Figuras 65 - Apresentação das medições de Ressonância Ferromagnética (FMR) do nanocompósito $Fe_4Mn_6V_7O_w$ catalisado por ácido calcocarboxílico, nas temperaturas de 400 °C, 800 °C e 1000 °C. Fonte: Elaboração própria. (Fonte: Próprio autor.)

# 7.0 CONCLUSÕES E SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

## 7.1 Conclusões Finais

A micrografia obtida por MEV revelou que a morfologia superficial do nanocompósito apresenta estruturas em forma de bastões, além de formas hexaédricas, tetraédricas e octaédricas, distribuídas em uma construção polidispersa. Essa configuração parece estar dispersa entre os átomos de titânio, vanádio, magnésio e ferro, sugerindo a presença de oxigênio na estrutura.

As amostras $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$ foram sintetizadas por meio do método de combustão em solução, seguido de um processo de calcinação. Essa metodologia resultou na formação de um possível novo nanocompósito, no qual os elementos constituintes se organizaram em estruturas moleculares estáveis. Os ensaios de caracterização confirmaram a estabilidade e a formação das estruturas desejadas, evidenciando o potencial dessas amostras para futuras aplicações tecnológicas.

As micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) revelaram que as nanopartículas presentes nos nanocompósitos ($Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$), apresentaram morfologia variada. Foram observadas estruturas alongadas, semelhantes a bastonetes, bem como partículas dispostas em agregados. As partículas esféricas exibiram distribuição polidispersa, com tamanhos inferiores a 50 nm, indicando que o processo de síntese foi eficiente e apresentou bom controle morfológico.

A espectroscopia de energia dispersiva de raios X (XRF) possibilitou a identificação dos elementos titânio (Ti), vanádio (V), manganês (Mn) e ferro (Fe) nas amostras estudadas. Também foi detectada a presença de oxigênio, possivelmente oriunda da síntese realizada em atmosfera aberta. A presença desse elemento sugere que a interação com o ambiente pode ter influenciado a formação e estabilização das estruturas observadas nas amostras.

As análises por difração de raios X (DRX) evidenciaram a formação de fases únicas, dependendo das condições experimentais de síntese. A partir dos difrato gramas e da aplicação de modelos matemáticos apropriados, foi possível determinar

os parâmetros cristalográficos e calcular o diâmetro médio dos cristalitos, estimado em aproximadamente 47nm. Tais resultados confirmaram a formação de estruturas bem definidas, compatíveis com as observadas nas imagens de MEV e MET.

A espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) foi empregada para a investigação das transições eletrônicas dos materiais. Combinada ao método de Tauc, essa técnica permitiu a determinação da energia de gap óptico (band gap), fornecendo informações relevantes sobre a estrutura eletrônica dos nanocompósitos. Os resultados indicaram que as amostras apresentaram comportamento típico de materiais isolantes, o que é relevante para aplicações em dispositivos eletrônicos e optoeletrônicos, nos quais o controle da largura da banda proibida é essencial.

As apreciações por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) revelaram bandas espectrais características, relacionadas às ligações químicas entre os elementos constituintes. Esses dados reforçaram os resultados obtidos pelas demais técnicas de caracterização, evidenciando a formação bem-sucedida do nanocompósito e confirmando a presença das interações esperadas entre os componentes.

As medidas magnéticas indicaram comportamento predominantemente paramagnético, sem variações significativas entre as diferentes condições de síntese. A espectroscopia de ressonância paramagnética de elétrons (EPR) forneceu informações complementares, identificando centros superparamagnéticos específicos e sugerindo a influência de defeitos estruturais ou espécies não balanceadas eletronicamente sobre o comportamento magnético das amostras. Amostras submetidas a tratamentos térmicos apresentaram fases únicas em escala nanométrica, podendo ter suas propriedades magnéticas afetadas, o que justifica a necessidade de estudos adicionais.

Os resultados obtidos demonstraram avanços significativos na síntese de nanocompósitos baseados nos sistemas ternários $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ e $Mn_6Fe_4V_7O_w$. Apesar dos resultados promissores, ainda são necessárias investigações complementares para otimização das propriedades e validação da aplicabilidade desses materiais em contextos tecnológicos diversos.

