

Efeito do Método de Preparação na Formação do Pentóxido de Níbio (Nb_2O_5) pelos Métodos de Precipitação e Hidrotermal

Effect of the Preparation Method on the Formation of Niobium Pentoxide (Nb_2O_5) by Precipitation and Hydrothermal Methods

Ana Paula Aparecida Borges,^{a,*} Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira,^a Murillo Henrique de Matos Rodrigues,^b Maria Fernanda do Carmo Gurgel,^a Jakelini de Jesus Marques,^a Ana Carolina Boacina de Freitas,^a Mario Godinho Junior^{a,c}

^aUniversidade Federal de Catalão, Instituto de Química, CEP 75704-020, Catalão-GO, Brasil

^bUniversidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, CEP 13083-970, Campinas-SP, Brasil

^cUniversidade Federal de São Carlos, Instituto de Química, CEP 13566-590, São Carlos-SP, Brasil

*E-mail: anapaula.apaborges@gmail.com

Submissão: 15 de Agosto de 2025 – Aceite: 5 de Maio de 2026 – Publicado online: 9 de Junho de 2026

Niobium pentoxide (Nb_2O_5) is an important semiconductor material used in electronic devices, to enhance RAM memory performance, and also in lithium-sulfur batteries to improve electrochemical performance. It also acts as a photocatalyst in the degradation of organic materials, such as dyes and pharmaceutical compounds, such as antibiotics. However, for its effective application, it is desirable to obtain Nb_2O_5 at the nanoscale with a narrow grain size distribution. Therefore, the aim of this work was to synthesize niobium pentoxide (Nb_2O_5) semiconductor nanoparticles using the precipitation synthesis method and microwave-assisted hydrothermal processing. The characterization methods used were X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, and scanning electron microscopy (SEM) for morphological analysis. XRD revealed the formation of a hexagonal crystalline phase. Raman spectroscopy revealed vibrational bands characteristic of Nb–O and Nb=O bonds. SEM showed the presence of spherical particles with uniform size and shape and a unimodal distribution, demonstrating the efficiency of the synthesis compared to other routes described in the literature. The hexagonal structure and morphology obtained are particularly desirable, since spherical particles offer a larger surface area, better packing during densification, and better sinterability, which enhances their use in the aforementioned applications. The synthesis methods employed proved to be highly efficient, reproducible, and capable of ensuring precise control over the structural and morphological characteristics of the material

Keywords: Synthesis methods; Nb_2O_5 ; hexagonal structure.

1. Introdução

O pentóxido de níbio (Nb_2O_5) é um óxido que apresenta uma estrutura hexagonal desordenada, composta por átomos de oxigênio em seis faces e uma configuração de cadeia Nb–O–Nb–O. A falta de oxigênio na estrutura resulta na deformação desses poliedros.¹ No sistema hexagonal, a estrutura cristalina é caracterizada por uma célula primitiva composta por um prisma reto com base em um losango cujo ângulo interno é de 120 graus. Nesse sistema, os parâmetros de rede incluem três eixos, sendo dois de igual comprimento e formando um ângulo de 120 graus entre si, enquanto o terceiro eixo, de comprimento distinto, é perpendicular aos demais.²

O Nb_2O_5 é um importante material semicondutor utilizado em dispositivos eletrônicos, na melhoria do desempenho de memória RAM e aplicação em baterias de

lítio-enxofre para melhor desempenho eletroquímico.^{3,4} Atua como fotocatalisador na degradação de materiais orgânicos como corantes além de contribuir também, na degradação de medicamentos como antibióticos.^{5,6} O pentóxido de níbio vem ganhando destaque na aplicação em células fotovoltaicas, devido a suas propriedades em atuar como transportador de elétrons.⁷

Diversas investigações abordam a síntese do Nb_2O_5 , com destaque para cinco métodos de obtenção deste material, sendo eles: hidrotérmico,⁶ solvotérmico,⁷ sol – gel,⁸ Pechini⁹ e precipitação.⁵ O Nb_2O_5 pode ocorrer no estado amorfo ou um dos seus muitos polimorfos cristalinos diferentes, dependendo de características como método de síntese, precursores e temperatura de tratamento térmico.^{10,11}

O estudo dos polimorfos do pentóxido de níbio (Nb_2O_5) começou em 1941, com George Brauer, que fez as primeiras classificações dessas formas cristalinas.¹¹

Desde então, pesquisadores vêm destacando a evolução desse conhecimento e como diferentes temperaturas e métodos de síntese influenciam as transições de fase do material.¹² Em 1966, Schäfer e colaboradores propuseram uma nova classificação, visando organizar as diversas fases já identificadas, muitas delas nomeadas de maneira inconsistente. Eles adotaram símbolos neutros baseados na temperatura TT, T, M e H (do alemão Tief–Tief, Tief, Medium e Hoch, que significa muito baixo, baixo, médio e alto, respectivamente) e na morfologia das partículas B, N e R (do alemão Blätter, Nadeln e Prismen, que significa folhas/placas, agulhas e prismas, respectivamente). Apesar de conseguirem unificar parte das informações existentes, algumas fases descritas anteriormente não puderam ser reproduzidas, indicando que talvez sejam metaestáveis ou não estequiométricas.^{12,13}

O pentóxido de níbio amorfo é sintetizado geralmente em baixas temperaturas (hidrotermal, precipitação, solvotérmico) e pode ser posteriormente cristalizado nas fases TT ou T com tratamento térmico em torno de 500 °C. Em temperaturas intermediárias (em torno de 800 °C), o material pode transformar-se na fase M (tetragonal), enquanto a fase H é formada a aproximadamente 1000 °C.¹ As fases de baixa temperatura do Nb_2O_5 , TT ou T, são consideradas semelhantes devido a padrões de difração de raios-X comparáveis, embora estudos sugiram que a fase TT pode ser uma forma menos cristalina de T, estabilizada por impurezas, como átomos de oxigênio substituídos por espécies monovalentes (como OH^- e Cl^-), ou vacâncias, enquanto os átomos de Nb ocupam uma gama de posições entre dois locais cristalograficamente semelhantes em T.¹² Essa substituição ajuda a estabilizar a fase TT do Nb_2O_5 .¹

