

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE TUNGSTATO DE NI VIA SOL-GEL A PARTIR DO PARATUNGSTATO DE AMÔNIO OBTIDO DO MINERAL SCHEELITA

de Sousa Duarte, V.G.⁽¹⁾; ARAÚJO, K.F.⁽¹⁾; Souza, V.M.⁽¹⁾; Lima, M.S.⁽¹⁾; Da Silva, M.D.⁽¹⁾; Marques, A.C.⁽¹⁾; Mashhadikarimi, M.⁽¹⁾; Santos, N.M.⁽¹⁾; da Silva, F.S.⁽¹⁾; Gomes, U.U.⁽¹⁾;

⁽¹⁾Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN);

RESUMO

O tungstato de níquel (NiWO_4) foi escolhido para ser estudado neste trabalho devido à sua excelente estabilidade térmica, condutividade elétrica aumentada por causa do tungstênio e boa atividade eletroquímica dos cátions de níquel. Atualmente, o Projeto Scheelita, desenvolvido no Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais (LMCME) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), tem estudado a produção do paratungstato de amônio (APT) a partir do mineral scheelita, principal fonte nacional de tungstênio metálico. Neste trabalho, portanto, foi estudada a aplicação deste APT na síntese do NiWO_4 nanoestruturado via método sol-gel, que é um processo de fácil preparação e baixo custo. Com isso, faz-se valer um dos recursos minerais disponíveis com abundância no Brasil, principalmente no estado do Rio Grande do Norte. O método sol-gel desenvolvido neste estudo se resume ao balanço estequiométrico dos pós precursores (APT e Nitrato de Níquel) para a preparação da solução, formação do gel e calcinação, resultando nos pós cerâmicos nanoestruturados. Os pós obtidos foram submetidos às caracterizações via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de raios X (DRX), Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS). Tendo como resultado a confirmação da obtenção do NiWO_4 através dos difratogramas característicos, bem como morfologia das partículas condizentes com a literatura, boa dispersão e pureza.

Palavras-chave: Mineral scheelita; paratungstato; níquel; sol-gel; nanomateriais.

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, tem sido observado um constante aumento no consumo de energia, o que leva à crise de esgotamento dos recursos fósseis (1). Com isso, o desenvolvimento de dispositivos de armazenamento de energia altamente eficientes torna-se uma parte necessária para lidar com a crescente demanda por energia limpa (2,3), especialmente agora que a produção de hidrogênio verde, a partir de energia solar e eólica, tem atraído a atenção de empresários e pesquisadores aqui no Brasil (4). Entre os dispositivos existentes no momento, os supercapacitores, ou capacitores eletroquímicos, são conhecidos por sua maior capacidade de energia que capacitores convencionais e taxa de entrega rápida em comparação com as baterias lítio-íon (5,6).

Neste contexto, os tungstatos (MWO_4) têm se mostrado amplamente aplicáveis em diversos campos, incluindo supercapacitores (7,8), fotodegradação no tratamento de efluentes industriais, fotocatalise (9) e eletrólise da água na evolução do hidrogênio (10) e do oxigênio (11,12).

Segundo Huang *et al.* (2020) e Huang *et al.* (2019), as principais cerâmicas utilizadas em eletrodos com comportamento capacitivo e eletroquímico são o tungstato de níquel (NiWO_4) e o tungstato de cobalto (CoWO_4). No entanto, o NiWO_4 tem se destacado pela sua excelente capacitância específica e alta condutividade elétrica (5,6). Essa estrutura combina a condutividade elétrica do tungstênio (W) com o comportamento eletroquímico do cátion Ni^{2+} durante as reações redox (15).

Os materiais orgânicos nanoestruturados, especialmente óxidos de metais de transição, têm atraído bastante interesse desde a descoberta do grafeno e têm se mostrado promissores para aplicações catalíticas devido ao tamanho e forma das partículas, que torna estes materiais muito mais reativos (1,3,8). Entretanto, a natureza complexa dos tungstatos torna difícil a síntese de NiWO_4 nanoestruturado (5). Dessa forma, o desenvolvimento de métodos para facilitar a obtenção desses materiais continua sendo um foco de pesquisa para conseguir propriedades únicas (aumento na resistência mecânica e melhora na tenacidade (16), maior área superficial e disponibilidade de sítios ativos (1), aumento na eficiência luminescente de semicondutores (16), etc.