Ambos nanocompósitos apresentam versatilidade, mas com ênfases distintas: de acordo com as análises realizadas o nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ apresenta melhores propriedades em fotocatálise, magnetismo e sensores de gás. Já o

nanocompósito $Mn_6Fe_4V_7O_w$ tem melhores propriedades em armazenamento de energia, eletrocatálise e sensoriamento eletroquímico.

## 7.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

Com base nos resultados obtidos e nas técnicas previamente aplicadas, diversas abordagens podem ser exploradas a fim de expandir os estudos referentes aos nanocompósito $Mn_{1.3}FeTi_2O_w$ *e* $Mn_6Fe_4V_7O_w$ seguir, são propostas sete direções de investigação que podem contribuir para o aprofundamento do conhecimento sobre esses materiais.

Em primeiro lugar, recomenda-se o aprimoramento das condições de síntese, com foco na investigação do impacto de atmosferas controladas, como gases inertes ou redutores, durante o processo de calcinação. Além disso, a variação dos parâmetros de temperatura e tempo pode contribuir para a otimização das propriedades finais do nanocompósito.

Outra vertente importante é a exploração de técnicas avançadas de caracterização, por meio da aplicação de métodos como o espalhamento de raios X a baixo ângulo (SAXS), a espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS) e a tomografia computadorizada de raios X (μ-CT), os quais possibilitam uma análise mais aprofundada da composição, estrutura e morfologia do material.

Adicionalmente, sugere-se o estudo das propriedades mecânicas e térmicas por meio de análises dinâmico-mecânicas (DMA) e termogravimétricas (TGA), com o objetivo de avaliar a estabilidade térmica e o desempenho mecânico dos nanocompósitos sob diferentes condições ambientais.

Outro campo promissor refere-se à interação com outras matrizes, investigando-se a incorporação dos nanocompósitos em diferentes materiais-base, como polímeros, cerâmicas e metais, a fim de desenvolver compósitos híbridos com propriedades multifuncionais.

No que tange aos aspectos funcionais, propõe-se a realização de estudos ópticos e magnéticos complementares, utilizando-se, por exemplo, espectroscopia Mössbauer e análise de fluorescência em diferentes faixas espectrais, de modo a elucidar as respostas desses materiais frente a estímulos externos.

Além disso, a aplicação de ferramentas de simulação computacional e modelagem teórica, como a Teoria do Funcional da Densidade (DFT), poderá prever propriedades eletrônicas, energéticas e de reatividade dos nanocompósitos, servindo como complemento aos estudos experimentais.

Por fim, destaca-se a importância do desenvolvimento de aplicações práticas, com testes de desempenho em contextos reais, tais como catalisadores, sensores, dispositivos fotônicos ou sistemas de armazenamento de energia. Tais aplicações podem não apenas validar as propriedades observadas em laboratório, mas também evidenciar o potencial tecnológico e multifuncional desses materiais.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICA


A. B. Murphy, J. Phys. D: Appl. Phys. 37 (2004) 2841–2847.

ABRAHÃO, D. S. et al. Estudo comparativo com diversos fixadores para aplicação em microscopia eletrônica de transmissão. *Revista do Instituto Adolfo Lutz*, [S. l.], v. 63, n. 2, p. 248–254, 30 dez. 2004. Disponível em: https://doi.org/10.53393/rial.2004.63.34870. Acesso em: 6 mar. 2025.

AHMED, E.; TAKAHASHI, M.; IWASAKI, H.; OHSHIMA, Ken-I. Journal of the Physical Society of Japan, v. 78, n. 1, jan. 2009, art. 014601.

AKBEN, M. G.; CHANDRAT, T.; PLASSIARD, P.; JONAS, J. J. Acta Metallica, v. 32, n. 4, p. 591–601, 1984.

ALESSIO, P.; AOKI, P. H. B.; FURINI, L. N.; ALIAGA, A. E.; CONSTANTINO, C. J. L. Spectroscopic Techniques for Characterization of Nanomaterials. In: Nanocharacterization Techniques. São Paulo: Elsevier, 2017. p. 65–98.

ANDRADE, P. H. M. et al. Análise de banda proibida em materiais MOF: Distinguindo transições diretas e indiretas usando espectroscopia UV-vis. *Applied Materials Today*, [S. l.], v. 37, p. 102094, 10 fev. 2024. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.apmt.2024.102094. Acesso em: 6 mar. 2025.