Em relação às propriedades elétricas, este material semicondutor possui valor de *band gap* que varia de 3,5-5,5 eV, e dependendo da sua cristalinidade e morfologia do grão, pode absorver luz adequadamente nas regiões próximas de ultravioleta ou pode ser usado como material transparente à luz UV, sendo um material em potencial para aplicação em células solares.¹⁴

Ok *et al.* (2013) investigaram a obtenção de filmes mesoporosos de óxido de níbio nanocristalino pelo método sol-gel, para aplicação em células solares, preparados em substratos de vidro revestidos com FTO, utilizando etóxido de níbio ($\text{Nb}(\text{OEt})_5$) como precursor.¹⁵ Os filmes, após serem preparados em camadas, foram calcinados a 600 °C. Na análise de difração de raios-X, foi observado que a maioria dos picos principais das estruturas ortorrômbica (JCPDS 27-1003) e hexagonal (JCPDS 28-0317) são muito próximos, dificultando a distinção entre as fases, sendo necessária a difração de área selecionada (TEM-SAED) para identificar a fase ortorrômbica.¹⁵

Beedri *et al.* (2018) estudaram as propriedades fotovoltaicas do fotoanodo bicamada $\text{ZnO}/\text{Nb}_2\text{O}_5$. Neste estudo, nanopartículas de óxido de níbio foram sintetizadas pelo método de precipitação química, seguido de calcinação a 500 °C. A difração de raios-X foi utilizada para identificar a camada de Nb_2O_5 no fotoanodo de ZnO . O padrão de difração de raios-X (JCPDS No. 28-0317) confirmou a presença de Nb_2O_5 no fotoanodo $\text{ZnO}/\text{Nb}_2\text{O}_5$, com picos a $2\theta = 22,6^\circ$ e $28,6^\circ$, associados à difração dos planos (001) e (100) da estrutura hexagonal do Nb_2O_5 , similar ao material sintetizado neste trabalho. Os resultados demonstraram que a combinação da bicamada $\text{ZnO}/\text{Nb}_2\text{O}_5$ aumenta a vida útil dos elétrons no fotoanodo, reduzindo as reações de recombinação e, conseqüentemente, melhorando o desempenho da célula solar.¹⁶

Leite *et al.* (2006) obtiveram os nanocristais de Nb_2O_5 por meio de tratamento hidrotérmico de uma solução aquosa de oxalato amoniacal de níbio ($\text{NH}_4[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$). O composto foi dissolvido em água ultrapura, resultando em uma solução incolor e após adição peróxido de hidrogênio (H_2O_2) na solução, adquiriu uma coloração amarela, indicando a formação de um complexo de níbio. Esta solução foi então submetida a tratamento hidrotermal convencional a 120-140 °C por várias horas, em um frasco autoclavável, durante o qual a solução voltou a ficar incolor com liberação de gás, sinalizando a decomposição do complexo e precipitação de um material particulado branco e fino. A análise de difração de raios-X deste material confirmou a presença da fase TT- Nb_2O_5 com orientação preferencial na direção [001].⁶

O objetivo deste trabalho foi obter as nanopartículas semicondutoras de pentóxido de níbio (Nb_2O_5) pelos métodos de síntese de precipitação e hidrotérmico com a finalidade de realizar um comparativo entre estes dois métodos de síntese. Os métodos de caracterização empregados foram difração de raios-X, espectroscopia por infravermelho e a morfologia dos compostos por microscopia eletrônica de varredura.

2. Experimental

2.1. Síntese das nanopartículas

O óxido de níbio (Nb_2O_5) foi sintetizado a partir de oxalato amoniacal de níbio ($\text{C}_4\text{H}_4\text{NNbO}_9 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), dissolvidos em água destilada sob agitação até obtenção de uma solução incolor. Em seguida, foram adicionados peróxido de hidrogênio (H_2O_2 a 30%), promovendo a formação de um peroxocomplexo de níbio,⁶ caracterizado pela coloração amarelada da solução.

A mistura reacional foi mantida sob aquecimento a 90 °C e agitação constante por aproximadamente 4 horas,

resultando na completa decomposição do peróxido e na formação de um precipitado fino de cor amarelo-leitosa. O precipitado obtido foi dividido em duas frações: Fração sem tratamento hidrotérmico: centrifugada, lavada com água destilada e seca em estufa a 70 °C por 24 h; Fração com tratamento hidrotérmico: redispersa em água destilada e submetida a tratamento hidrotérmico a 120 °C por 1 h, seguida de lavagem por centrifugação e secagem nas mesmas condições.

As amostras secas foram maceradas e homogeneizadas antes de serem submetidas a tratamento térmico em mufla a 550 e 600 °C, por 240 min, visando a obtenção da fase cristalina do Nb₂O₅.

2.2. Técnicas de caracterização

A estrutura cristalina dos materiais foi caracterizada por difração de raios-X (DRX) utilizando um difratômetro Siemens D5000, equipado com um monocromador de grafite.

As medidas de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foram realizadas em um espectrofotômetro Shimadzu, modelo IR PRETIGE-21. As medições foram realizadas na faixa de 4.500 a 380 cm⁻¹ com amostras de óxido de níbio preparadas dispersando o pó em brometo de potássio (KBr).

O tamanho, a morfologia e a agregação das partículas foram determinadas a partir de imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para os pós de óxido de níbio. As imagens foram obtidas utilizando um microscópio eletrônico de varredura, marca TESCAN, modelo VEGA 3 LMU.

3. Resultados e Discussão

As amostras de Nb₂O₅ foram caracterizadas pela técnica de difração de raios-X (DRX), que permite rastrear a evolução estrutural para identificar as fases cristalinas formadas.

As Figuras 1(a) a 1(c) demonstram os padrões de DRX das amostras de Nb₂O₅ sintetizados por precipitação com tratamento térmico de 90, 550 °C/4 h e 600 °C/4 h, respectivamente.

