

# MEIO AMBIENTE, SUSTENTABILIDADE E AGROECOLOGIA 4

Tayronne de Almeida Rodrigues  
João Leandro Neto  
Dennyura Oliveira Galvão  
(Organizadores)

 **Atena**  
Editora

Ano 2019

**Tayronne de Almeida Rodrigues**  
**João Leandro Neto**  
**Dennyura Oliveira Galvão**  
(Organizadores)

# **Meio Ambiente, Sustentabilidade e Agroecologia 4**

Atena Editora  
2019

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Lorena Prestes e Geraldo Alves

Revisão: Os autores

#### Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas  
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília  
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa  
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná  
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista  
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia  
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria  
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia  
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice  
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense  
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins  
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte  
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão  
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará  
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista  
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará  
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas  
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande  
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

M514 Meio ambiente, sustentabilidade e agroecologia 4 [recurso eletrônico]  
/ Organizadores Tayronne de Almeida Rodrigues, João Leandro Neto, Dennyura Oliveira Galvão. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (Meio Ambiente, Sustentabilidade e Agroecologia; v. 4)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-7247-330-9

DOI 10.22533/at.ed.309191604

1. Agroecologia – Pesquisa – Brasil. 2. Meio ambiente – Pesquisa – Brasil. 3. Sustentabilidade. I. Rodrigues, Tayronne de Almeida. II. Leandro Neto, João. III. Galvão, Dennyura Oliveira. IV. Série.

CDD 630

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

## APRESENTAÇÃO

A obra Meio Ambiente, Sustentabilidade e Agroecologia vem tratar de um conjunto de atitudes, de ideias que são viáveis para a sociedade, em busca da preservação dos recursos naturais.

Em sua origem a espécie humana era nômade, e vivia integrada a natureza, sobreviviam da caça e da colheita. Ao perceber o esgotamento de recursos na região onde habitavam, migravam para outra área, permitindo que houvesse uma reposição natural do que foi destruído. Com a chegada da agricultura o ser humano desenvolveu métodos de irrigação, além da domesticação de animais e também descobriu que a natureza oferecia elementos extraídos e trabalhados que podiam ser transformados em diversos utensílios. As pequenas tribos cresceram, formando cidades, reinos e até mesmo impérios e a intervenção do homem embora pareça benéfica, passou a alterar cada vez mais negativamente o meio ambiente.

No século com XIX as máquinas a vapor movidas a carvão mineral, a Revolução Industrial mudaria para sempre a sociedade humana. A produção em grande volume dos itens de consumo começou a gerar demandas e com isso a extração de recursos naturais foi intensificada. Até a agricultura que antes era destinada a subsistência passou a ter larga escala, com cultivos para a venda em diversos mercados do mundo. Atualmente esse modelo de consumo, produção, extração desenfreada ameaça não apenas a natureza, mas sua própria existência. Percebe-se o esgotamento de recursos essenciais para as diversas atividades humanas e a extinção de animais que antes eram abundantes no planeta. Por estes motivos é necessário que o ser humano adote uma postura mais sustentável.

A ONU desenvolveu o conceito de sustentabilidade como desenvolvimento que responde as necessidades do presente sem comprometer as possibilidades das gerações futuras de satisfazer seus próprios anseios. A sustentabilidade possui quatro vertentes principais: ambiental, econômica, social e cultural, que trata do uso consciente dos recursos naturais, bem como planejamento para sua reposição, bem como no reaproveitamento de matérias primas, no desenvolvimento de métodos mais baratos, na integração de todos os indivíduos na sociedade, proporcionando as condições necessárias para que exerçam sua cidadania e a integração do desenvolvimento tecnológico social, perpetuando dessa maneira as heranças culturais de cada povo. Para que isso ocorra as entidades e governos precisam estar juntos, seja utilizando transportes alternativos, reciclando, incentivando a permacultura, o consumo de alimentos orgânicos ou fomentando o uso de energias renováveis.

No âmbito da Agroecologia apresentam-se conceitos e metodologias para estudar os agroecossistemas, cujo objetivo é permitir a implantação e o desenvolvimento de estilos de agricultura com maior sustentabilidade, como bem tratam os autores desta obra. A agroecologia está preocupada com o equilíbrio da natureza e a produção de alimentos sustentáveis, como também é um organismo vivo com sistemas integrados

entre si: solo, árvores, plantas cultivadas e animais.

Ao publicar esta obra a Atena Editora, mostra seu ato de responsabilidade com o planeta quando incentiva estudos nessa área, com a finalidade das sociedades sustentáveis adotarem a preocupação com o futuro. Tenham uma excelente leitura!