AQUINO, J. C. R. Síntese e caracterização das propriedades magnéticas de nanoestruturas de $SnO_2$ dopadas com íons magnéticos. 2019. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade de Brasília, Brasília, DF.

ARTETA, Juan Manuel Restrepo. Avaliação crítica da quantificação elementar (incluindo hidrogênio, carbono e oxigênio) por emissão de raios-X induzidos por prótons, PIXE, e por fluorescência de raios-X, XRF. 2019. Disponível em: https://doi.org/10.11606/t.43.2019.tde-24052021-152915.

B.D. Cullity, S.R. Stock, Elements of X-RAY DIFFRACTION, Second Edition. 1978.

BARTH, A.; ZSCHERP, C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR): principles, advances, and applications in modern analytical science. Chemical Reviews, v. 102, n. 9, p. 3171–3214, 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1021/cr0101337.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. M.; PAIVA SANTOS, C. O. Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS. Journal of Applied Crystallography, v. 33, n. 4, p. 1189, ago. 2000. DOI: 10.1107/S0021889800005410.

B. Anina Dedavid, C. Isse Gomes, e G. Machado, *Microscopia Eletrônica de Varredura Aplicações e Preparação de Amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores*. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

BOAS, Gabriel Pessoa Vilas; FERREIRA, Victor Oliveira; CARDOSO, Ivone Thatianne de Abreu dos Passos; ASSUNÇÃO, Paulo D'Angelo Costa. Caracterização do nióbio metálico através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). In: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2016, [S.l.]. Anais [...]. Disponível em: https://doi.org/10.20906/cps/con-2016-0812. Acesso em: 7 mar. 2025.

BRIGGS, D.; RIVIERE, J. C. Spectral Interpretation. 1983.

C. Tsung Wang, D. Lun Lai, M. Ting Chen, Materials Letters 64 (2010) 65–67.

CANSELLA, F.; AYMONIER, C. Journal of Supercritical Fluids, v. 47, p. 508–516, 2009.

CHEMISTRY LIBRETEXTS. Infrared: Interpretation. Disponível em: https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Physical_and_Theoretical_Chemistry_Textbook_Maps/Supplemental_Modules_(Physical_and_Theoretical_Chemistr

y)/Spectroscopy/Vibrational_Spectroscopy/Infrared_Spectroscopy/Infrared%3A_Interpretation. Acesso em: 22 jul. 2020.

COEY, J. M. D. Magnetism and Magnetic Materials. Cambridge: Cambridge University Press, 2010.

CREPLIVE, M. R. Remoção de vanádio a partir de catalisadores termodinamicamente estáveis. 2009. Disponível em: https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/1884/18689/1/dissertacao_095_maricelma_rech_creplive.pdf. Acesso em: 03 mar. 2025.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. Introduction to Magnetic Materials. 2. ed. Hoboken John Wiley & Sons, 2008.

DAS, Sukanta et al. Development of FeCoB/Graphene Oxide based microwave absorbing materials for X-Band region. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, [S. l.], v. 384, p. 224–228, 2015.

DRAWELL ANALYTICAL. *2 Key Points to Know: What Are Fourier Transform Infrar (FTIR) Spectrometers Working Process and 5 Applications*. Disponível em: https://pt.drawellanalytical.com/2-key-points-to-know-what-are-fourier formfrared-ftir-spectrometers-working-process-and-5-applications. Acesso em: 04 set. 2025.

DAS, S.; CHAKRABORTY, S.; PARKASH, O.; KUMAR, D.; BANDYOPADHYAY, S.; SAMUDRALA, S. K.; SENA, A.; MAITI, H. S. Talanta, v. 75, p. 385–389, 2008.

De Souza Viol, Lívia Cristina, et al., “Precipitação Seletiva De Tamanhos Em Nanopartículas Semicondutoras Coloidais De CdTe E CdSe: Um Estudo Por Espectroscopia UV-VIS.” Química Nova, vol. 34, no. 4, Jan. 2011, pp. 595–600.

DIECKMANN, Y.; CÖLFEN, H.; HOFMANN, H.; PETRI-FINK, A. Medidas de

distribuição de tamanho de partículas de nanopartículas de ZnS dopadas com manganês. Química Analítica, v. 81, n. 10, p. 3889–3895, 2009. Disponível em: https://doi.org/10.1021/ac900043y. Acesso em: 4 mar. 2025.