Diversos tungstatos são normalmente sintetizados por reação em estado sólido utilizando o WO_3 (17) ou síntese química utilizando materiais precursores por:

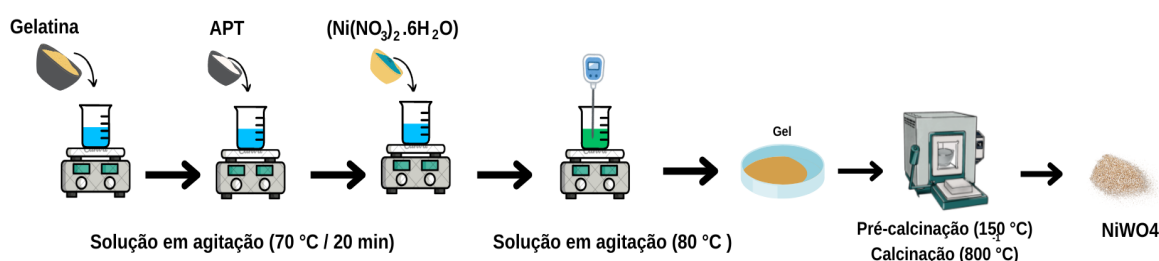
co-precipitação (18), método hidrotermal (19), método solvotermal (20), síntese sonoquímica (21), sol-gel convencional (22), etc. Entretanto, o uso de sol-gel protéico apresenta diversas vantagens quando comparado ao convencional, como: baixíssima toxicidade, boa homogeneidade, fácil controle estequiométrico, fácil de manusear e baixo custo (23).

Nesse sentido, o objetivo do presente trabalho foi validar o método de síntese sol-gel protéico para a obtenção do tungstato de níquel (NiWO_4) em nanoescala a partir dos precursores APT e nitrato de níquel, tendo também a gelatina sem sabor como agente quelante e polimerizante. Para isso, os pós cerâmicos formados foram submetidos às caracterizações via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de raios X (DRX) e Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS).

2. METODOLOGIA

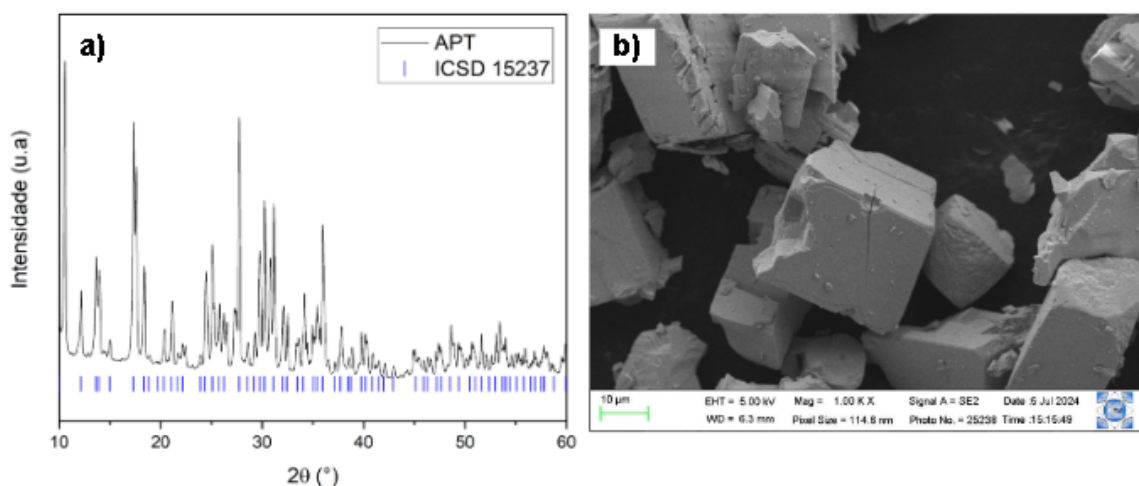
A metodologia empregada seguiu a rota tradicional de sol-gel protéico, utilizando paratungstato de amônio $(\text{NH}_4)_{10}(\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ obtido a partir do mineral scheelita e nitrato de níquel hexahidratado $(\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ como precursores, e gelatina sem sabor, como mostrado na Fig. 1.

Figura 1. Representação esquemática da metodologia utilizada.