Tayronne de Almeida Rodrigues

João Leandro Neto

Dennyura Oliveira Galvão

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
SYNTHESIS OF TRANSITION METAL NITRIDE AT LOW TEMPERATURE FROM COMPLEXED PRECURSOR	
Rayane Ricardo da Silva Carlson Pereira de Souza André Luís Lopes Moriyama	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916041</b>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>8</b>
TÉCNICAS ASSOCIADAS DE REMEDIAÇÃO DE CONTAMINAÇÃO DA ÁGUA E DO SOLO POR HIDROCARBONETOS: ESTUDO DE CASO EM POSTO DE COMBUSTÍVEL	
José Eduardo Taddei Cardoso Paulo Cesar Lodi Ana Maria Taddei Cardoso de Barros	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916042</b>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>17</b>
TÉCNICAS DE MANEJO PARA RECUPERAÇÃO DE POMAR DE CUPUAÇUZEIRO COM HISTÓRICO DE ALTA INFESTAÇÃO DA DOENÇA VASSOURA-DE-BRUXA	
Hyanameyka Evangelista de Lima Primo Teresinha Silveira Costa Albuquerque Alcides Galvão dos Santos Rosiere Fonteles de Araújo Ezequiel Souza Queiroz Raimundo Silva Araújo	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916043</b>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>26</b>
TELECONEXÕES ENTRE O EL NIÑO OSCILAÇÃO SUL E O MODO ANULAR AUSTRAL EM EVENTOS EXTREMOS DE ONDA NAS REGIÕES OCEÂNICAS SUL E SUDESTE DO BRASIL	
Luthiene Alves Dalanhese Thaís Lobato Sarmento André Luiz Belém	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916044</b>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>38</b>
TOPOSLICER® SOFTWARE FOR BIOINSPIRATION USING DOD INKJET PRINTING: FROM AFM IMAGE OF LEAFS TEMPLATES TO A PVB REPLICA OF NON-WETTING SURFACES	
Rosely Santos de Queiroz Elibe Silva Souza Negreiros Sílvio Barros de Melo Severino Alves Júnior Petrus d'Amorim Santa Cruz Oliveira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916045</b>	

**CAPÍTULO 6 ..... 45**

**UTILIZAÇÃO DO SOFTWARE PROSIMPLUS® PARA SIMULAÇÃO DE UMA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO CONVENCIONAL**

Tatiana da Silva Sant'Ana  
Thaís Cardozo Almeida  
Sávio de Meneses Leite Asevedo  
Isabella Muniz Monteiro Neves  
Elisa Barbosa Marra  
Camilla Rocha de Oliveira Fontoura  
Moisés Teles Madureira  
Cristiane de Souza Siqueira Pereira

**DOI 10.22533/at.ed.3091916046**

**CAPÍTULO 7 ..... 54**

**REMOÇÃO DE CIANOTOXINAS DE ÁGUA DE ABASTECIMENTO PÚBLICO POR ADSORÇÃO EM CARVÃO ATIVADO**

Maria Virgínia da Conceição Albuquerque  
Amanda da Silva Barbosa Cartaxo  
Ana Alice Quintans de Araújo  
Regina Wanessa Geraldo Cavalcanti Lima  
Kely Dayane Silva do Ó  
Wilton Silva Lopes

**DOI 10.22533/at.ed.3091916047**

**CAPÍTULO 8 ..... 65**

**REMOÇÃO DE EFLUENTE AZUL DE METILENO A PARTIR DA INCLUSÃO DO ADSORVENTE FORMADO POR ÓXIDO DE GRAFITE MISTURADO EM AREIA**

Daniel Mantovani  
Aline Takaoka Alves Baptista  
Luís Fernando Cusioli  
Paulo Cardozo Carvalho Araújo  
Renan Araújo De Azevedo

**DOI 10.22533/at.ed.3091916048**

**CAPÍTULO 9 ..... 73**

**REPRODUÇÃO E PREFERÊNCIA DE *Callosobruchus maculatus* (FABRICIUS) (COLEOPTERA: BRUCHIDAE) SUBMETIDOS A EXTRATOS DE *Caesalpinia pyramidalis* Tul**

Delzuite Teles Leite  
Adcleia Pereira Pires  
Fabricio Chagas Sobrinho  
Claudia Oliveira dos Santos  
Edson Braz Santana

**DOI 10.22533/at.ed.3091916049**

**CAPÍTULO 10 ..... 79**

**SOLUÇÃO BIOTECNOLÓGICA APLICADA EM REDE DE TRANSPORTE DE ESGOTO PARA REDUÇÃO DE GÁS ODORÍFICO (H<sub>2</sub>S)**

Abraão Evangelista Sampaio  
Almira dos Santos França Carvalho  
Marylia Albuquerque Braga  
Marcius Guimarães Pinheiro de Lemos