Na Figura 1(a), no difratograma de raios-X, observa-se alguns picos com pouca definição e base alargada, indicando que o material se encontra na forma amorfa ou em tamanho nanométrico. Nas Figuras 1(b) e 1(c), são observados picos bem definidos e de alta intensidade, evidenciando a formação da fase cristalina hexagonal, da ficha JCPDS 28-0317, com parâmetros de rede $a = 3,607 \text{ \AA}$, $c = 3,925 \text{ \AA}$. Os picos de maior intensidade encontram-se em aproximadamente 22° e 28°, correspondendo aos planos

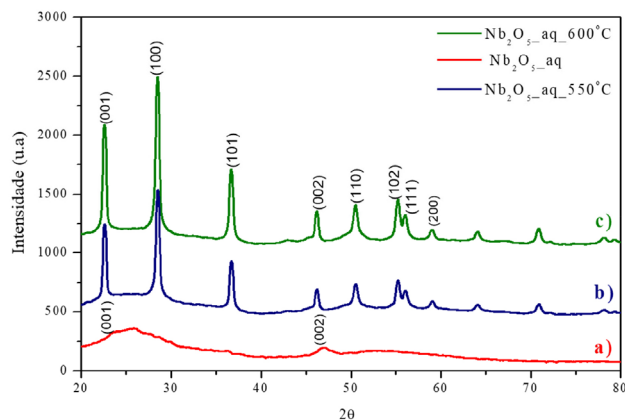


Figura 1. Difratogramas de raios-X das amostras de Nb₂O₅ sintetizados por precipitação com tratamento térmico a: (a) 90 °C/4 h (b) 550 °C/4 h e (c) 600 °C/4 h

(001) e (100), respectivamente, juntamente com outros picos de baixa intensidade, evidenciando a formação da fase do material em estudo.

Observou-se para as amostras Nb₂O₅ submetidas ao tratamento térmico a 550 °C/4 h e 600 °C/4 h, Figuras 1(b) e 1(c), um aumento na cristalinidade do material evidenciando a formação da fase cristalina. Na Figura 1(c), observou-se no difratograma de raio X, uma linha de base menos alargada e picos de maior intensidade, em comparação ao tratamento a 550 °C, indicando um maior grau de cristalinidade.

Para estimar o tamanho médio dos cristalitos das amostras, utilizou-se a equação de Scherrer¹⁷ que relaciona o alargamento dos picos de difração à diminuição das dimensões dos domínios cristalinos. A largura a meia altura (FWHM) foi determinada a partir do pico de maior intensidade (100%), correspondente ao plano (100), localizado em aproximadamente 28° para todas as amostras. Essa estratégia permite comparar diretamente o efeito dos diferentes tratamentos térmicos sobre o crescimento do cristalito.

Os valores calculados, apresentados na Tabela 3, demonstram que, mesmo após calcinação a 550 e 600 °C, o Nb₂O₅ permanece em escala nanométrica, com cristalitos em torno de 24 nm. Esses resultados confirmam a eficiência da metodologia de síntese empregada na obtenção de materiais nanocristalinos com fase cristalina definida.

Tabela 1. Tamanho médio de cristalito utilizando equação de Scherrer para amostras de Nb₂O₅-aq_550 e Nb₂O₅-aq_600

Amostra	Tamanho Médio do Cristalito (nm)	FWHM
Nb ₂ O ₅ -aq_550	23,4	0,38249
Nb ₂ O ₅ -aq_600	24,5	0,37152

Observa-se também, um aumento da cristalinidade nos difratogramas da Figura 1, nos quais os picos tornam-se

progressivamente mais intensos, definidos e apresentam menor alargamento à medida que a temperatura de calcinação é elevada. Esses resultados evidenciam a eficiência do método de síntese e calcinação empregado, permitindo a obtenção de Nb_2O_5 nanocristalino com fase hexagonal bem definida (JCPDS 280317), ao mesmo tempo em que mantém as dimensões dos cristalitos na faixa nanométrica, mesmo após tratamentos térmicos em altas temperaturas.

Gómez e Rodríguez-Páez⁵ obtiveram o pentóxido de níbio pelo método de precipitação controlada a partir do precursor oxalato amoniacal de níbio, que foi dissolvido tanto em água destilada quanto em uma mistura 50:50 de água destilada e ácido acético. Em seguida, hidróxido de amônio foi adicionado de forma contínua até alcançar os valores de pH previamente definidos, permitindo a formação dos precipitados. Os materiais sintetizados foram posteriormente tratados termicamente nas temperaturas de 400, 500 e 600 °C por 2 horas, o que produziu transformações estruturais significativas, especialmente na faixa entre 500 e 600 °C, quando o sólido amorfo evoluiu para estruturas cristalinas bem definidas. O estudo destaca particularmente os resultados obtidos para as amostras calcinadas a 600 °C. Nessa condição, a amostra preparada utilizando a mistura ácido acético/água como solvente, em pH 9, apresentou uma composição cristalina formada por uma mistura de polimorfos de Nb_2O_5 . A análise por difração de raios-X revelou que a fase predominante era a fase ortorrômbica (ICCD PDF 01071-0336), enquanto a fase monoclinica (ICCD PDF 271312) aparecia como fase minoritária. Essa coexistência de polimorfos demonstra que variações aparentemente pequenas nas condições de síntese, como o tipo de solvente, o valor de pH e a temperatura de calcinação exercem forte influência sobre a estrutura cristalina final, levando à formação de diferentes arranjos estruturais, mesmo quando se utiliza o mesmo método de síntese. Esse resultado mostra que, apesar de trabalhar com métodos de síntese semelhantes para a obtenção do Nb_2O_5 , pequenos ajustes de métodos, temperaturas e materiais são responsáveis pelos diferentes polimorfos formados.⁵

A Figura 2 ilustra os difratogramas de raios-X das amostras de Nb_2O_5 que foram sintetizadas pelo tratamento hidrotérmico por micro-ondas a uma temperatura de 120 °C por 1 hora, com e sem tratamento térmico posterior.