A Figura 2 corresponde à caracterização do APT fornecido pelo Projeto PDI - MINERAIS ESTRATÉGICOS/CNPq (Processo: 407903/2022-4), desenvolvido no Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais (LMCME) da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN). A análise por DRX (Fig. 2a) garante a pureza e cristalinidade do APT utilizado, pois seus picos correspondem à carta padrão ICSD 15237 e são bem definidos. A microscopia eletrônica da Fig. 2b, revela que o APT exibe partículas grosseiras com morfologia em forma de barras e cubos irregulares (24,25).

Figura 2. Difratograma de DRX e MEV do APT utilizado como precursor.



Primeiramente, 3,0 g de base (gelatina) foram dispersos em 70 ml de água destilada a 70 °C, essa quantidade corresponde à massa de produto final desejada. Em seguida, quantidades estequiométricas dos precursores foram adicionadas a cada 20 minutos, sob agitação constante em todo o processo. À medida que o gel foi se formando a temperatura foi elevada para 80 °C.

O gel formado foi tratado termicamente a 150 °C por 1 hora para eliminar excesso de água e compostos orgânicos voláteis. Em seguida, o pó foi macerado com o auxílio de um almofariz e pistilo para melhorar a interação das partículas e facilitar a reação de calcinação. E então, o pó resultante foi calcinado a 800 °C por 2 horas no forno tipo mufla para que houvesse formação e transformação de fase.

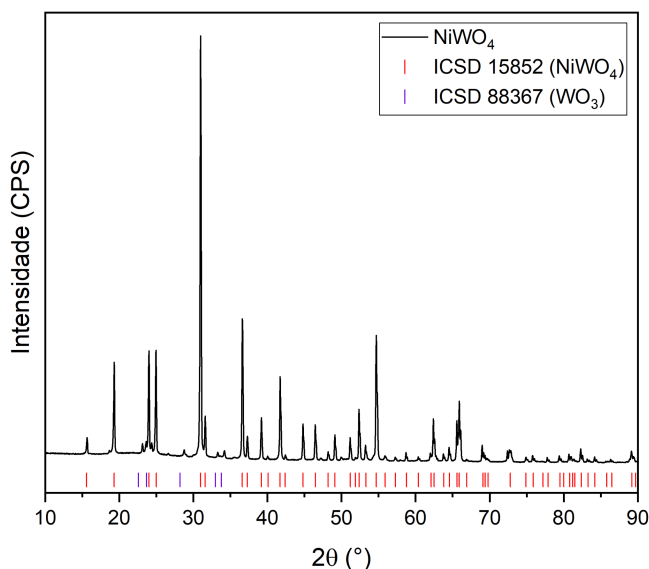
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização do Tungstato de Níquel (NiWO_4)

A cristalinidade e confirmação de fase do NiWO_4 calcinado a 800 °C podem ser observados na Fig. 4. Nesta, observa-se que a amostra apresenta picos característicos da estrutura monoclinica de NiWO_4 (carta padrão ICSD nº 15852) nas posições de 19,294° - 23,977°, 24,931° - 30,957° - 36,605° - 41,709° e 54,686°. Esses picos são bem acentuados, indicando a formação de uma fase altamente cristalina de NiWO_4 com o aumento da temperatura de calcinação, sendo que na literatura esse material é normalmente calcinado, por outras rotas, até 600 °C (3,20). Entretanto, é possível notar pequenos picos adicionais a 22,6° - 23,7° - 28,2° - 33,0°

e 33,8°, atribuídos ao WO₃ (carta ICSD nº 88367) de baixa cristalinidade, conforme também relatado por (26).

Figura 4. Difratoograma de raios X do tungstato de níquel sintetizado.



Os dados de tamanho do cristalito para os picos principais da amostra são apresentados na Tab. 1. Não sendo observada nenhuma diferença perceptível entre o tamanho médio do cristalito do NiWO₄ obtido no presente trabalho (63,4 nm) e o obtido por coprecipitação (26 - 50 nm) nos trabalhos de Srirapu *et al.* (2016) e Wang *et al.* (2016). No entanto, o método hidrotermal resulta em um tamanho consideravelmente menor, de 2,0 ± 0,1 nm, conforme relatado por Mani *et al.* (2016).

