

USO DA METALURGIA DO PÓ PARA A PRODUÇÃO DE MATERIAIS ESTRATÉGICOS PARA A TRANSIÇÃO ENRGÉTICA: CERÂMICAS COMPLEXAS BASEADAS EM ELEMENTOS TERRAS RARAS

CAMILA DA COSTA PINTO¹, QUEREM HAPUQUE FELIX REBELO²

¹Dra. em Física, Professora EBTT IFAM, Presidente Figueiredo - AM, camila.pinto@ifam.edu.br;

²Dra. em Física, Professora UFOPA, Santarém-PA, querem.rebelo@ufopa.edu.br;

Apresentado no
Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC
6 a 9 de outubro de 2025

RESUMO: A transição energética global exige o desenvolvimento de novos materiais funcionais com propriedades específicas, como eficiência magnética, resistência térmica e estabilidade química. Nesse cenário, os elementos terras raras (ETRs) desempenham papel estratégico em tecnologias de energia renovável e mobilidade elétrica, especialmente em ímãs permanentes, baterias e materiais para eletrônica fina. Este trabalho apresenta uma abordagem sustentável para a produção de cerâmicas complexas com estruturas protótipo do tipo fluorita e perovskita, utilizando a metalurgia do pó como técnica central, com destaque para a moagem de alta energia como rota de síntese. Essa técnica permite a obtenção de nanomateriais em condições de baixa temperatura, sem o uso de reagentes tóxicos, promovendo uma rota sintética de menor impacto ambiental e com potencial de escalabilidade industrial. As amostras foram obtidas tanto a partir de óxidos comerciais quanto de óxidos recuperados de resíduos eletrônicos, no âmbito de projetos científico financiados pelo CNPq com a temática de Mineração Urbana de elementos terras raras. Os materiais foram caracterizados por difração de raios X, espectroscopia Raman e experimentos de alta pressão em célula de diamante, com destaque para transições estruturais e fenômenos de amorfização induzidos por pressão. Dominar tecnologias que agreguem valor às ETRs é estratégico para a soberania tecnológica do Brasil, permitindo transformar nossos recursos naturais em produtos de alto valor agregado para a transição energética.

PALAVRAS-CHAVE: Metalurgia do pó, Transição Energética, Caracterização de Materiais, Moagem Mecânica de Alta Energia, Difração de Raios X.

POWDER METALLURGY FOR THE PRODUCTION OF STRATEGIC MATERIALS FOR ENERGETIC TRANSITION: COMPLEX CERAMICS BASED ON RARE EARTH ELEMENTS

ABSTRACT: The global energy transition demands the development of new functional materials with specific properties, such as magnetic efficiency, thermal resistance, and chemical stability. In this context, rare earth elements (REEs) play a strategic role in renewable energy technologies and electric mobility, especially in permanent magnets, batteries, and fine electronics. This work presents a sustainable approach for the production of complex ceramics with prototype structures such as fluorite and perovskite, using powder metallurgy as the central technique, highlighting high-energy ball milling as the synthesis route. This technique allows the production of nanomaterials under low-temperature conditions, without toxic reagents, promoting a low-impact, scalable process. The samples were obtained from both commercial oxides and oxides recovered from electronic waste, within CNPq-funded scientific projects focused on the Urban Mining of rare earth elements. The materials were characterized by X-ray diffraction, Raman spectroscopy, and high-pressure experiments in diamond anvil cells, with emphasis on pressure-induced structural transitions and amorphization phenomena. Mastering technologies that add value to REEs is strategic for Brazil's technological sovereignty, enabling the transformation of natural resources into high-value products for the energy transition.

INTRODUÇÃO

A busca por materiais avançados que sustentem a transição energética global tem impulsionado a pesquisa em cerâmicas funcionais com propriedades específicas, como estabilidade térmica, resposta eletromagnética e resistência a ambientes extremos. Nesse cenário, os elementos terras raras (ETRs) ocupam papel central, sendo amplamente utilizados em dispositivos estratégicos como ímãs permanentes, catalisadores, sensores, lasers, e componentes para eletrônica fina e energia renovável.