**DOI 10.22533/at.ed.30919160410**

<b>CAPÍTULO 11</b> .....	<b>89</b>
PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS ARGILO-POLIMÉRICOS PARA O REUSO DE ÁGUA	
Roberto Rodrigues Cunha Lima Gabriela Medeiros dos Santos Paulla Beatriz França de Sousa Paulo Douglas Santos de Lima	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160411</b>	
<b>CAPÍTULO 12</b> .....	<b>101</b>
ANÁLISE DE FALHAS E RISCOS AMBIENTAIS: O USO DA FERRAMENTA FMEA NA IDENTIFICAÇÃO E AVALIAÇÃO DOS ASPECTOS E IMPACTOS AMBIENTAIS NO CAMPUS JOÃO PESSOA DO IFPB	
Jéssica Silva Ramalho Adriano Lucena da Silva Maria Deise da Dores Costa Duarte	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160412</b>	
<b>CAPÍTULO 13</b> .....	<b>111</b>
ANÁLISE DE EFICIENCIA DE UM COLETOR SOLAR PVT POR SIMULAÇÃO NUMÉRICA COM BASE NO MAPA SOLARIMETRICO DE MINAS GERAIS	
Geisiane Aparecida de Lima Fábio Moreira Teixeira Marcos Vinícius da Silva Rudolf Huebner Lucas Paglioni Pataro Faria	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160413</b>	
<b>CAPÍTULO 14</b> .....	<b>120</b>
ANÁLISE DE FOURIER PARA IDENTIFICAÇÃO DOS PERÍODOS DOMINANTES INTRADIÁRIOS DO FLUXO DE DIÓXIDO DE CARBONO NA FLORESTA DE TRANSIÇÃO EM SINOP-MT	
Stéfano Teixeira Silva Sergio Roberto de Paulo Adriel Martins Lima Leomir Batista Neres Ricardo Vanjura Ferreira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160414</b>	
<b>CAPÍTULO 15</b> .....	<b>134</b>
LEVANTAMENTO DAS ETNOVARIEDADES DE MANDIOCA ( <i>MANIHOT ESCULENTA CRANTZ</i> ) NOS ECOSISTEMAS DE TERRA FIRME NAS COMUNIDADES DO LAGO DO ANTÔNIO, PROJETO DE ASSENTAMENTO AGROEXTRATIVISTA SÃO JOAQUIM –HUMAITÁ/AM	
Erika Micheilla Brasil Aurelio Diaz Sonia Maria Bezerra	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160415</b>	



<b>CAPÍTULO 16</b> .....	<b>141</b>
MONITORAMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE DIÓXIDO DE NITROGÊNIO NA ATMOSFERA POR AMOSTRAGEM PASSIVA COMO PARTE DA GESTÃO AMBIENTAL EM INSTITUIÇÃO DE ENSINO SUPERIOR	
Karina Stella da Silva Ferreira dos Santos Aurora Mariana Garcia de Franca Souza	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160416</b>	
<b>CAPÍTULO 17</b> .....	<b>148</b>
NANOGERADORES TRIBOELÉTRICOS: NOVOS DISPOSITIVOS PARA ENERGY HARVESTING	
Nilsa Toyoko Azana Pei Jen Shieh Talita Mazon Natanael Lopes Dias Antônio Carlos Camargo do Amaral	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160417</b>	
<b>CAPÍTULO 18</b> .....	<b>157</b>
NANOTUBOS DE TITANATO DE SÓDIO E NANOPARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO: SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO NA REMEDIAÇÃO DE EFLUENTESCONTENDO O CORANTE RODAMINA B	
Francisco Xavier Nobre Rosane dos Santos Bindá Elton Ribeiro da Silva Rodrigo Muniz de Souza José Milton Elias de Matos Lizandro Manzato Yurimiler Leyet Ruiz Walter Ricardo Brito Paulo Rogério da Costa Couceiro	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160418</b>	
<b>CAPÍTULO 19</b> .....	<b>175</b>
CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL EM HIDROXIAPATITA COMERCIAL E SINTETIZADA PELO MÉTODO SOL-GEL UTILIZANDO CASCA DE OVO DE GALINHA COMO PRECURSOR	
Marcelo Vitor Ferreira Machado José Brant de Campos Marilza Sampaio Aguiar Vitor Santos Ramos	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160419</b>	
<b>CAPÍTULO 20</b> .....	<b>184</b>
BATERIAS LI-O <sub>2</sub> E A INFLUÊNCIA DE ESTRUTURAS CATALÍTICAS AO ELETRODO DE OXIGÊNIO	
Gustavo Doubek Leticia Frigerio Cremasco André Navarro de Miranda Lorrane Cristina Cardozo Bonfim Oliveira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160420</b>	

