

**CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA DO ÓXIDO DE CÉRIO (CeO<sub>2</sub>) OBTIDO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE SÍNTESE.**Otto M. A. Cordeiro<sup>1</sup> (IC), Francisco M. Filho (PQ)<sup>1</sup><sup>1</sup>Universidade Federal de Itajubá.**Palavras-chave:** Capacitância. Dilatometria. Filmes Finos. Síntese Hidrotermal por Micro-ondas. Tempo de Síntese. Termogravimetria.**Introdução**

Este estudo continuado investiga as características elétricas das nanoestruturas óxido de cério (CeO<sub>2</sub>), obtido pelo método hidrotermal assistido por micro-ondas (HAM), utilizando tempos de síntese de 16, 24 e 32 minutos e a influência do tempo de síntese em suas propriedades elétricas. A caracterização foi realizada em pastilhas sinterizadas a 1000°C (mil graus Célsius) através de testes tensão – corrente (V – I). A curva V–I apresentou comportamento não linear, com tendência logarítmica em todos os casos. O tempo de síntese mostrou não ter grande influência sobre as propriedades do material, o que informa que um menor tempo de síntese pode ser utilizado sem consequências negativas. O tipo de curva obtido por V – I indica uma possível aplicação como varistor para o CeO<sub>2</sub>. O fato do material ter sido produzido pelo método HAM não trouxe prejuízos às suas qualidades, o que demonstra a capacidade do uso do micro-ondas para a redução do tempo de síntese e consequente diminuição do custo energético.

**Metodologia**

Nos anos anteriores foi realizada ampla revisão bibliográfica e foram feitas as sínteses do nanomaterial utilizando o método HAM com temperatura de síntese de 100°C utilizando tempos de síntese de 16, 24 e 32 minutos. Em seguida, realizaram-se caracterizações ópticas, morfológicas e estruturais.

Foi realizado teste de Termogravimetria com rampa de 5° C/min até a temperatura de 980° C para indicar a temperatura de calcinação.

Neste ano foram prensadas pastilhas de CeO<sub>2</sub> e as mesmas foram submetidas à pressão isostática de 200MPa (duzentos mega Pascal) (Figura 1) e submetidas

a tratamento térmico por 2 h, com rampa de aquecimento de 5 °C/min, até atingir a temperatura de sinterização de 1000 °C (Figura 2), indicada por teste de dilatometria no ano anterior [1].



Figura 1 – À esquerda, forma para pastilha e, à direita, prensa isostática.



Figura 2 – Forno utilizado para a sinterização.

Suas medidas foram meticulosamente aferidas via balança analítica e paquímetro, com coleta da massa e medidas de diâmetro e espessura, assim como aferição do volume via empuxo (Arquimedes) [3].

As pastilhas sinterizadas foram então

“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”

planificadas e polidas com uso de lixa de granulação 1000 para então ser depositada uma fina camada de ouro em suas faces via *spotering* [4].



Figura 3 – *Spotering* aberta com pastilhas banhadas a ouro.

Eletrodos foram conectados às superfícies das pastilhas, que em seguida foram submetidas caracterização elétrica em fonte controlada de corrente contínua (Figura 4), onde foi aplicada tensão de -100 V a +100 V, com incremento de 0,1 V, para avaliação da corrente elétrica em função da tensão, teste V – I, com coleta da nuvem de pontos em arquivo texto [5].

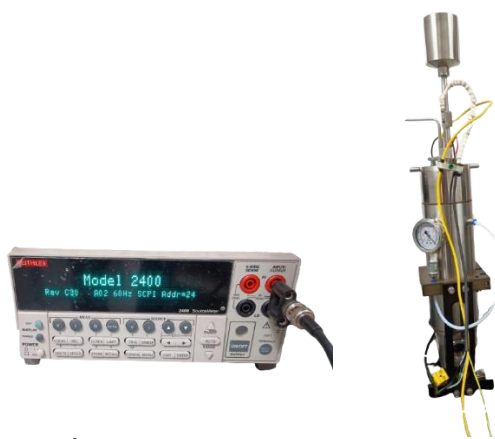


Figura 4 – À esquerda, fonte controlada DC e, à direita, criostato.

Todos os dados obtidos foram representados em gráficos para a avaliação das propriedades da nanoestrutura da Céria obtida em cada tempo de síntese.