A metalurgia do pó, particularmente via moagem mecânica de alta energia, surge como uma alternativa tecnológica promissora frente aos métodos convencionais de síntese — que geralmente requerem elevadas temperaturas e reagentes tóxicos. Essa abordagem permite obter cerâmicas complexas com estruturas protótipo como fluorita e perovskita a partir de precursores simples e, inclusive, de óxidos recuperados de resíduos tecnológicos, com menor impacto ambiental e maior eficiência energética.

Ao fornecer energia por meio de impactos mecânicos repetitivos, a moagem de alta energia possibilita reações fora do equilíbrio termodinâmico, levando à formação de fases cristalinas metaestáveis ou inéditas, como observado nos sistemas Sm_3NbO_7 , $\text{Sm}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$ e SmXO_3 ($X = \text{Cr}, \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Co}$). Esses materiais, obtidos com morfologia nanométrica e estabilidade estrutural mesmo sob tratamentos térmicos ou pressões elevadas, representam candidatos promissores para aplicações tecnológicas em dispositivos da chamada transição energética. Para fins de ênfase, foram aprofundados neste trabalho os estudos envolvendo somente a cerâmica do tipo fluorita na forma Sm_3NbO_7 .

Por fim, dominar rotas sintéticas inovadoras e sustentáveis para o processamento de ETRs — como demonstrado neste trabalho — é uma estratégia essencial para ampliar a soberania tecnológica nacional, agregando valor aos recursos minerais brasileiros e impulsionando soluções locais para desafios globais.

MATERIAL E MÉTODOS

A amostra de Sm_3NbO_7 foi sintetizada por meio da técnica de moagem mecânica de alta energia. Para isso, foram utilizadas proporções estequiométricas de óxido de samário (Sm_2O_3 , Sigma-Aldrich) e nióbio metálico (pureza 99%). A moagem foi realizada em moinho tipo Spex durante 17 horas, com esferas de aço como corpo moedor. As fases cristalinas formadas foram analisadas por difração de raios X (DRX) com comparação aos padrões do banco de dados ICSD.

Após a síntese, a amostra foi submetida a condições extremas de pressão na linha de luz EMA do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS). Foi utilizada uma célula de bigorna de diamante (DAC) com bigornas de 400 μm de diâmetro e juntas de rênio pré-indentadas a 40 μm , perfuradas com furo central de 200 μm . O gás hélio foi utilizado como meio de transmissão de pressão, garantindo comportamento hidrostático até 45 GPa. Uma esfera de rubi do tipo “Chervin” foi usada para determinação da pressão via espectroscopia de fluorescência.

Os padrões de DRX foram coletados entre 1 e 47 GPa, com tempo de exposição de 90 segundos, utilizando radiação síncrotron na faixa de ângulo de difração de 2–40°. O acompanhamento da evolução estrutural com a pressão foi feito com análise qualitativa das mudanças nos picos e discussão preliminar dos possíveis mecanismos de transição de fase.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A amostra de Sm_3NbO_7 foi obtida com sucesso por meio da técnica de moagem mecânica de alta energia, utilizando um moinho tipo Spex com esferas de aço inoxidável como corpos moedores. Os precursores — óxido de samário (Sm_2O_3) e nióbio metálico — foram pesados em proporção estequiométrica e submetidos a 17 horas de moagem contínua em atmosfera ambiente. Esse processo promoveu a formação da fase desejada por meio de colisões mecânicas repetidas, que induzem reações sólidas fora do equilíbrio termodinâmico, permitindo a formação de compostos complexos sem a necessidade de etapas térmicas posteriores.