No difratograma de raios-X da Figura 2(a), observa-se picos de difração de baixa definição e com bases significativamente alargadas, característica típica de materiais com baixa cristalinidade ou contendo elevada densidade de defeitos estruturais, efeito comumente associado a sínteses realizadas em baixas temperaturas.¹⁸ O alargamento da linha de base também está relacionado à presença de Nb_2O_5 hidratado, o qual representa um estágio

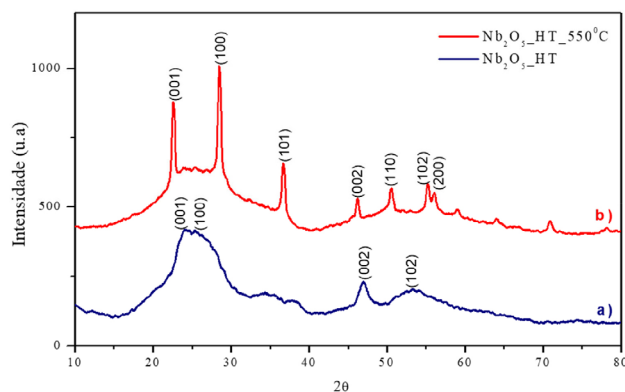


Figura 2. Difratogramas de raios-X das amostras de Nb_2O_5 submetidos a: (a) tratamento hidrotérmico por micro-ondas a temperatura de 120 °C por 1 hora e (b) tratamento hidrotérmico por micro-ondas (120 °C/1 h) e tratamento térmico a 550 °C por 4 horas

intermediário na transição para a fase Nb_2O_5 anidra. Apesar dessas características indicarem uma estrutura parcialmente ordenada, o padrão difratométrico apresenta semelhanças com a fase hexagonal do óxido de níbio, conforme referência do Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS nº 28-0317), cujos parâmetros de rede são $a = 3,607 \text{ \AA}$ e $c = 3,925 \text{ \AA}$. Nessa fase, são esperados dois picos principais de maior intensidade entre 22° e 28°, acompanhados de reflexões secundárias de baixa intensidade, o que condiz com o comportamento observado.

O mesmo material foi posteriormente submetido a tratamento térmico a 550 °C com o objetivo de avaliar a evolução de sua estrutura cristalina. Conforme mostrado na Figura 2(b), o aquecimento promoveu um evidente rearranjo estrutural, resultando em picos mais estreitos e bem definidos, indicando um aumento do grau de cristalinidade. Esse aprimoramento está associado tanto à eliminação de espécies orgânicas residuais quanto ao crescimento dos domínios cristalinos durante a calcinação. Ainda assim, nota-se que a linha de base permanece levemente alargada mesmo após o tratamento térmico, sugerindo que o material ainda mantém certo grau de desordem estrutural, possivelmente decorrente da presença de uma fração amorfa ou da persistência da fase TT, reconhecida por seu caráter parcialmente ordenado.

Ko e Weissman (1990) relatam que, partindo de uma fase amorfa, o Nb_2O_5 passa a cristalizar em uma forma de baixa temperatura (TT ou T) em torno de 500 °C, uma forma de temperatura média (M ou B) por volta de 800 °C, e uma forma de alta temperatura (H) em aproximadamente 1000 °C. As fases TT e T possuem estruturas semelhantes, porém a fase TT é descrita como menos cristalina do que a fase T, sendo estabilizada por impurezas, o que pode explicar o alargamento na linha de base do difratograma do material submetido a tratamento térmico.¹⁰

A Tabela 2 informa que o tamanho médio do cristalito

da amostra calcinada foi de 24,7 nm, valor obtido utilizando a equação de *Scherrer*, baseada na largura à meia altura do pico mais intenso – associado ao plano (100), localizado em torno de 28°.

Tabela 2. Tamanho médio de cristalito utilizando equação de Scherrer para amostras de Nb₂O₅_HT_550

Amostra	Tamanho Médio do Cristalito (nm)	FWHM
Nb ₂ O ₅ _HT_550	24,7	0,36919

Esse resultado confirma que o tratamento térmico não apenas promoveu a remoção dos componentes orgânicos remanescentes, como também favoreceu a coalescência e o crescimento dos domínios cristalinos, contribuindo para o aumento da ordem estrutural do óxido. O aumento na nitidez e intensidade das reflexões, associado ao tamanho médio de cristalito calculado (24,7 nm), demonstra claramente que o aquecimento resultou em uma cristalização mais eficiente do material.

Na Figura 3, observa-se os espectros Raman do Nb₂O₅ sintetizado por precipitação a 90 °C e por precipitação térmica a 90 °C seguido de tratamento térmico a 550 °C.

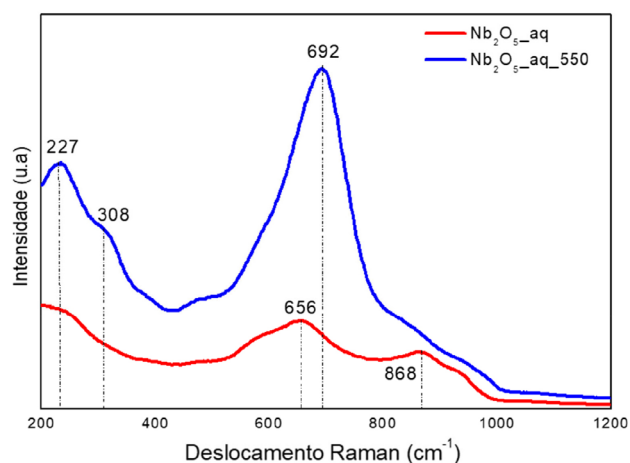


Figura 3. Espectro Raman dos materiais Nb₂O₅ obtidos pelo método de precipitação térmica a 90 °C e com tratamento térmico de 550 °C

Os deslocamentos Raman observados estão associados aos modos vibracionais característicos do Nb₂O₅, e a comparação entre os dois espectros revela modificações significativas na estrutura do material em decorrência do tratamento térmico. Nota-se um aumento expressivo na intensidade das bandas após a calcinação, o que indica maior definição da rede cristalina e reforça a evolução estrutural do óxido com o aumento da temperatura.