ENOMOTO, M.; NOJIRI, N.; SATO, Y. Materials Transactions, JIM, v. 35, n. 12, p. 859–867, 1994.

ESTEVES, Ana Catarina C. et al. Nanocompósitos de matriz polimérica: estratégias de síntese de materiais híbridos. Química Nova, v. 27, n. 5, p. 798–806, 2004. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-40422004000500020.

Fernanda Antunes Fabian, “Estudo das Propriedades Estruturais e Magnéticas dos Compostos $YFe_{1-x}Cr_xO_3$ e $(Y,TR)CrO_3+\gamma$ (TR = Dy, Gd, Nd e Pr)”, Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão – SE, 2016.

F. Berna, “Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)”, in *Encyclopedia of Earth Sciences Series*, 2017, p. 285–286.

FIZ KARLSRUHE – Leibniz Institute for Information Infrastructure. ICSD – Basic Search & Retrieve. Disponível em: http://icsd-fiz-karlsruhe-de_proxy.dotlib.com.br/search/basic.xhtml. Acesso em: 20 jul. 2020.

FIELD, L.D.; STERNHELL, S.; KALMAN, J.R. Organic structures from spectra. Fouth edition (4th ed.). John Wiley & Sons, Ltd. p. 453, 2008.

FRANCIS, A.; YANG, Y.; VIRTANEN, S.; BOCCACCINI, A. R. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, v. 26, art. 138, 2015.

FRANCISQUINI, E.; SCHOENMAKER, J.; SOUZA, J. A. Nanopartículas Magnéticas e suas Aplicações. In: Química Supramolecular e Nanotecnologia. 2014. p. 269. GLUMAC, N. G.; CHEN, Y. J.; SKANDAN, G.; KEAR, B. Materials Letters, v.

34, p. 148–153, 1998.

GOGOTSI, Yury (Ed.). Nanomaterials handbook. Boca Raton: CRC Press, 2006.

GOMES, N. C. S. Síntese e caracterização das propriedades estruturais e magnéticas de filmes finos de $SnO_2$ dopados com o elemento ferro para aplicação como sensores do gás metano", Universidade de Brasília – UnB, Brasília – DF, 2017.

GUBIN, S. P.; KOKSHAROV, Y. A.; KHOMUTOV, G. B.; YURKOV, G. Y. Russian Chemical Reviews, v. 74, n. 6, p. 489–520, 2005.

GUIMARÃES, A. O.; SOFFNER, M. E.; MANSANARES, A. M.; COELHO, A. A.; CARVALHO, A. M. G.; PIRES, M. J. M.; GAMA, S.; DA SILVA, E. C. Physical Review B, v. 80, art. 134406, 2009.

GUTIÉRREZ, J. M.; GONZÁLEZ, C.; MAESTRO, A.; SOLÈ, I.; PEY, C. M.; NOLLA, J. Current Opinion in Colloid & Interface Science, v. 13, p. 245–251, 2008.

HAMAM, K. J.; ALOMARI, M. I. A study of the optical band gap of zinc phthalocyanine nanoparticles using UV–Vis spectroscopy and DFT function. *Applied Nanoscience*, v. 7, n. 5, p. 261–268, jun. 2017. DOI: https://doi.org/10.1007/s13204-017-0568-9.

HOWE, Eleanor et al. MeV: Visualizador de multiexperimentos. In: QUACKENBUSH, John (Ed.). Biomedical Informatics for Cancer Research. New York: Springer eBooks, 2010. p. 267–277. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-1-4419-5714-6_15. . Acesso em: 02 mar. 2025.

HOWE, Eleanor; HOLTON, Kristina; NAIR, Sarita; SCHLAUCH, Daniel; SINHA, Raktim; QUACKENBUSH, John. MeV: visualizador de multiexperimentos. In: Biomedical Informatics for Cancer Research. [S.l.]: Springer eBooks, 2010. p. 267–277. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-1-4419-5714-6_15. Acesso em: 7 mar. 2025.

H.H. Perkampus, *UV-VIS Spectroscopy and Its Applications*, vol. 369, nº 1. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1992.

ICSD. Details on Search Result. 2019.

IDALGO, E.; ARAÚJO, E. B. Propriedades estruturais e térmicas de vidros teluretos $20Li_2O$-$80TeO_2$. Cerâmica, v. 53, n. 327, p. 325–333, set. 2007. DOI: 10.1590/S0366-69132007000300018.