<b>CAPÍTULO 21</b> .....	<b>197</b>
BIOSENSORES À BASE DE ÓXIDOS METÁLICOS TRANSPARENTES: TRANSISTORES DE EFEITO DE CAMPO (FETS) E NANOFIOS	
Cleber Alexandre de Amorim Kate Cristina Blanco Ivani Meneses Costa Adenilson José Chiquito	
<b>DOI 10.22533/at.ed.30919160421</b>	
<b>CAPÍTULO 22</b> .....	<b>214</b>
CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E TÉRMICAS DE BLENDA POLIMÉRICAS DE PHBV COM ELASTÔMEROS	
Fernanda Menezes Thais Ferreira da Silva Fábio Roberto Passador Ana Paula Lemes	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916042122</b>	
<b>CAPÍTULO 23</b> .....	<b>227</b>
CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE FRUTOS DE TAMARILHO EM FUNÇÃO DO ENSACAMENTO	
Fábio Oseias dos Reis Silva José Darlan Ramos Nathalia Vállery Tostes Iago Reinaldo Cometti Alexandre Dias da Silva Letícia Gabriela Ferreira de Almeida Renata Amato Moreira Miriã Cristina Pereira Fagundes Verônica Andrade dos Santos Giovani Maciel Pereira Filho	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916042123</b>	
<b>CAPÍTULO 24</b> .....	<b>233</b>
CARACTERIZAÇÃO BIOMÉTRICA E QUALIDADE FISIOLÓGICA EM SEMENTES DE JACARANDÁ-DA-BAHIA ( <i>Dalbergia nigra</i> (VELL.) FR. ALL. EX BENTH.)	
Tatiana Reis dos Santos Bastos Jacqueline Rocha Santos Cleidiane Barbosa dos Santos Jerffson Lucas Santos Otoniel Magalhães Morais	
<b>DOI 10.22533/at.ed.3091916042124</b>	
<b>CAPÍTULO 25</b> .....	<b>239</b>
ESTUDO COMPARATIVO DE PEROVSKITAS CATALÍTICAS OBTIDAS POR MÉTODOS QUÍMICOS MOLHADOS PARA CONVERSÃO DOS COV'S	
Cássia Carla de Carvalho Anderson Costa Marques Alexandre de Souza Campos Felipe Olobardi Freire Filipe Martel de Magalhães Borges	

Juan Alberto Chavez Ruiz

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042125**

**CAPÍTULO 26 ..... 249**

**AVALIAÇÃO DE METAIS EM SEDIMENTOS DA MICRO BACIA TIETÊ BATALHA  
POR MEIO DO SISTEMA DE INFORMAÇÃO GEOGRÁFICA (SIG)**

Ana Maria Taddei Cardoso de Barros

Paulo Cesar Lodi

José Eduardo Taddei Cardoso

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042126**

**CAPÍTULO 27 ..... 261**

**AVALIAÇÃO DOS IMPACTOS AMBIENTAIS NA ZONA INDUSTRIAL DO MENDANHA,  
CAMPO GRANDE, RJ**

Ana Cláudia Pimentel de Oliveira

Alessandra Matias Alves

Aron da Silva Gusmão

Devyd de Oliveira da Silva

Tatiane Vieira de Menezes Coelho

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042127**

**CAPÍTULO 28 ..... 271**

**AVALIAÇÃO ECOTÓXICOLOGICA DE EFLUENTES NA ZONA INDUSTRIAL DE  
SANTA CRUZ, RJ**

Ana Cláudia Pimentel de Oliveira

Tatiane Vieira de Menezes Coelho

Sirléia Conceição de Medeiros

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042128**

**CAPÍTULO 29 ..... 283**

**INFLUENCE OF DIFFERENT PERCENTAGES OF ALUMINA ADDITION IN THE  
HIGH ENERGY BALL MILLING PROCESS OF THE AISI 52100 STEEL**

Bruna Horta Bastos Kuffner

Gilbert Silva

Carlos Alberto Rodrigues

Geovani Rodrigues

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042129**

**CAPÍTULO 30 ..... 290**

**ON THE ASSESSMENT OF DYE RETENTION IN QUARTZ-BASED CERAMIC  
POROUS MATERIAL BY OPTICAL FIBER SENSOR**

Marco César Prado Soares

Murilo Ferreira Marques Santos

Egont Alexandre Schenkel

Beatriz Ferreira Mendes

Gabriel Perli

Samuel Fontenelle Ferreira

Eric Fujiwara

Carlos Kenichi Suzuki

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042130**

<b>CAPÍTULO 31 .....</b>	<b>296</b>
<b>APLICAÇÃO DE ÓXIDOS CONDUTORES TRANSPARENTES PARA DETECÇÃO DE PRODUTOS ENZIMÁTICOS MICROBIANOS</b>	

Cleber Alexandre de Amorim  
Kate Cristina Blanco

**DOI 10.22533/at.ed.3091916042131**

<b>SOBRE OS ORGANIZADORES.....</b>	<b>311</b>
------------------------------------	------------

## SYNTHESIS OF TRANSITION METAL NITRIDE AT LOW TEMPERATURE FROM COMPLEXED PRECURSOR

### **Rayane Ricardo da Silva**

Department of Graduation in Materials Science and Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brazil.

### **Carlson Pereira de Souza**

Department of Graduation in Chemical Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brazil.

### **André Luís Lopes Moriyama**

Department of Graduation in Chemical Engineering, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brazil.

**ABSTRACT:** Niobium nitride (NbN) nanomaterials were successfully synthesized via gas solid reaction from oxalic niobium precursor. The effects of synthesis conditions of crystalline NbN, including reaction temperature, reaction time and quantities of precursors, were systematically investigated. The synthesized samples were characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscopy. It was observed that with the increase of the flow rate and isotherm time the phase change of niobium oxide to niobium nitride occurs. We further showed that reduction precursor mass favored the formation single-phase of the NbN. The morphology of the calcined powders consists of agglomerated nanoparticles 30 to 60 nm crystallite size.