### Resultados e discussão

Os testes de Termogravimetria, demonstrados no gráfico da figura 5, indicaram a dispensa da etapa de calcinação por não haver resíduos orgânicos no material [2].

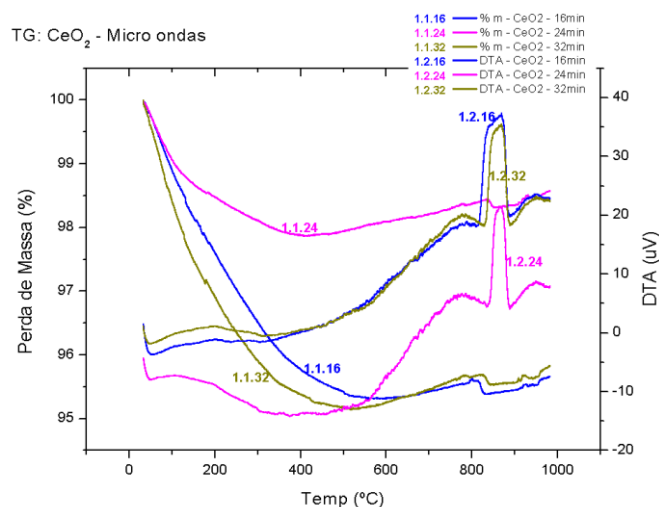


Figura 5 – Gráfico do teste de Termogravimetria.

As curvas V–I, demonstradas de forma sobreposta no gráfico da figura 6, apresentaram comportamento não linear em todas as amostras, com tendência logarítmica.

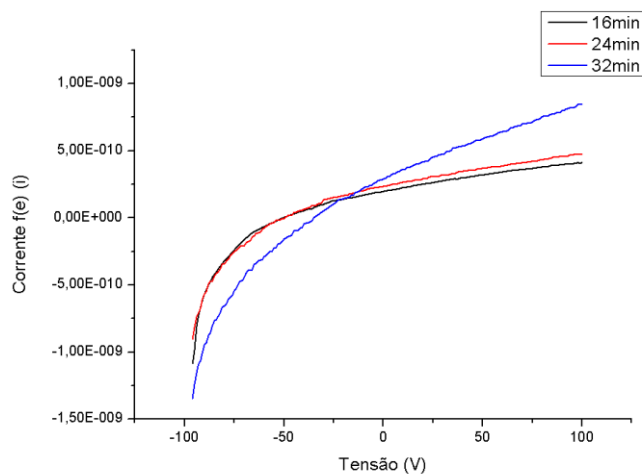


Figura 6 – Curva Tensão – Corrente (V – I) com os dados sobrepostos para as curvas de 16, 24 e 32 minutos.

As medidas apresentassem resultados consistentes e conclusivos.

Assim como os dados de corrente e resistência em função da tensão, a densidade dos materiais não se distribuiu de forma linear, tendo a amostra de 24min absorvido mais água, tendo mais porosidade aparente e sendo mais densa que as demais nos testes de densidade por empuxo

## “Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”

(Arquimedes), conforme indicado no gráfico da figura 7.

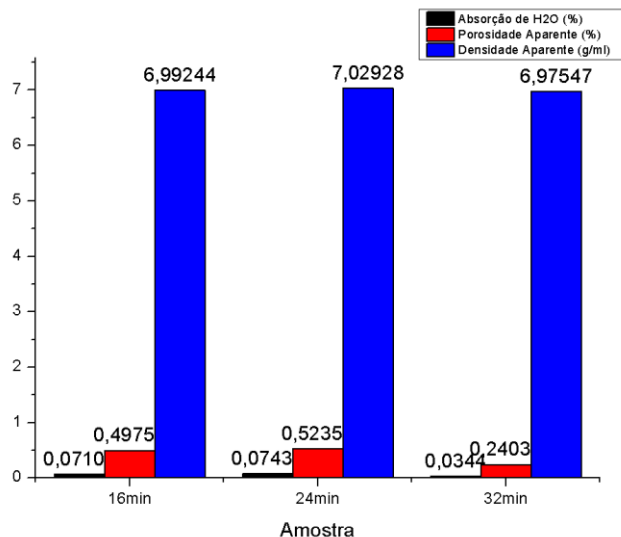


Figura 7 – Absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente por amostra.