JEEVANANDAM, Jaison et al. Review on nanoparticles and nanostructured materials: history, sources, toxicity and regulations. Beilstein Journal of Nanotechnology, [S. l.], v. 9, n. 1, p. 1050–1074, 2018.

JIA, L. et al. Atividade fotocatalítica aprimorada em luz visível do $TiO_2$ anatase por meio da codopagem de N e S. *Applied Physics Letters*, [S. l.], v. 98, n. 21, 23 maio 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1063/1.3593147. Acesso em: 5 mar. 2025.

JO, T.; HASEGAWA, H. Journal of the Physical Society of Japan, v. 35, n. 1, jul. 1973. Jose A. Navio, Gerardo Colon, M. Macias, Concepcion Reala, Marta I. Litter, Applied Catalysis A: General 177 (1999) 111–120.

K.Y. Park, M. Ullmann, Y.J. Suh, S.K. Friedlander, Journal of Nanoparticle Research 3: 309–319, 2001.

Kaifeng Yu, Jingzhe Zhao, Yupeng Guo, Xuefeng Ding, Hari-Bala, Yanhua Liu, Zichen Wang, Materials Letters 59 (2005) 2515–2518.

KAMINSKIENĖ, Ž.; PROSYČEVAS, I.; STONKUTĖ, J.; GUOBIENĖ, A. Evaluation of Optical Properties of Ag, Cu, and Co Nanoparticles Synthesized in Organic Medium. *Acta Physica Polonica A*, v. 123, n. 1, p. 111, 2013. DOI: https://doi.org/10.12693/APhysPolA.123.111.

KAROUI, R. Spectroscopic Technique: Fluorescence and Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectroscopies. In: Modern Techniques for Food Authentication. 2. ed. Amsterdam: Elsevier, 2018. p. 219–252.

KATSUFUJI, T. et al. Structural and magnetic properties of spinel $FeV_2O_4$ with two ions having orbital degrees of freedom. Journal of the Physical Society of Japan, v. 77, n. 5, art. 053708, maio 2008.

KAWAGUCHI, S.; ISHIBASHI, H.; KUBOTA, Y. Iron excess effect in structural and magnetic properties of vanadium spinel $FeV_2O_4$. Journal of the Physical Society of Japan, v. 83, art. 074601, 2014.

KAWAGUCHI, S. et al. Structural and magnetic properties in spinel oxide $Fe_{1-x}Mn_xV_2O_4$. JPS Conference Proceedings, art. 012084, 2014.

KOCH, Carl C. Nanostructured materials: processing, properties and applications. 2. ed. Norwich, NY: William Andrew, 2006.

L. Bleicher, J. M. Sasaki, “Introdução à Difração de Raios-X em Cristais”. Universidade Federal do Ceará, p. 1–20, 2000.

L. Bleicher, J. M. Sasaki, e C. O. Paiva Santos, “Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS”, J. Appl. Crystallogr., vol. 33, no 4, p. 1189–1189, ago. 2000, doi: 10.1107/S0021889800005410.

LARA, N. Engenharia de materiais: materializando o futuro. Pimenta Cultural, 2022. isponível em: https://doi.org/10.31560/pimentacultural/2022.94258.

LIU, P. et al. Optical bandgap of single- and multi-layered amorphous germanium ultrahin films. *Journal of Applied Physics*, v. 119, n. 1, p. 014304, jan. 2016. DOI: https://doi.org/10.1063/1.4939296.

LOURO, H.; BORGES, T.; SILVA, M. J. Nanomateriais manufaturados: novos desafios para a saúde pública. Revista Portuguesa de Saúde Pública, v. 31, n. 2, p. 188

200, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.rpsp.2012.12.004. Acesso em: 3 mar. 2025.

MAKUŁA, P.; PACIA, M.; MACYK, W. Como determinar corretamente a energia da banda proibida de fotocatalisadores semicondutores modificados com base em espectros UV-VIS. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, [S. l.], v. 9, n. 23, p. 6814–6817, 6 dez. 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1021/acs.jpclett.8b02892. Acesso em: 5 mar. 2025.

MARTINS, Manuel A.; TRINDADE, Tito. Os nanomateriais e a descoberta de novos mundos na bancada do químico. Química Nova, São Paulo, v. 35, n. 7, p. 1434–446, 2012.