**KEYWORDS:** Niobium nitride, gas solid reaction, single-phase, precursor mass.

## 1 | INTRODUCTION

Transition metal nitrides have special physical and chemical properties that make them promising candidates for new technical applications. Among these nitrides, the niobium nitride stands out due to its high hardness, wear resistance, melting point and electrical conductivity [1,2].

Different methods are cited at literature to preparation the niobium nitride, as the mixture of metal chloride and sodium nitrate using the reaction technique on autogenous pressure and high temperature (RAPET) [3], sintering of the powder with temperature above 1300°C [4], benzene-thermal reaction of NbCl<sub>5</sub> and NaN<sub>3</sub> in autoclave [5] and using amorphous niobium pentoxide under the ammonia gas flow [6].

In this present study, we propose a new method of synthesis with the use of nontoxic gases, not yet reported in the literature for the production of nitrides. Niobium nitride was synthesized from the niobium oxalic complex. The use of this precursor was proposed because of its greater reactivity compared to the commercial niobium pentoxide. The synthesis

conditions interfered in the crystalline structure of the produced niobium nitride, in the grain size and in the purity related to the presence of its oxides.

## 2 | MATERIALS AND METHODS

### 2.1 Synthesis of the niobium oxalic precursor

The hydrated ammonium tris(oxalate) oxyniobate precursor was used as the main reagent for the synthesis of niobium nitride. For the precursor's preparation, initially the mixture of the  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (99,99%, CBMM, Brazil) and  $\text{KHSO}_4$  (99%, Synth) powders at 1:7wt. ratio was melted. The product fused was triturated and then kept under stirring and heating (65°C) in deionized water and  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  was formed. Subsequently, the material was filtered and washed with hot water to remove the potassium and sulfate ions. Then, the material was dissolved in an equimolar mixture of oxalic acid (99%, Synth) and ammonium oxalate (99%, Synth) at 1:3wt. ratio, under continuous heating until total evaporation of water. The resulting white powder was then dried in the oven for 24h at 80°C [7].

### 2.2 Synthesis of niobium nitride

The  $\text{H}_2$  was used as reducing gas,  $\text{N}_2$  as nitrogen source gas, and argon (Ar) the balance. The reaction between the precursor and the gases ( $\text{H}_2 + \text{N}_2$ ) was held on a fixed bed reactor placed inside a resistive furnace. A known amount of the precursor (1g or 2g) was used. The furnace was set to heat to 1100°C for 180min and 300min at a rate of 10°C.min<sup>-1</sup>, and the reacting mixture of gases containing 53%  $\text{N}_2$  and 47%  $\text{H}_2$  passed through the reactor on a flow set from 19.2L.h<sup>-1</sup> to 57.6L.h<sup>-1</sup>. After the reaction, the powder was allowed to cool to room temperature under a flow of Ar in substitution to the reacting gases.

### 2.3 Characterization of the materials obtained

Thermogravimetric and differential thermal analysis were performed on SDT-600 TA instrument. The sample was heated from room temperature to 800°C on a 10°C.min<sup>-1</sup> rate under 50ml.min<sup>-1</sup> of nitrogen flow. The samples crystalline structure was recorded by a Shimadzu-7000 XRD x-ray diffractometer equipped with CuK $\alpha$  radiation (30mA, 30kV,  $\lambda=1,5418\text{\AA}$ ). Morphologic characterization was held on a Vega 3 TM scanning electron microscopic (SEM) using 15kV.

## 3 | RESULTS AND DISCUSSION

Thermogravimetric curve of the precursor in Fig.1 (a) show two small mass

losses at 90°C and 175°C which correspond to typical dehydration, that are normally associated with recrystallization. From 175°C to 320°C occurs the greater loss of mass (approximately 42% of total loss of mass experienced by the precursor). That loss of mass takes place in two distinct rates that are easily identified by the two peaks on the derivative thermogravimetric curve. Those peaks point to the temperatures of 210°C and 255°C as the temperature of maximum rate of loss of mass. The first peak is attributed to the liberation of gaseous ammonia, and the second to CO/CO<sub>2</sub> liberation, as expected,



However, this step is not the decomposition of the precursor [8]. Then, this event is a desorption of the CO<sub>2</sub> gas, which was produced at low temperature and was adsorbed on the surface of the material. In the temperature above 610°C, correspond to stability and formation of the precursor. Further on, no other weight loss event can be noted, and one can say that all volatile matter was eliminated.