Para a amostra sintetizada por precipitação térmica a 90 °C, os resultados de Raman evidenciam um material com considerável desordem estrutural. Esse comportamento é confirmado pela presença de uma banda de baixa intensidade

em 656 cm⁻¹, associado a modos vibracionais característicos de estruturas parcialmente organizadas. Essa interpretação está em consonância com os resultados de difração de raios-X, que também apontam para um arranjo incompleto dos octaedros [NbO₆]. Tal condição estrutural é compatível com uma fase intermediária, possivelmente contendo água estrutural ou apresentando organização insuficiente da rede, fenômeno que tende a ser progressivamente corrigido durante o tratamento térmico a 550 °C.¹⁹ Resultados semelhantes foram relatados por Lopes, Paris e Ribeiro (2014), que observaram uma banda em 652 cm⁻¹ atribuída ao Nb₂O₅·nH₂O, típico de materiais formados por rotas úmidas e ainda contendo frações hidratadas ou amorfas.²⁰ A proximidade dos valores observados entre os estudos reforça a interpretação de que o material encontra-se em um estágio inicial de evolução estrutural antes da completa cristalização promovida pela calcinação.

Além disso, foi identificada uma banda em 866 cm⁻¹, atribuída à presença de Nb₂O₅ amorfo ou com baixo grau de cristalinidade, em concordância com as observações de Raba, BautistaRuiz e Joya (2016).²¹ Esses autores relataram que amostras calcinadas a 500 °C apresentam espectros Raman com picos pouco definidos, comportamento típico de materiais estruturalmente desordenados, o que também foi corroborado por seus difratogramas de raios-X. No referido estudo, uma banda em 843 cm⁻¹ foi associada a modos vibracionais de estruturas amorfas, valor muito próximo ao encontrado neste trabalho, reforçando a correspondência entre os espectros e confirmando a natureza parcialmente organizada do material antes da calcinação.²¹

As bandas situadas em 227 e 308 cm⁻¹, presentes tanto na amostra sintetizada a 90 °C quanto naquela submetida ao tratamento térmico a 550 °C, correspondem a modos vibracionais de baixa frequência relacionados às vibrações de rede.²² O aumento na intensidade desses modos após a calcinação indica maior grau de cristalinidade e organização estrutural. A banda situada em 692 cm⁻¹ tornase particularmente intensa após o aquecimento a 550 °C, sendo amplamente reconhecida como um dos modos vibracionais mais característicos do Nb₂O₅ cristalino, associado a vibrações Nb–O–Nb em unidades octaédricas distorcidas. Esse comportamento confirma a formação da fase cristalina, em concordância com os resultados obtidos em difração de raios-X.²²

Os dados obtidos também mostram coerência com o estudo de Al Marri, Janene e Moulahi (2023),²² que sintetizaram Nb₂O₅ utilizando oxalato amoniacal como precursor por rota hidrotermal e identificaram bandas bem definidas em 124, 233, 308 e 698 cm⁻¹, associadas às vibrações de estiramento e flexão dos octaedros [NbO₆], além das ligações em ponte Nb–O–Nb em unidades estruturais distorcidas. Resultados semelhantes foram relatados por Qu *et al.* (2020), que, ao

sintetizarem Nb₂O₅ pelo método solvotérmico seguido de calcinação, observaram deslocamentos Raman em 238, 301 e 695 cm⁻¹, característicos da fase TNb₂O₅, valores muito próximos aos obtidos no presente trabalho para a amostra tratada a 550 °C.²³

Herval *et al.* (2015) utilizando o método de Pechini, identificaram bandas Raman em aproximadamente 690, 315 e 227 cm⁻¹, atribuídas a vibrações Nb–O–Nb e modos estruturais de unidades NbO₆, correspondendo às mesmas regiões observadas neste estudo. Esse conjunto de dados demonstra que o comportamento vibracional das amostras tratadas termicamente é compatível com a formação de fases cristalinas de Nb₂O₅, especialmente em temperaturas superiores a 500 °C.²⁴

Por fim, a comparação dos resultados obtidos com aqueles reportados na literatura, sintetizada na Tabela 3, mostra excelente concordância entre os deslocamentos Raman identificados para o Nb₂O₅ calcinado a 550 °C e os valores típicos associados aos modos de estiramento Nb–O–Nb e ao estiramento simétrico Nb=O, confirmando a formação da fase cristalina do pentóxido de níbio e reforçando a consistência dos resultados apresentados.

A Figura 4 apresenta os espectros Raman do Nb₂O₅ obtido por síntese via precipitação, seguido de aquecimento a 90 °C, tratamento hidrotérmico a 120 °C por 1 h e posterior

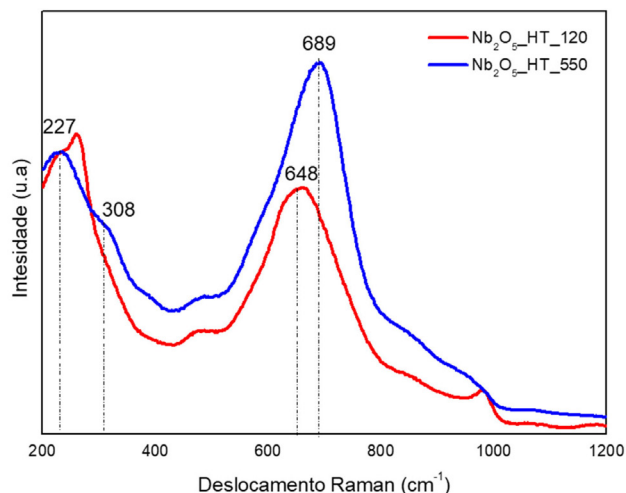


Figura 4. Espectro Raman dos materiais Nb₂O₅ obtidos pelo método de precipitação térmica a 90 °C seguido de tratamento hidrotérmico a 120 °C/1 h e com calcinação a 550 °C

calcinação a 550 °C, permitindo analisar as características vibracionais associadas a cada etapa do processo de síntese.

O espectro Raman mostrado na Figura 4 evidencia os padrões vibracionais característicos do Nb₂O₅ sintetizado por precipitação com aquecimento a 90 °C e posteriormente calcinado a 550 °C. Observa-se que a amostra submetida apenas ao tratamento hidrotérmico apresenta bandas largas e pouco definidas, com picos centrados em aproximadamente 227, 308 e 648 cm⁻¹, valores semelhantes aos obtidos para o Nb₂O₅ sintetizado por precipitação e aquecido a 90 °C. Essas bandas estão associadas às vibrações Nb–O–Nb e aos modos internos dos octaedros [NbO₆], refletindo um estado estrutural ainda desordenado, com baixa cristalinidade e possível presença de fases amorfas ou hidratadas.