MARTINS, M. A.; TRINDADE, T. Os nanomateriais e a descoberta de novos mundos na bancada do químico. Química Nova, v. 35, n. 7, p. 1434–1446, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-40422012000700026.

Martinez M. Espectrofotômetro. 2014. Infoescola [Periódicos na Internet] Disponível em: . Acesso em 15 de maio de 2018.

MENDONÇA, R. S.; OLIVEIRA, M. G. Simulação de espectros de ressonância paramagnética eletrônica utilizando o programa NLSL. Química Nova, v. 23, n. 4, p. 560–567, 2000. Disponível em: https://www.scielo.br/j/qn/a/hYxj7KWq3K9HfXmbDfKGNFC/. . Acesso em: 3 mar. 2025.

MENDANHA, S. A.; ANJOS, J. L. V.; SILVA, L. M.; SILVA, H. C. B., LIMA, E. M., ALONS, A.. An EPR spin probe study of the interactions between PC liposomes and stratum corneum membranes. International Journal of Pharmaceutics, v. 545, c. 1-2, p. 93-100, 2018.

MIYAKE, T.; TERAKURA, K.; HARASHIMA, Y.; KINO, H.; ISHIBASHI, S. Journal of the Physical Society of Japan, v. 83, art. 043702, 2014.

MOHAPATRA, S. R.; THAKUR, A. K.; SAKUMA, T. Journal of the Physical Society of Japan, v. 79, Suplemento A, p. 169–172, 2010.

MOREIRA, L. M.; LYON, J. P.; PEREIRA, C.; DE SOUZA SILVA, R.; SCHULTZ, M. S Manganês (Mn): propriedades redox, química de coordenação e implicações biológicas. Research Society and Development, v. 13, n. 2, e13713245186, 2024. Disponível em: https://doi.org/10.33448/rsd-v13i2.45186. Acesso em: 03 mar. 2025.

Movasaghi, Z., Rehman, S., & Rehman, I. U. (2008). Fourier Transform infrared (FTIR) pectroscopy of biological tissues. Applied Spectroscopy Reviews, 43(2), 134– https://doi.org/10.1080/05704920701829043).

MURRAY, J. L. Bulletin of Alloy Phase Diagrams, v. 2, n. 3, 1981.

MUSTAPIĆ, Mislav et al. Magnetic and structural properties of $YVO_3$. Croatica Chemica Acta, Zagreb, v. 83, n. 3, p. 275–282, 2010. (CCA-3417)

NAKAMOTO, K. Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part A: Theory and Applications in Inorganic Chemistry. 6. ed. 2008.

NASCIMENTO-DIAS, B. L. D.; OLIVEIRA, D. F.; ANJOS, M. J. D. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. Revista Brasileira de Ensino de Física, São Paulo, v. 39, n. 4, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1590/1806-9126-rbef-2017-0089. Acesso em: 7 mar. 2025.

NEWBURY, D. E.; RITCHIE, N. W. M. A microscopia eletrônica de varredura/espectrometria de raios X dispersiva de energia (SEM/EDS) é quantitativa? Scanning, v. 35, n. 3, p. 141–168, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1002/sca.21041. . Acesso em: 3 mar. 2025.

NEWBURY, D. E.; RITCHIE, N. W. M. A microscopia eletrônica de varredura/espectrometria de raios X dispersiva de energia (SEM/EDS) é quantitativa? Scanning, [S.l.], v. 35, n. 3, p. 141–168, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1002/sca.21041. Acesso em: 8 mar. 2025.

NOELLE, A. et al. UV/Vis+ photochemistry database: Structure, content and applications. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, v. 253, p. 107056, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jqsrt.2020.107056.

NOGUCHI, M. et al. Spin and orbital ordering in $YVO_3$: Neutron diffraction study. Physical Review B, [S. l.], v. 62, p. R9271–R9274, 2000. PINJARI, D. V.; PRASAD, K.; GOGATE, P. R.; MHASKE, S. T.; PANDIT, A. B. Ultrasonics Sonochemistry, v. 23, p. 185–191, 2015.

R. Janes, L.J. Knightley, C.J. Harding, Dyes and Pigments 62 (2004) 199–212.

RAHIMI, R.; MALEKI, A.; MALEKI, S.; MORSALI, A.; RAHIMI, M. J. Solid State Sciences, v. 28, p. 9–13, 2014.