Os padrões de difração de raios X (DRX) obtidos ao longo do processo revelaram a evolução gradual da reação, com o desaparecimento dos picos dos precursores e o surgimento de reflexões características da fase

fluorita defeituosa, com grupo espacial Fm-3m. A formação da fase majoritária foi observada diretamente após a etapa de moagem, indicando eficiência do método mesmo em temperatura ambiente. Não foram observadas fases secundárias significativas.

A reprodutibilidade do processo foi validada por experimentos independentes, nos quais o mesmo padrão cristalino foi obtido sob as mesmas condições de síntese. A Figura 1 apresenta os difratogramas obtidos em diferentes tempos de moagem, ilustrando claramente a transição de fases e a consolidação da estrutura fluorita ao longo do processo. A ausência de picos residuais dos reagentes e o perfil de banda larga nos picos confirmam ainda a formação de uma estrutura nanocristalina, compatível com a natureza energética da síntese.

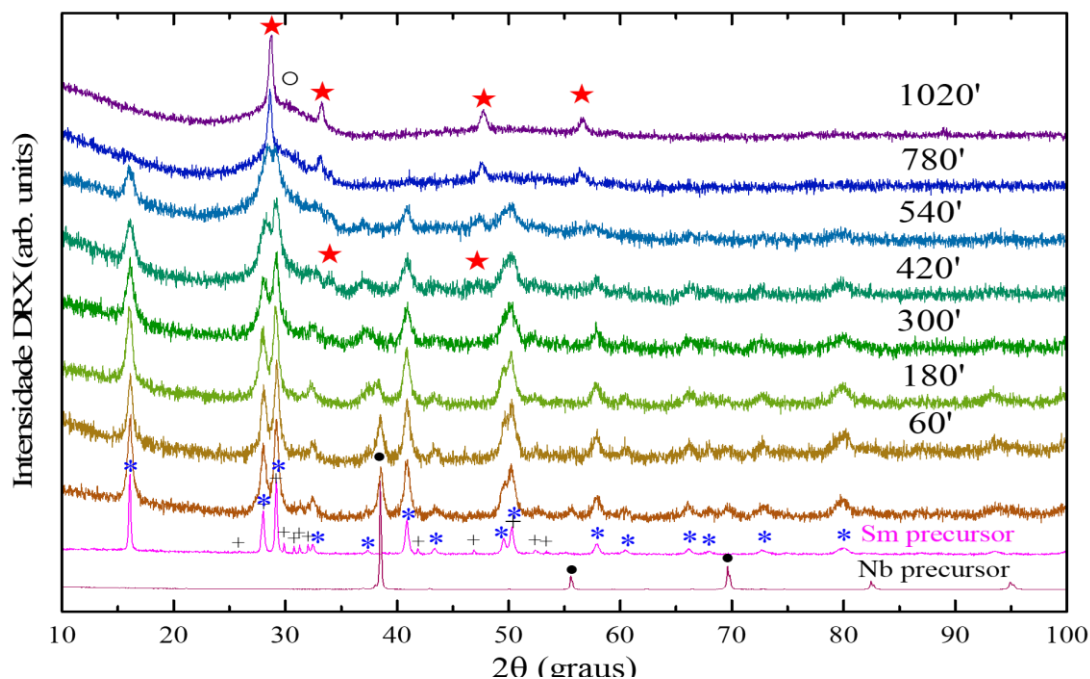


Figura 1. Difração de raios X acompanhando a evolução estrutural da fase desejada.

Os padrões de DRX sob pressão revelaram que o Sm_3NbO_7 apresenta estrutura cristalina estável nas pressões iniciais (1–6 GPa), com picos bem definidos. Na faixa de 6–22 GPa, observou-se deslocamento dos picos, alteração de intensidade e surgimento de novos sinais, indicando uma reorganização catiônica e o início de transição de fase. Em pressões superiores (22–47 GPa), os padrões apresentaram alargamento e redução significativa da intensidade dos picos, compatível com o início de amorfização induzida por pressão. Os difratogramas estão demonstrados na Figura 2, abaixo.