Após a calcinação a 550 °C, verifica-se um aumento significativo na intensidade das bandas, acompanhado de estreitamento dos picos e de um deslocamento do principal modo vibracional para cerca de 689 cm⁻¹. Essa alteração indica uma reorganização mais profunda da rede, evidenciando maior ordenamento estrutural e crescimento dos domínios cristalinos.¹ Tais mudanças confirmam que o tratamento térmico promove uma reconfiguração substancial da estrutura do Nb₂O₅, favorecendo a formação de uma fase mais organizada, compatível com a fase pseudo-hexagonal (TT).¹

Jehng e Wachs (1991) demonstram em seus estudos que o tratamento térmico do óxido de níbio exerce influência decisiva sobre sua estrutura e propriedades físico-químicas. Os autores destacam que a área superficial do Nb₂O₅ diminui drasticamente com o aumento da temperatura de calcinação, resultado direto do crescimento dos cristais e da consequente redução na quantidade de poros e defeitos estruturais. A evolução estrutural do material é claramente observada pelos espectros Raman registrados entre 120 e 1000 °C, os quais evidenciam mudanças progressivas de ordem local e de cristalinidade. Em amostras secas a 120 °C por 16 h, são observadas bandas Raman amplas e pouco definidas, incluindo uma banda fraca próxima a 900 cm⁻¹ e uma banda intensa em 650 cm⁻¹, ambas características de uma fase amorfa ou hidratada, ainda com significativa desordem estrutural. Após o aquecimento a 500 °C por 2 h, ocorre um enfraquecimento adicional da banda em 900 cm⁻¹, enquanto a banda situada em 650 cm⁻¹ sofre um

Tabela 3. Modos vibracionais, em cm⁻¹, do Nb₂O₅ sintetizado por precipitação a 90 °C seguido de tratamento térmico a 550 °C em comparação com a literatura selecionada

Tipo de Vibração	Nb ₂ O ₅ _aq_550	Al Marri; Janene; Moulahi Qu <i>et al.</i> (2020) ²³		Herval <i>et al.</i> (2015) ²⁴
		(2023) ²²		
Estiramento Nb – O – Nb	227	233	238	227
Estiramento Nb – O – Nb	308	308	301	315
Estiramento Simétrico Nb = O	692	698	695	690

deslocamento para aproximadamente 690 cm^{-1} , indicando o início da reorganização estrutural e dos processos de cristalização. Além disso, as bandas localizadas entre 200 e 300 cm^{-1} tornam-se mais intensas, comportamento típico de materiais que começam a desenvolver unidades NbO_6 mais ordenadas. Quando o material é submetido a 800°C , as características estruturais observadas a 500°C são mantidas, porém surgem novas bandas fracas entre 400 e 500 cm^{-1} , reforçando a evolução da estrutura em direção a uma fase mais organizada e estável. Finalmente, para a amostra tratada a 1000°C , aparecem bandas adicionais na região de $900\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$, indicando uma transformação de fase e a consolidação de uma estrutura cristalina mais estável, compatível com o pleno desenvolvimento das fases de alta temperatura do pentóxido de níbio.¹⁹

A Figura 5 mostra a morfologia das nanopartículas de Nb_2O_5 , sintetizadas por precipitação e submetidas a tratamento térmico a 550°C . A observação por MEV revela a presença de partículas esféricas, indicando uma certa uniformidade no tamanho e na forma das partículas. Um tamanho uniforme e uma distribuição homogênea são desejáveis para garantir uma resposta ótima à luz incidente e, consequentemente, uma eficiência fotovoltaica mais consistente. O método de síntese, assim como os precursores utilizados e os tratamentos térmicos em diferentes temperaturas, influenciam diretamente na cristalinidade, morfologia e estrutura do material, levando-se em consideração o polimorfismo do Nb_2O_5 . O método utilizado neste artigo demonstra eficiência na obtenção do material, além de promover a formação de partículas esféricas e uniformes, comparativamente a outras rotas de síntese mencionadas anteriormente.^{21,25}

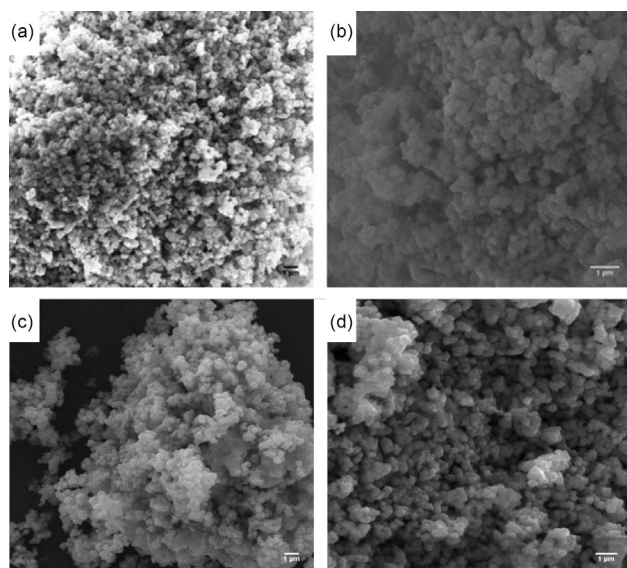


Figura 5. Imagens de Microscopia eletrônica de varredura das amostras de Nb_2O_5 obtidas por: (a) e (b) precipitação e tratamento térmico a 550°C ; (c) e (d) precipitação seguida de tratamento hidrotérmico e tratamento térmico a 550°C

Observou-se, nas Figuras 5(c) e 5(d), as nanopartículas de Nb_2O_5 sintetizadas por precipitação e seguido de tratamento hidrotérmico e tratamento térmico a 550°C . As micrografias confirmam a presença de partículas aglomeradas, pequenas e de tamanho uniformes, com morfologia esférica. Estes resultados são significativos, pois as partículas esféricas tendem a ter uma área superficial mais alta, o que pode favorecer a absorção de luz solar em células fotovoltaicas, maximizando assim a eficiência de conversão de energia.