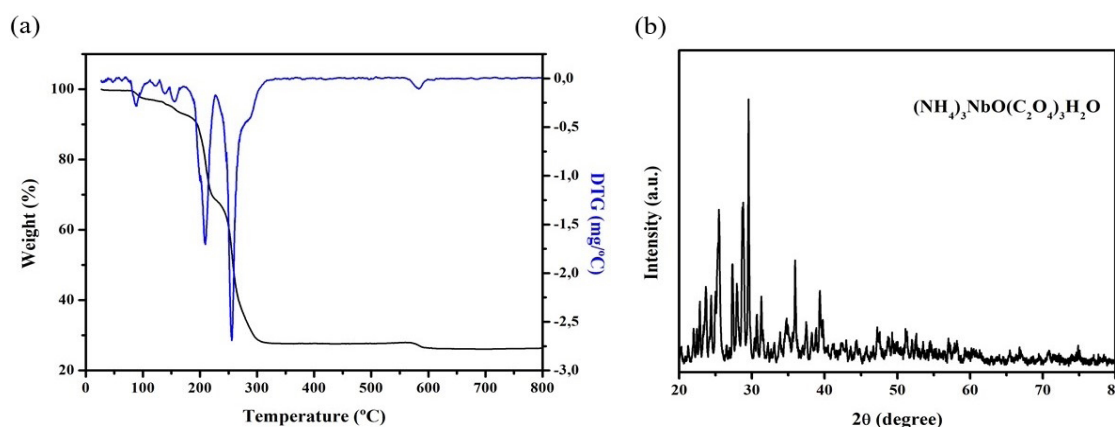


Fig. 1. (a) TG/DTG and (b) XRD for the oxalic niobium precursor.

The X-ray powder diffraction pattern of the precursor is shown in Fig. 1 (b). The XRD pattern presents several intense peaks, characteristic of crystalline materials, while presenting also an amorphous part [9].

In the synthesis of nanocrystalline NbN through the gas solid reaction using the precursor, influencing factors of the reaction have been studied. Fig. 2 shows the XRD patterns of samples synthesized at various parameters listed in Table 1.

Sample	Time (min)	Total Flow (L.h <sup>-1</sup> )	Mass Precursor (g)
A1	300	57.6	1
A2	300	57.6	2
A3	300	32	2
A4	300	19.2	2
A5	180	19.2	2

Table 1. Condition of the reaction parameters

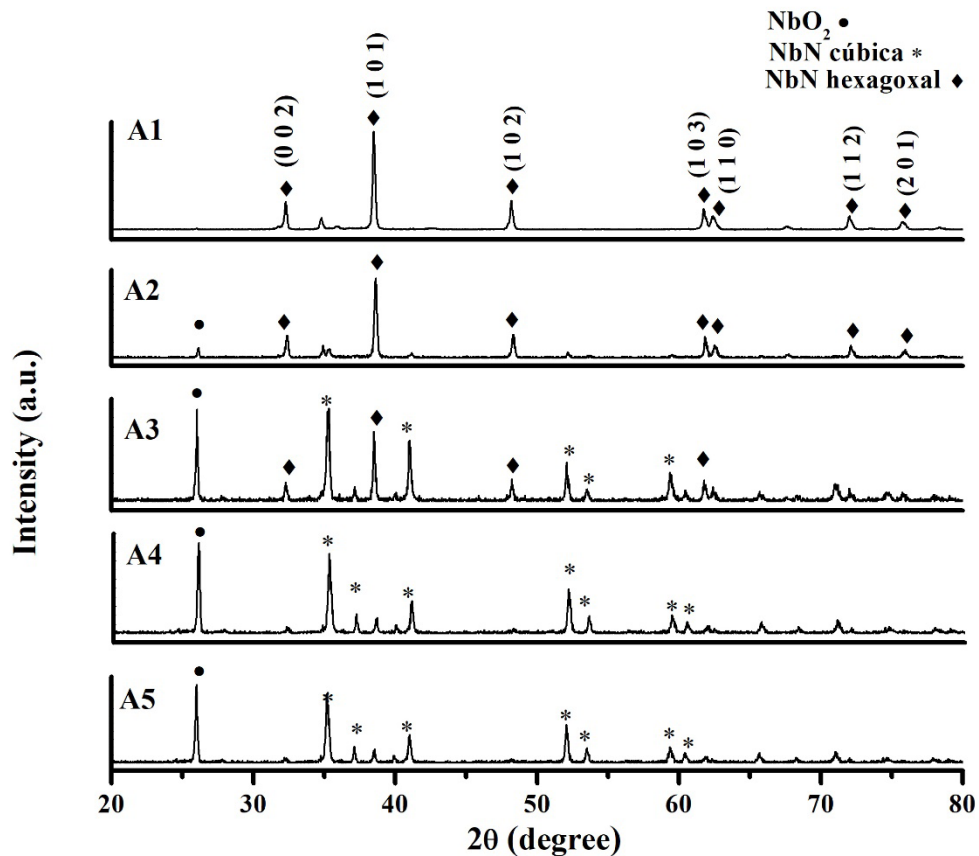


Fig. 2. XDR pattern for the niobium nitride.

Fig.2 (A1) shows the graph with lower precursor mass. It is possible to observe the absence of the niobium dioxide and the single-phase formation of the NbN hexagonal phase in accordance with pattern N°.03-065-3417. This process can be explained because the reaction depends on the diffusion of the gases that come in and out powder layer. Therefore, the gas passage time in the sample will be less and the decomposition-reduction process will have a complete conversion of the niobium dioxide into niobium nitride.