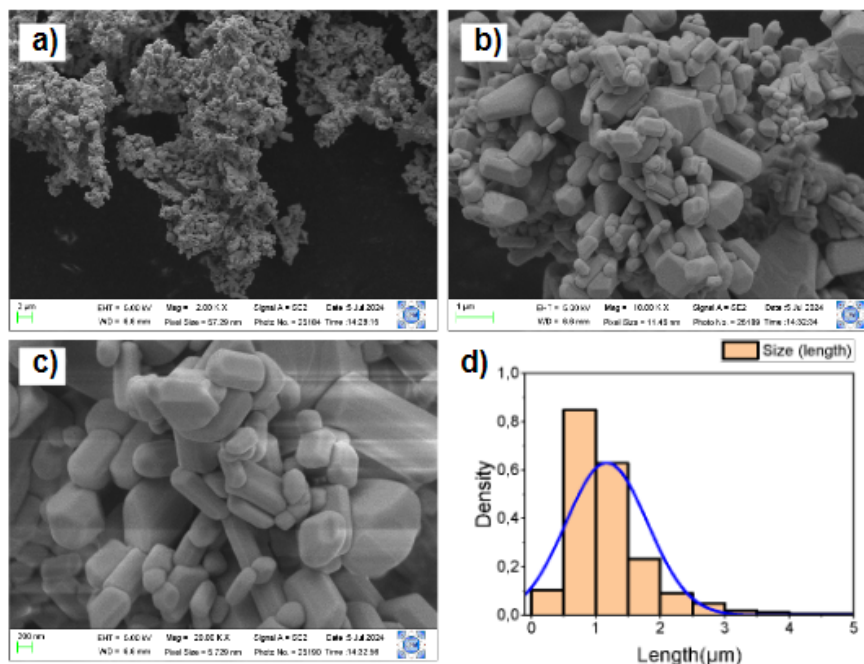
Tabela 1. **Tamanho do cristalito (D_{scherrer}) dos picos principais do difratograma.**

Pico (°)	19,29	23,98	24,93	30,96	36,61	41,71	54,69	Média
Tamanho do cristalito (nm)	60,8	63,0	64,1	61,1	63,4	66,9	67,8	63,2

Os resultados da Microscopia Eletrônica de Varredura — MEV associados com um histograma da distribuição do tamanho de partícula são apresentados na Fig. 5. As micrografias eletrônicas revelam a formação de morfologias semelhantes a cápsulas, conforme discutido por Muthamizh *et al.* (2015). As partículas mais esféricas também correspondem à morfologia do tungstato que não elongou com o aumento da temperatura, assim como no caso das partículas esféricas de Zhang *et*

al. (2019), obtidas à 500 °C. Por outro lado, é possível identificar partículas de WO_3 com formatos irregulares, ou de diamante, semelhantes às morfologias obtidas a 1000° no trabalho de Alina (2024).

Figura 5. **Imagens MEV do NiWO_4 tratado a 800° C com ampliações de (a) 2000x; (b) 10000x e (c) 20000x.**



Pode-se observar nanocápsulas de NiWO_4 com um tamanho médio de 200 nm de diâmetro e 1 μm de comprimento. Essas medidas diferem do tamanho de cristalito encontrado por DRX, sugerindo que essas morfologias são compostas por aglomerados de muitos cristais (23,26). De acordo com Quintana-Melgoza *et al.* (2001), isso ocorre devido à coalescência das partículas diante de maiores temperaturas. O histograma de distribuição do tamanho das partículas mostrado na Fig. 5 (d) indica que o pó tende a formar partículas maiores compostas por aglomerados de partículas menores, com picos de aproximadamente 0,5 μm a 1 μm, confirmando a microscopia analisada.

Esses resultados são compatíveis com os dados obtidos por DRX, pois, ao passo que o aumento da temperatura leva a picos mais acentuados, há um crescimento de grão correspondente ao aumento no grau de cristalinidade (32). Um exemplo disso é o trabalho de Quintana-Melgoza *et al.* (2001), onde o tamanho médio das partículas de NiWO_4 aumentou de 60 nm a 630 °C para aproximadamente 300×600 nm a 800 °C — resultados comparáveis aos

apresentados neste trabalho. Como pontuado anteriormente, Zhang *et al.* (2019) prepararam amostras de NiWO_4 a 500 °C e observaram resultados parecidos, com uma quantidade reduzida de nanocápsulas com comprimento de 0,5–2 μm e diâmetro de 200–500 nm.

O pequeno tamanho de partícula e sua forma alongada justificam sua aplicação catalítica devido a maior área superficial para armazenamento de carga (33).