Jin *et al.* (2014) indicam que a alta área de superfície específica e a presença de poros resultam em uma maior capacidade de adsorção de corante e dispersão da luz, o que contribui para o aumento da eficiência na captação de luz, e consequentemente, melhorando a fotocorrente.²⁵

A Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS) foi empregada para fornecer informações detalhadas sobre os elementos presentes na amostra, permitindo a determinação da composição química relativa em termos de percentagem de massa, conforme a Tabela 4. O alto teor de níbio indica que a síntese foi bem-sucedida na produção do composto desejado. A presença significativa de oxigênio também é esperada, uma vez que o oxigênio está presente nos precursores utilizados na síntese, como o oxalato amoniacal de níbio e o peróxido de hidrogênio, uma vez que o objetivo da síntese é produzir Nb_2O_5 .

O método de síntese empregado desempenhou papel central na obtenção das propriedades estruturais e funcionais do Nb_2O_5 , tanto com o método de aquecimento, quanto ao hidrotérmico, demonstrando ser uma rota promissora frente a outras estratégias presentes na literatura. A eficiência e reprodutibilidade dessa abordagem abrem caminhos para futuras aplicações em dispositivos optoeletrônicos, armazenamento de energia e tecnologias sustentáveis.

Tabela 4. Percentual em massa dos elementos que compõe a amostra de Nb_2O_5 por síntese de precipitação e tratamento térmico a 550°C e Nb_2O_5 com tratamento hidrotérmico e tratamento térmico a 550°C por análise por energia dispersiva (EDS)

Amostra	Nb (%)	O (%)
$\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-aq}$	61	37
$\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-HT}$	48	31

4. Conclusão

Nanopartículas de Nb_2O_5 foram sintetizadas com sucesso utilizando duas metodologias distintas propostas neste trabalho: precipitação e precipitação seguida de tratamento hidrotérmico. As análises utilizadas confirmaram a formação da fase cristalina hexagonal em ambas as metodologias, com um aumento significativo na cristalinidade após o tratamento térmico. Comparando os espectros de

infravermelho das duas amostras, observa-se que ambos os métodos de síntese resultaram em materiais com características estruturais bastante próximas, evidenciadas pelas semelhanças das bandas espectrais. A microscopia eletrônica de varredura revelou que ambos os métodos produziram partículas esféricas de tamanho uniforme, uma característica desejável para aplicações fotovoltaicas e entre outras também, devido à maior área superficial que favorece a absorção de luz e na construção de dispositivos diversos. Esses resultados reforçam o potencial do Nb_2O_5 como um material alternativo e eficiente para a indústria fotovoltaica, especialmente considerando o contexto do Brasil, que possui uma das maiores reservas de níbio do mundo. Destaca-se, portanto, a relevância dos métodos de síntese empregados, que demonstrou ser uma rota eficiente, reprodutível e com elevado controle estrutural e morfológico. Essa abordagem se mostra promissora não apenas para a produção de Nb_2O_5 de alta qualidade, mas também como base tecnológica para o desenvolvimento de materiais avançados voltados a aplicações em energias limpas e sustentáveis. A continuidade desta pesquisa, com foco em otimizar as condições de síntese e explorar outras aplicações do Nb_2O_5 , pode contribuir significativamente para o avanço de tecnologias inovadoras e ambientalmente responsáveis.

Agradecimentos

À Universidade Federal de Uberlândia (UFU) pelas medidas de MEV realizadas para este trabalho. À Faculdade UNA de Catalão, por ceder espaço e equipamentos para a realização de parte desta pesquisa. Ao Programa de Pós Graduação em Química em Associação da Universidade Federal de Catalão. À CAPES pela bolsa concedida e pelo acesso aos artigos pelo portal periódicos (código de financiamento 001).

Contribuições do Autor

No processo de elaboração do manuscrito, as contribuições dos autores foram descritas conforme a taxonomia CRediT (Contributor Roles Taxonomy). Ana Paula Aparecida Borges contribuiu com a concepção do estudo (Conceptualization), curadoria de dados (Data Curation), investigação (Investigation), desenvolvimento e aplicação de software (Software), visualização dos dados (Visualization), redação do rascunho original (Writing – Original Draft) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Jocélia Pereira de Carvalho Oliveira contribuiu com a disponibilização de recursos (Resources), validação dos dados (Validation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Murillo Henrique de Matos

Rodrigues participou da investigação (Investigation), validação (Validation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Maria Fernanda do Carmo Gurgel atuou na validação (Validation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Jakelini de Jesus Marques contribuiu com investigação (Investigation), validação (Validation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Ana Carolina Boacina de Freitas participou da investigação (Investigation), validação (Validation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing). Por fim, Mario Godinho Junior foi responsável pela aquisição de financiamento (Funding Acquisition), análise formal (Formal Analysis), administração do projeto (Project Administration), além de contribuir com investigação (Investigation) e redação, revisão e edição (Writing – Review & Editing).