Fig.2 (A2) shows the sample XRD pattern with increasing precursor mass. It was verified that the growth of the niobium dioxide phase, however, the NbO<sub>2</sub> and NbN phases coexist in the sample. The position of the peak ( $2\theta=25.98^\circ$ ) refers to niobium dioxide with tetragonal structure according to XRD pattern No.01-824-1142.

Fig.2 (A3) shows the sample XRD pattern with gaseous flow reduction. It was verified the appearance of the cubic phase in the structure (No.01-074-1218) and the increase in the intensity of the niobium dioxide. This indicates that the formation of the single-phase NbN cannot be completed under this condition with a flow of 32L.h<sup>-1</sup>.

In Fig.2 (A4) is shown characteristics peaks of niobium nitride with cubic structure and niobium dioxide during 300 min. Fig.2 (A5) shows the peaks representing the reaction for 180 min. It is important to note that the diffraction patterns of Fig.2 (A4) and (A5) present similar crystalline structure, but the intensity of the XRD peaks reduced with the processing time indicating to a smaller amount of the nitride phase [10].



The crystallite size was calculated from the XRD data by the Scherrer equation:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad (2)$$

Where D is the size of the crystallite, K is the shape correction factor (1),  $\lambda$  is the wavelength used,  $\theta$  is the Bragg diffraction angle measured hkl peak and  $\beta$  represent the FWHM (Full width at half maximum) in radians on the  $2\theta$  scale. The crystallite size of nanoparticles of the niobium nitride presented a value from 30 to 60 nm with increase the isotherm time.

The optimum conditions for NbN formation are the both highest flow rate and isotherm time using 1g of the precursor. It was observed the presence of  $\text{NbO}_2$  at flow rates lower than  $56.7 \text{ L.h}^{-1}$ . The reduction of the precursor mass was very important, once it accelerated the diffusion kinetics and allowed the formation of the crystalline phase NbN without impurities [11].

The nitriding reactions to NbN formation occur in two steps. In the first one the precursor reduction leads to obtaining of niobium dioxide and the second involves the formation of niobium nitride with a reaction between  $\text{NbO}_2$  and nitrogen, according to the following chemical equations:



The morphology of the niobium nitride obtained under the optimum conditions of synthesis is shown in Fig. 3. It is observed that the resulting powder presents a cluster of particles and varied sizes, consisting of some crystallites with quadratic formats. The SEM images amplified at 100kx show agglomerated grains with linear angles and quadratic formats that consist of small particles in nanoscale.

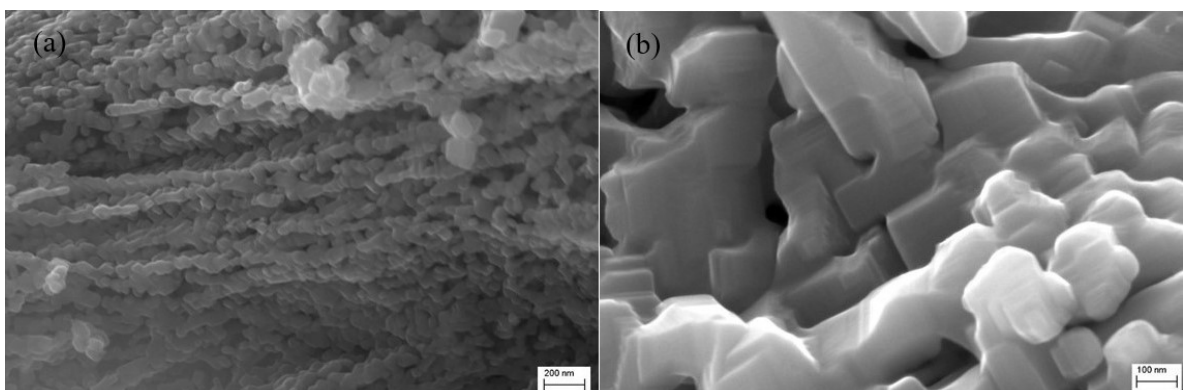


Fig. 3. SEM images of the niobium nitride, (a) 50kx and (b) 100kx.

## 4 | CONCLUSION

The studied synthesis' method has proved to be effective to produce the niobium

nitride. In this process, hexagonal-phase NbN can be obtained by the nitridation of oxalic niobium precursor powder in N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub> flow gas. NbN powders with particle sizes in the range of 30–60 nm has been obtained. Prolonging the nitridation time and increasing the nitridation flow rate are successful in obtaining NbN powder. However, the precursor mass reduction is beneficial to obtaining of the high purity material.

## ACKNOWLEDGEMENTS

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Finance Code 001 and to the Graduate Program in Materials Science and Engineering (PPGCEM-UFRN).

## REFERENCES

U.A. Joshi, S. Hyun, J. Sung, Low-temperature , solvent-free solid-state synthesis of single-crystalline titanium nitride nanorods with different aspect ratios, *J. Solid State Chem.* 178 (2005) 755–760. doi:10.1016/j.jssc.2004.12.032.