REIS, É. L.; FARIA, G. L.; DA SILVA ARAÚJO, F. G.; TENÓRIO, J. A. S.; VIEIRA, C. B.; JÚNIOR, N. J. Caracterização de uma tipologia de minério de manganês do Brasil. Rem: Revista Escola de Minas, v. 63, n. 3, p. 517–521, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0370-44672010000300014. Acesso em: 03 mar. 2025.

REN, Y. et al. Temperature-induced magnetization reversal in a $YVO_3$ single crystal. Nature, London, v. 396, p. 441–444, 1998.

ROBERT, J. et al. Dinâmica de spin na presença de correlações ferromagnéticas e antiferromagnéticas concorrentes em $Yb_2Ti_2O_7$. Physical Review B, [S. l.], v. 92, n. 6, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1103/physrevb.92.064425. Acesso em: 03 mar. 2025.

ROBERT, J. et al. Dinâmica de spin na presença de correlações ferromagnéticas e antiferromagnéticas concorrentes em $Yb_2Ti_2O_7$. Physical Review B, [S.l.], v. 92, . 6, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1103/physrevb.92.064425. Acesso em: 8 mar. 2025.

SAHU, K.; MURTY, V. V. S. International Research Journal of Engineering and Technology, v. 2, n. 4, jul. 2015.

SAKTHIVEL, S.; VENKATESH, R. P. International Journal of Mining Science and Technology, v. 22, p. 651–655, 2012.

SALMON, Carlos Ernesto Garrido et al. Simulação de espectros de ressonância paramagnética eletrônica (RPE) através do programa NLSL. Química Nova, São Paulo, v. 30, n. 5, p. 1240–1248, out. 2007. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-40422007000500036. Acesso em: 7 mar. 2025.

SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y. Técnicas de magnetometria. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 22, n. 3, p. 406 410, 2000.

SATHANA, V.; MEENAKSHI, G. International Journal of ChemTech Research, v. 8, n. 2, p. 923–927, 2015.

SHI, X. et al. Growth and characterization of ZnO nanorods by hydrothermal method. Journal of Crystal Growth, v. 419, p. 102–107, 2015.

SHIGA, M.; MATSUDA, T.; NAKAMURA, Y. Journal of the Physical Society of Japan, v. 51, n. 2, jan. 1981, p. 345–346.

SHINOGI, A.; ENDO, K. Journal of the Physical Society of Japan, v. 53, n. 1, jan. 1984, p. 55–58.

SILVA, S. S.; MAGALHÃES, F.; SANSIVIERO, M. T. C. Nanocompósitos semicondutores $ZnO/TiO_2$: testes fotocatalíticos. Química Nova, v. 33, n. 1, p. 85–89, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100 40422010000100016. . Acesso em: 3 mar. 2025.

SILVA, Shirley Santana; MAGALHÃES, Fabiano; SANSIVIERO, Maria Terezinha C. Nanocompósitos semicondutores $ZnO/TiO_2$: testes fotocatalíticos. Química Nova, v. 33, n. 1, p. 85–89, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1590/s0100-0422010000100016. Acesso em: 03 mar. 2025.

SONG, G.; ZHANG, W. Journal of the Physical Society of Japan, v. 84, art. 044713, 2015.

STOLT, L.; THOMAS, O.; D'HEURLE, F. M. Journal of Applied Physics, v. 68, p. 5133, 1990.

TANAKA, M.; TOKORO, T.; AIYAMA, Y. Mössbauer effect in MnxFe3−xO4. Journal of the Physical Society of Japan, v. 21, p. 262, 1966.

TITUS, D.; SAMUEL, E. J. J.; ROOPAN, S. M. Nanoparticle characterization techniques. In: SHUKLA, A. K.; IRAVANI, S. (org.). Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles. Amsterdam: Elsevier, 2019. p. 303–319.

TOBO, A.; ITO, A.; MOTOYA, K. Journal of the Physical Society of Japan, v. 65, n. 7, jul. 1996, p. 2249–2258.

TOMASZEWSKA, E. et al. Limites de detecção de DLS e espectroscopia UV-VIS na caracterização de coloides de nanopartículas polidispersas. Journal of Nanomaterials, v. 2013, n. 1, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1155/2013/313081. Acesso em: 4 mar. 2025.