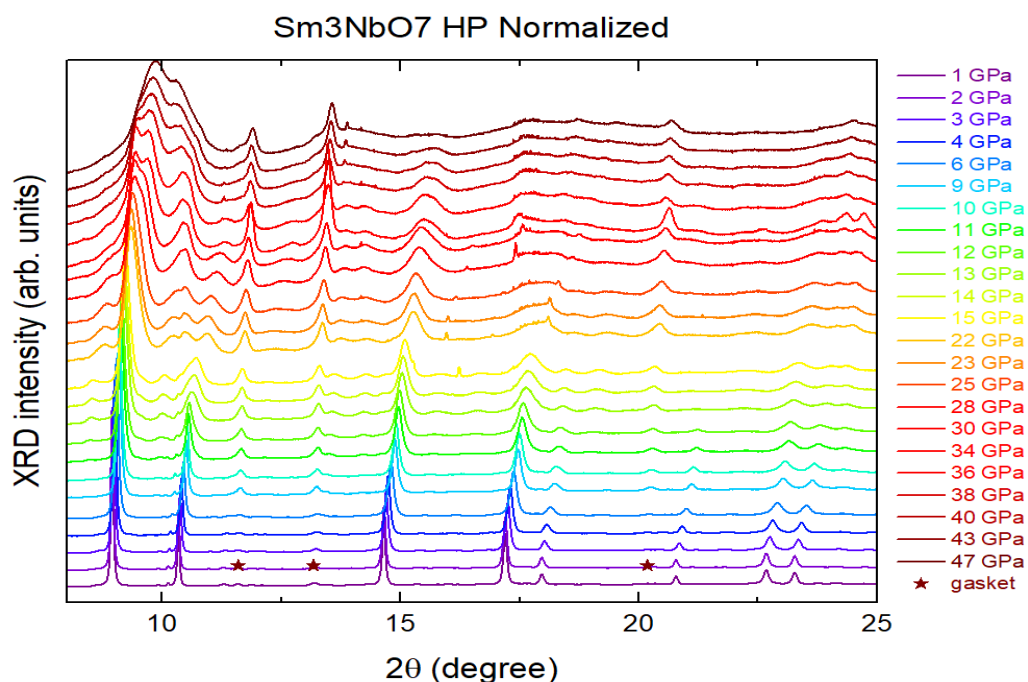


Figura 2. Difração de raios X acompanhando o experimento em altas pressões em célula de diamante

Acima de 36 GPa, há evidência clara de colapso da ordem cristalina. Tais resultados sugerem a ocorrência de transição de fase do tipo fluorita cúbica para uma estrutura pirocloro distorcida, seguida de amorfização. O comportamento do Sm₃NbO₇ é consistente com mecanismos de reorganização estrutural descritos para outros óxidos de terras raras, e destaca seu potencial funcional em condições extremas. Estudos complementares de refinamento estrutural e modelagem computacional estão em andamento para elucidar os mecanismos envolvidos.

CONCLUSÃO

A síntese do composto Sm₃NbO₇ por meio da moagem mecânica de alta energia demonstrou ser uma rota eficiente, sustentável e reprodutível para a obtenção de cerâmicas complexas à base de elementos terras raras. A formação da estrutura tipo fluorita defeituosa foi confirmada por difração de raios X, com estabilidade da fase sem a necessidade de tratamentos térmicos adicionais. A natureza nanocristalina do material e a ausência de fases secundárias revelam o potencial da técnica para síntese de compostos avançados com menor impacto ambiental.

Adicionalmente, os estudos em condições extremas de pressão (até 47 GPa) evidenciaram estabilidade estrutural até limites elevados, seguidos por transição de fase e amorfização induzida por pressão — comportamento relevante para aplicações tecnológicas exigentes. A capacidade do material de manter integridade estrutural e responder a estímulos externos reforça seu potencial em áreas como sensores, barreiras térmicas e componentes para dispositivos da transição energética.