Referências Bibliográficas

1. Pang, R.; Wang, Z.; Li, J.; Chen, K.; Polymorphs of Nb_2O_5 Compound and Their Electrical Energy Storage Applications. *Materials* **2023**, *16*, 6956. [Crossref]
2. Kittel, C.; *Introduction to Solid State Physics*, 8th ed.; Wiley: New York, 2004.
3. Tsai, M. H.; Shih, C. J.; Chang, C. W.; Chu, Y. T.; Wu, Y. S.; Huang, C. L.; Resistive switching properties of Mn-doped amorphous Nb_2O_5 thin films for resistive RAM application. *Materials Science in Semiconductor Processing* **2022**, *152*, 107059. [Crossref]
4. Shepa, I.; Mudra, E.; Capkova, D.; Kovalcikova, A.; Petrus, O.; Kromka, F.; Milkovic, O.; Antal, V.; Balaz, M.; Lisnichuk, M.; Behunova, D. M.; Zalka, D.; Dusza, J.; Porous Nb_2O_5 nanofibers prepared via reactive needle-less electrospinning for application in lithium–sulfur batteries. *Inorganics* **2023**, *11*, 456. [Crossref]
5. Gómez, C. D.; Rodríguez-Páez, J. E.; The effect of the synthesis conditions on structure and photocatalytic activity of Nb_2O_5 nanostructures. *Processing and Application of Ceramics* **2018**, *12*, 218. [Crossref]
6. Leite, E. R.; Vila, C.; Bettini, J.; Longo, E.; Synthesis of niobia with controlled morphology. *Journal of Physical Chemistry B* **2006**, *110*, 18088. [Crossref]
7. Zhang, Y.; Zhao, H.; Zhao, X.; Lin, J.; Li, N.; Huo, Z.; Yan, Z.; Zhang, M.; Hu, S.; Narrow-bandgap Nb_2O_5 nanowires with enclosed pores as high-performance photocatalyst. *Science China Materials* **2018**, *62*, 203. [Crossref]
8. Rani, N.; Ahlawat, R.; Structural and optical properties of $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ powder prepared by sol-gel method. *AIP Conference Proceedings* **2020**, *2265*, 030128. [Crossref]
9. Viomar, A.; Maia, G. A. R.; Scremin, F. R.; Khalil, N. M.; Cunha, M. T.; Antunes, A. C.; Rodrigues, P. R. P.; Influência do método de obtenção de partículas de Nb_2O_5 empregadas

- em células solares sensibilizadas por corante compostas de $\text{TiO}_2/\text{Nb}_2\text{O}_5$. *Revista Virtual de Química* **2016**, 8, 889. [[Crossref](#)]
10. Ko, E. I.; Weissman, J. G.; Structures of niobium pentoxide and their implications on chemical behavior. *Catalysis Today* **1990**, 8, 27. [[Crossref](#)]
11. Nowak, I.; Ziolk, M.; Niobium compounds: preparation, characterization, and application in heterogeneous catalysis. *Chemical Reviews* **1999**, 99, 3603. [[Crossref](#)]
12. Nico, C.; Monteiro, T.; Graça, M. P. F.; Niobium oxides and niobates: physical properties, review and prospects. *Progress in Materials Science* **2016**, 80, 1. [[Crossref](#)]
13. Schäfer, H.; Gruehn, R.; Schulte, F.; The modifications of niobium pentoxide. *Angewandte Chemie International Edition in English* **1966**, 5, 40. [[Crossref](#)]
14. Rani, R. A.; Zoofakar, A. S.; O'Mullane, A. P.; Austin, M. W.; Kalantar-Zadeh, K.; Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: fundamental properties, synthesis methods and applications. *Journal of Materials Chemistry A* **2014**, 2, 15683. [[Crossref](#)]
15. Ok, M. R.; Ghosh, R.; Brennaman, M. K.; Lopez, R.; Meyer, T. J.; Samulski, E. T.; Surface patterning of mesoporous niobium oxide films for solar energy conversion. *ACS Applied Materials & Interfaces* **2013**, 5, 3469. [[Crossref](#)]
16. Beedri, N. I.; Baviskar, P. K.; Supekar, A. T.; Inamuddin; Jadkar, S. R.; Pathan, H. M.; Bilayered $\text{ZnO}/\text{Nb}_2\text{O}_5$ photoanode for dye sensitized solar cell. *International Journal of Modern Physics B* **2018**, 32, 1840046. [[Crossref](#)]
17. Tai, L.-W.; Anderson, H. U.; Lessing, P. A.; Mixed-cation oxide powders via resin intermediates derived from a water-soluble polymer. *Journal of the American Ceramic Society* **1992**, 75, 3490. [[Crossref](#)]
18. Wang, X.; Chen, G.; Zhou, C.; Yu, Y.; Wang, G.; N-doped Nb_2O_5 sensitized by carbon nitride polymer: synthesis and high photocatalytic activity under visible light. *European Journal of Inorganic Chemistry* **2012**, 2012, 1742. [[Crossref](#)]
19. Jehng, J. M.; Wachs, I. E.; Structural chemistry and Raman spectra of niobium oxides. *Chemistry of Materials* **1991**, 3, 100. [[Crossref](#)]
20. Lopes, O. F.; Paris, E. C.; Ribeiro, C.; Synthesis of Nb_2O_5 nanoparticles through the oxidant peroxide method applied to organic pollutant photodegradation: a mechanistic study. *Applied Catalysis B: Environmental* **2014**, 144, 800. [[Crossref](#)]
21. Raba, A. M.; Bautista-Ruiz, J.; Joya, M. R.; Synthesis and structural properties of niobium pentoxide powders: a comparative study of the growth process. *Materials Research* **2016**, 19, 1381. [[Crossref](#)]
22. Al-Marri, A. H.; Janene, F.; Moulahi, A.; Mogharbel, A. T.; Al-Farraj, E. S.; Al-Mohaimeed, A. M.; Mjejri, I.; Enhanced photocatalytic properties of $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{rGO}$ for the degradation of methylene blue. *Ionics* **2023**, 29, 5505. [[Crossref](#)]
23. Qu, X.; Liu, Y.; Li, B.; Xing, B.; Huang, G.; Zhao, H.; Jiang, Z.; Zhang, C.; Hong, S. W.; Cao, Y.; Nanostructured T- Nb_2O_5 -based composite with reduced graphene oxide for improved performance lithium-ion battery anode. *Journal of Materials Science* **2020**, 55, 13062. [[Crossref](#)]
24. Herval, L. K. S.; von Dreifus, D.; Rabelo, A. C.; Rodrigues, A. D.; Pereira, E. C.; Gobato, Y. G.; Oliveira, A. J. A.; Godoy, M. P. F.; The role of defects on the structural and magnetic properties of Nb_2O_5 . *Journal of Alloys and Compounds* **2015**, 653, 358. [[Crossref](#)]
25. Jin, X.; Liu, C.; Xu, J.; Wang, Q.; Chen, D.; Size-controlled synthesis of mesoporous Nb_2O_5 microspheres for dye-sensitized solar cells. *RSC Advances* **2014**, 4, 35546. [[Crossref](#)]