### Conclusões

Os resultados obtidos indicam a possível aplicação do óxido de cério nanoestruturado como varistor, porém, este é um estudo continuado e mais testes serão feitos.

Ao longo do próximo ano de pesquisa serão realizados testes de capacitância, assim como resistência elétrica em função da temperatura e atmosfera modificada, além da comparação com o material dopado em diferentes compostos.

### Agradecimentos

Meus pais e meu filho sempre acreditaram que eu faria alguma diferença em uma universidade com centro de pesquisa e, mesmo com muitas dificuldades, foram as primeiras pessoas a me incentivar a investir todo o meu tempo e conhecimento nesta academia, sendo então responsáveis diretos por meus resultados nela.

Igualmente agradeço agora por este divisor de águas na minha vida acadêmica e profissional que foi o contato direto com os procedimentos e equipamentos de pesquisa científica, de forma rigorosa e objetiva, ainda que leve e confortável. Primeiramente ao meu orientador e grande mentor, o Pós - Doutor Francisco Moura Filho, coordenador da pesquisa e quem me guiou em todos os momentos, sempre de forma profissional e lúdica.

Agradeço também aos meus co-mentores, Clécio, Dr. Hugo, Daniel, Dr. Jordânio, Aislan e Matías, que me deram direcionamentos e *insights* importantíssimos em todas as etapas do processo e ainda foram ombros amigos em momentos difíceis.

Meus agradecimentos especiais aos meus colegas de iniciação científica que contribuíram com paciência invejável para a realização deste trabalho como um todo. Ana e Maria, sem vocês não teria sido possível!

É importantíssimo reconhecer a imprescindível participação das instituições de fomento à pesquisa e ensino, nas mais diversas esferas da administração pública: ao Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados (LIMAv) pela infraestrutura laboratorial inigualável, à Universidade Federal de Itajubá - Campus Theodomiro Carneiro Santiago (UNIFEI - Itabira), à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), ao Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC) à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Ensino Superior (CAPES) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo amplo e coeso apoio estrutural e financeiro fornecido durante o referido projeto de Iniciação Científica. Suas contribuições, em todos os níveis, foram fundamentais para o sucesso desta pesquisa.

### Referências

- [1] VAZ, I. C. F.; et al. **Effect synthesis time of CeO<sub>2</sub> nanoparticles by microwave-assisted hydrothermal as a sensing device on CO gas sensitivity.** *Materials Research*, v. 26, e20220622, 2023. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/mr/a/QXSGYbSGrcDDT59KpzQgZcH/?format=html&lang=en/>. Acesso em: 23 ago. 2025.
- [2] MACCHI, C.; PROCÓPIO, A. M. S.; ROCHA, L. S. R.; et al. **Electric properties change during morphological evolution of CeO<sub>2</sub> nanostructures: synergy between bulk and surface defects.** *ACS Omega*, v. 9, n. 41, p. 42172–42182, 2024. doi:10.1021/acsomega.4c03210. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC11483379/>. Acesso em: 23 ago. 2025.
- [3] AHMAD, F. H.; HASSAN, Z.; LIM, W. F.; et al. **Metal-organic decomposed cerium oxide thin film in mixed ambient at different temperatures for MOS capacitor.** *Sustainable Materials and Technologies*, v. 35, e00556, 2023. doi:10.1016/j.susmat.2022.e00556. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214993722001701>. Acesso em: 23 ago. 2025.
- [4] KAPUŚCIK, P.; WOJCIESZAK, D.; POKORA, P.; et al. **Low temperature hydrogen sensor with high sensitivity based on CeOx thin film.** *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 417, 136148, 2024. doi:10.1016/j.snb.2024.136148. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400524008785>. Acesso em: 23 ago. 2025.
- [5] NALLABALA, N. K. R.; KUMMARA, V. V. K.; CHINNAPPA, Y.; et al. **A study on annealing process influenced electrical properties of Ni/CeO<sub>2</sub>/p-Si/Al Schottky barrier diodes.** *Macromolecular Symposia*, v. 398, n. 1, e2000228, 2021. DOI: 10.1002/masy.202000228. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/masy.202000228>. Acesso em: 23 ago. 2025.