O EDS correspondente (Fig. 6) confirma a presença de Ni, W e O, conforme esperado, e nenhuma outra impureza foi observada. O mapeamento EDS (Fig. 7) do tungstato exibe uma boa homogeneidade, que é uma das características esperadas da síntese sol-gel, além de que a difusão é facilitada pelo processo de calcinação em uma maior temperatura.

Figura 6. (a) Micrografia da região analisada; (b) Espectro EDS do NiWO_4 .

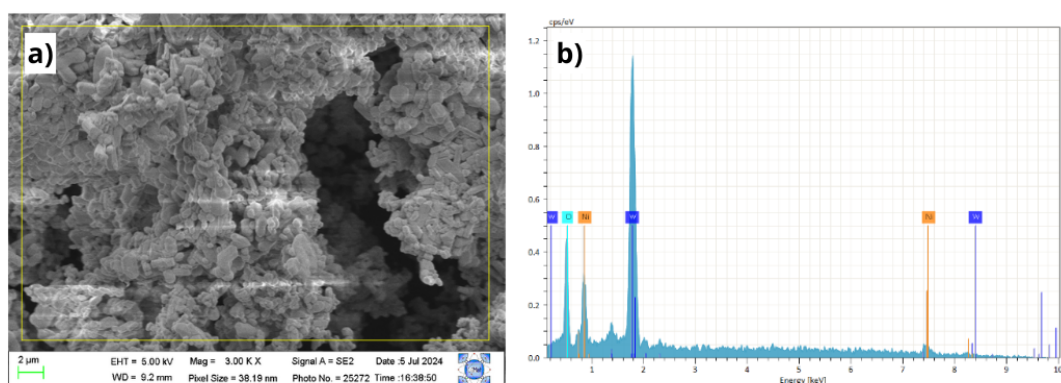
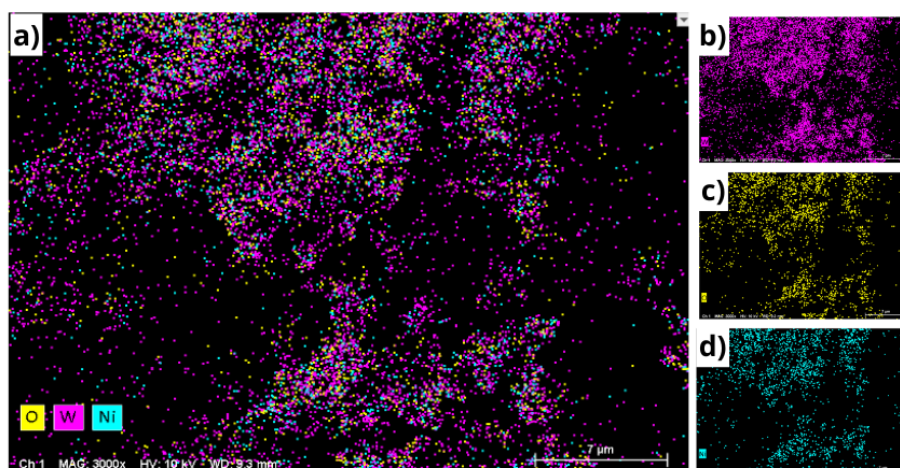
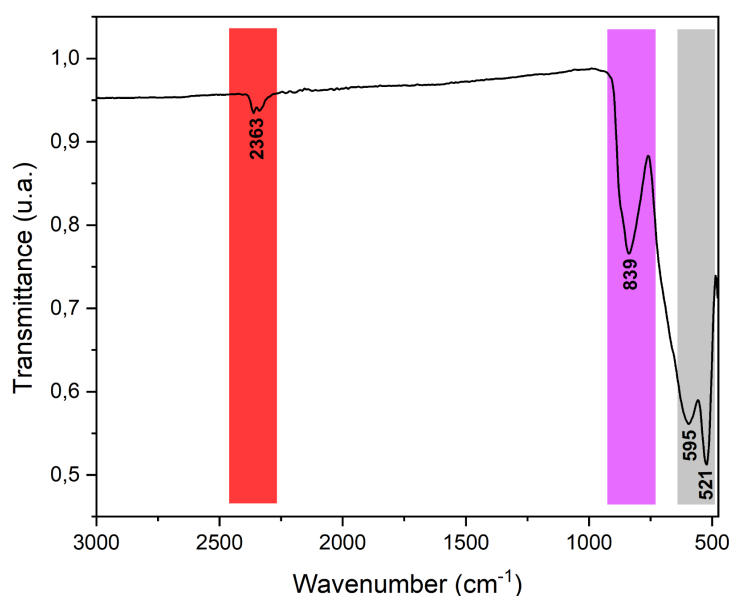


Figura 7. (a) Mapeamento EDS dos átomos (b) tungstênio; (c) oxigênio; e (d) níquel.