Por fim, o domínio desta rota de síntese e o uso racional de elementos estratégicos como as terras raras, inclusive provenientes de fontes secundárias, contribuem para o fortalecimento da soberania científica e tecnológica do Brasil e para o desenvolvimento de materiais funcionais alinhados com os princípios da sustentabilidade e inovação.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi financiado pelo CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) [Projeto nº 407741/2022-4, “Mineração Urbana, Reciclagem de Ímãs Permanentes de Terras Raras”], [PQ-CNPq: 310697/2021-2], o projeto INCT “MATERIA – Materiais Avançados à base de Terras

Raras: Inovações e Aplicações”. Esta pesquisa utilizou as instalações do Laboratório de Materiais da UFAM e o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), parte do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), uma organização privada sem fins lucrativos sob supervisão do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações (MCTI). Agradecemos à equipe da linha de luz EMA pelo suporte durante os experimentos 20232763.

REFERÊNCIAS

Pinto, C. et.al. Mechanical alloying synthesis of Sm_3NbO_7 defect fluorite and structural characterization by X-ray diffraction, Raman spectroscopy and DFT calculation, *Ceramics International*, Volume 47, Issue 7, Part A, 2021, Pages 8936-8943, ISSN 0272-8842, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.015>.

Q.H.F. Rebelo, S.M. de Souza, D.M. Trichês, A.F.F. de Figueiredo Pereira, J.C. de Lima, High pressure x-ray diffraction studies of the nanostructured $\text{Ge}_{34}\text{Sb}_{66}$ solid solution produced by mechanical alloying, *J. Alloys Compd.* 722 (2017) 131–137, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.090>.

F.M. de Brito Neto, M.L. Takeno, C. da Costa Pinto, D.M. Trichês, L. Manzato, S. Michielon de Souza, Structural and thermal studies of SmNbO_4 polymorphs produced by mechanical alloying, *Mater. Lett.* 252 (2019) 313–316, <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.06.004>.

H.M. Rietveld, The Rietveld method, *Phys. Scripta* 89 (2014), 098002, <https://doi.org/10.1088/0031-8949/89/9/098002>.

A.C. Larson, R.B. Von Dreele, General structure analysis system (GSAS), Los Alamos Natl. Lab. Rep. LAUR. 748 (2004) 86–748. <https://subversion.xor.aps.anl.gov/EXPGUI/gsas/all/GSASManual.pdf>.

Q.H.F. Rebelo, S.M. de Souza, D.M. Trichês, A.F.F. de Figueiredo Pereira, J.C. de Lima, High pressure x-ray diffraction studies of the nanostructured $\text{Ge}_{34}\text{Sb}_{66}$ solid solution produced by mechanical alloying, *J. Alloys Compd.* 722 (2017) 131–137, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.090>.

S. Michielon de Souza, H. Ordozgoith da Frota, D.M. Trichês, A. Ghosh, P. Chaudhuri, M. Silva dos Santos Gusmao, A.F.F. de Figueiredo Pereira, M. Couto Siqueira, K. Daum Machado, J. Cardoso de Lima, Pressure-induced polymorphism in nanostructured SnSe , *J. Appl. Crystallogr.* 49 (2016) 213–221, <https://doi.org/10.1107/S1600576715023663>.

Y. Hinatsu, Y. Doi, Phase transitions of Sm_3NbO_7 , $(\text{Sm}_{1-x}\text{Ln}_x)_3\text{NbO}_7$ ($\text{Ln} = \text{Nd}, \text{Eu}$) and Sm_3TaO_7 with fluorite-related structure, *J. Ceram. Soc. Japan.* 126 (2018) 743–749, <https://doi.org/10.2109/jcersj2.18054>.