UARTE, Hélio A. FERRO – um elemento químico estratégico que permeia história, economia e sociedade. Química Nova, v. 42, n. 10, p. 1146, 2019. Disponível em: SciELO Brasil – Química Nova. Acesso em: 17 jul. 2025.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. Estrutura dos sólidos. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica. São Paulo: USP, 2005. Disponível em: <http://sites.poli.usp.br/d/pmt2100/Aula02_2005%201p.pdf>. Acesso em: 8 set. 2024.

VAHUR, S. et al. ATR-FT-IR spectral collection of conservation materials in the extended region of 4000–80 $cm^{-1}$. Analytical and Bioanalytical Chemistry v. 408, n. 13, p. 3373–3379, maio 2016. DOI: 10.1007/s00216-016- 1-5.

VALENCIA, S.; VARGAS, X.; RIOS, L.; RESTREPO, G.; MARIN, J. M. Journal f Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, v. 251, p. 175–181, 2013.

VREJOIU, I. et al. Functional perovskites – from epitaxial films to nanostructured arrays. *Advanced Functional Materials*, v. 18, n. 24, p. 3892–3906, 2008. DOI:10.1002/adfm.200800560.

VALENTIN, C. et al. $TiO_2$ dopado com N: Teoria e experimento. *Chemical Physics*, [S. l.], v. 339, n. 1–3, p. 44–56, 31 jul. 2007. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.chemphys.2007.07.020. Acesso em: 5 mar. 2025.

VINCO, J. H. Obtenção de vanádio de alta pureza para aplicação em baterias de fluxo redox de vanádio. 2022. Disponível em: https://doi.org/10.11606/d.3.2022.tde 04052022-083251. Acesso em: 03 mar. 2025.

VON MEERWALL, E.; SCHREIBER, D. S. Physical Review B – Solid State, v. 3, n. 3, 1 jan. 1971.

VON RANKE, P. J.; OLIVEIRA, N. A. de; SOUSA, V. S. R.; GARCIA, D. C.; OLIVEIRA, I. G. de; CARVALHO, A. M. G.; GAMA, S. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 313, p. 176–181, 2007.

WANG, C. T.; CHEN, M. T. Materials Letters, v. 63, p. 389–390, 2009.

WANG, L. S.; LI, S.; WU, H. Espectroscopia de fotoelétrons e estrutura eletrônica de Met-Car TI8C12. The Journal of Physical Chemistry, [S.l.], v. 100, n. 50, p. 19211–19214, 1 jan. 1996. Disponível em: https://doi.org/10.1021/jp9630683. Acesso em: 7 mar. 2025.

WANIEWSKA, A. S.; LACHOWICZ, H. K. Scripta Materialia, v. 48, p. 889–894, 2003.

WIJESENAA, R. N.; TISSERAA, N.; KANNANGARA, Y. Y.; LIN, Y.; AMARATUNGA, G. A. J.; DE SILVA, K. M. N. Carbohydrate Polymers, v. 117, p. 731–738, 2015.

WILSON, P. R.; CHEN, Z. Scripta Materialia, v. 56, p. 753–756, 2007.

XAVIER, K. C. M.; FILHO, E. C. S.; SANTOS, M. S. F.; SANTOS, M. R. M. C.; DA LUZ, A. B. Caracterização mineralógica, morfológica e de superfície da atapulgita de Guadalupe-PI. Holos, v. 5, p. 60–70, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.15628/holos.2012.1111. Acesso em: 04 mar. 2025.

YUASA, S. Journal of the Physical Society of Japan, v. 77, n. 3, mar. 2008, art. 031001. Z. Movasaghi, S. Rehman, and I. U. Rehman, “Fourier Transform infrared (FTIR) spectroscopy of biological tissues,” Applied Spectroscopy Reviews, vol. 43, no. 2, pp. 134–179, Feb. 2008, doi: 10.1080/05704920701829043. – Acesso em: 10 mar. 2025.

ZARBIN, Aldo J. G. Química de (nano) materiais. Química Nova, São Paulo, v. 30, n. 6, p. 1469–1479, 2007.

ZHANG, Z. J.; WANG, Z. L.; CHAKOUMAKOS, B. C.; YIN, J. S. Journal of the American Chemical Society, v. 120, p. 1800–1804, 1998.