Q. Zhang, L. Gao, Ta<sub>3</sub>N<sub>5</sub> Nanoparticles with Enhanced Photocatalytic Efficiency under Visible Light Irradiation, *Langmuir.* 20 (2004) 9821–9827. doi:10.1021/la048807i.

P.P.G.Æ.A. Gedanken, Æ.S.B. Makhlof, I.G.Æ.A.M.Æ.R. Abu-mukh, Synthesis and characterization of titanium nitride , niobium nitride , and tantalum nitride nanocrystals via the RAPET ( reaction under autogenic pressure at elevated temperature ) technique, *J. Nanoparticle Res.* 11 (2009) 995–1003. doi:10.1007/s11051-008-9550-5.

M. Miki, T. Yamasaki, O. Yoshikiyo, Preparation of Nanocrystalline NbN and (Nb,Al)N Powders by Mechanical Alloying under Nitrogen Atmosphere, *Mater. Trans.* 33 (1992) 839–844.

J. Ma, Y. Du, Y. Qian, Low-temperature synthesis of nanocrystalline niobium nitride via a benzene-thermal route, *J. Alloys Compd.* 389 (2005) 296–298. doi:10.1016/j.jallcom.2004.08.004.

Y. Li, L. Gao, Synthesis and Characterization of Nanocrystalline Niobium Nitride Powders, *J. Am. Ceram. Soc.* 7 (2003) 1205–1207.

F.F.P. Medeiros, A.G.P. Silva, C.P. De Souza, Synthesis of niobium carbide at low temperature and its use in hardmetal, *Powder Technol.* 126 (2002) 155–160.

F.F.P. Medeiros, M.F. V Moura, A.G.P. Silva, C.P. Souza, K.K.P. Gomes, U.U. Gomes, THE THERMAL DECOMPOSITION OF MONOHYDRATED AMMONIUM OXOTRIS ( OXALATE ) NIOBATE, *Brazilian J. Chem. Eng.* 23 (2006) 531–538.

L. Lu, V. Sahajwalla, C. Kong, D. Harris, Quantitative X-ray diffraction analysis and its application to various coals, *Carbon N. Y.* 39 (2001) 1821–1833.

Y. Ufuktepe, A. Hassan, S. Kimura, T. Hajiri, G. Myneni, H.E. Elsayed-ali, Structural , electronic , and mechanical properties of niobium nitride prepared by thermal diffusion in nitrogen, *Mater. Chem. Phys.* 141 (2013) 393–400.

F.F.P. De Medeiros, A.G.P. Silva, C.P. De Souza, U.U. Gomes, Int . Journal of Refractory Metals & Hard Materials Carburization of ammonium paratungstate by methane : The influence of reaction parameters, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 27 (2009) 43–47. doi:10.1016/j.ijrmhm.2008.03.001.

INPI. Instituto Nacional da Propriedade Industrial (Natal, RN). Rayane Ricardo da Silva. **Processo de obtenção de nitreto de nióbio através de reação gás-sólido com nitrogênio em pressão atmosférica**. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR 1020180041495. Depósito: 01/03/2018.

## **SOBRE OS ORGANIZADORES**

**TAYRONNE DE ALMEIDA RODRIGUES:** Filósofo e Pedagogo, especialista em Docência do Ensino Superior e Graduando em Arquitetura e Urbanismo, pela Faculdade de Juazeiro do Norte-FJN, desenvolve pesquisas na área das ciências ambientais, com ênfase na ética e educação ambiental. É defensor do desenvolvimento sustentável, com relevantes conhecimentos no processo de ensino-aprendizagem. Membro efetivo do GRUNEC - Grupo de Valorização Negra do Cariri. E-mail: [tayronnealmeid@gmail.com](mailto:tayronnealmeid@gmail.com). com ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9378-1456>

**JOÃO LEANDRO NETO:** Filósofo, especialista em Docência do Ensino Superior e Gestão Escolar, membro efetivo do GRUNEC. Publica trabalhos em eventos científicos com temas relacionados a pesquisa na construção de uma educação valorizada e coletiva. Dedicar-se a pesquisar sobre métodos e comodidades de relação investigativa entre a educação e o processo do aluno investigador na Filosofia, trazendo discussões neste campo. Também é pesquisador da arte italiana, com ligação na Scuola de Lingua e Cultura – Itália. Amante da poesia nordestina com direcionamento as condições históricas do resgate e do fortalecimento da cultura do Cariri. E-mail: [joaoleandro@gmail.com](mailto:joaoleandro@gmail.com) ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1738-1164>

**DENNYURA OLIVEIRA GALVÃO:** Possui graduação em Nutrição pela Universidade Federal da Paraíba, mestrado pela Universidade Federal do Rio Grande do Norte e doutorado em Ciências Biológicas (Bioquímica Toxicológica) pela Universidade Federal de Santa Maria (2016). Atualmente é professora titular da Universidade Regional do Cariri. E-mail: [dennyura@bol.com.br](mailto:dennyura@bol.com.br) LATTES: <http://lattes.cnpq.br/4808691086584861>

Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-7247-330-9