Na Fig. 8, observa-se as transmitâncias obtidas da amostra para comparação com a literatura de referência. O espectro FTIR do NiWO_4 revela bandas distintas associadas aos seus componentes principais: NiO_6 , WO_4 . As principais bandas de absorção do tungstato aparecem nas faixas roxa e cinza. Destacam-se bandas referentes ao grupo de estiramento O-W-O em aproximadamente 839 cm^{-1} ; e uma absorção mais intensa correspondente ao estiramento da ligação Ni-O presente nos octaedros de NiO_6 , e à vibração W-O típica do WO_4 , localizados em aproximadamente 595 cm^{-1} e 521 cm^{-1} , respectivamente (15,34). A banda em torno de 2363 cm^{-1} pode ser associada à presença de umidade adsorvida no tungstato. No trabalho de Harshan *et al.* (2018) foram observadas duas bandas em aproximadamente 943 cm^{-1} e 993 cm^{-1} referentes ao estiramento da ligação W=O presentes no WO_3 . No presente trabalho, entretanto, estas bandas não foram observadas, o que pode estar relacionado às condições de tratamento térmico, que tendem a reduzir a intensidade das bandas com o aumento da temperatura.

Figura 8. **Espectro de infravermelho do NiWO_4 sintetizado. O eixo x corresponde ao número de onda (cm^{-1}) e o eixo y à transmitância (u.a.⁻¹).**



4. CONCLUSÕES

Neste estudo, portanto, os resultados das análises de DRX indicam que uma fase quase pura de NiWO_4 foi obtida por um método sol-gel simples que usa gelatina e os precursores em uma razão estequiométrica de 1:1. Com a identificação de apenas uma quantidade negligenciável da fase WO_3 de baixa

cristalinidade que pode ser eliminada com ajustes nos parâmetros de síntese. Os resultados das micrografias eletrônicas revelaram morfologias de NiWO_4 do tipo cápsula, com diâmetro e comprimento na faixa de nanômetros. Além disso, a dispersão e o tamanho das partículas é condizente com a literatura.

5. REFERÊNCIAS

- (1) HUANG, Biao et al. Two-dimensional porous cobalt–nickel tungstate thin sheets for high performance supercapattery. *Energy Storage Materials*, v. 32, p. 105-114, 2020. doi.org/10.1016/j.ensm.2020.07.014
- (2) RAJ, Balasubramaniam Gnana Sundara et al. One-pot sonochemical synthesis of hierarchical MnWO_4 microflowers as effective electrodes in neutral electrolyte for high performance asymmetric supercapacitors. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 44, n. 21, p. 10838-10851, 2019. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.03.035
- (3) HUANG, Yunxia et al. Amorphous NiWO_4 nanospheres with high-conductivity and-capacitive performance for supercapacitors. *The Journal of Physical Chemistry C*, v. 123, n. 50, p. 30067-30076, 2019. doi.org/10.1021/acs.jpcc.9b08448
- (4) FARO, M. Lo; CANTANE, D. A.; NARO, F. In the path for creating Research-to-business new opportunities on green hydrogen between Italy and Brazil. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 48, n. 32, p. 11876-11884, 2023. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.05.089
- (5) REDDY, Araveeti Eswar et al. NiMoO_4 @ NiWO_4 honeycombs as a high performance electrode material for supercapacitor applications. *Dalton Transactions*, v. 47, n. 27, p. 9057-9063, 2018. doi.org/10.1039/C8DT01245H
- (6) LOW, Wei Hau et al. Recent development of mixed transition metal oxide and graphene/mixed transition metal oxide based hybrid nanostructures for advanced supercapacitors. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 775, p. 1324-1356, 2019. doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.102
- (7) CHANG, Kuo-Hsin et al. Microwave-assisted hydrothermal synthesis of crystalline WO_3 – $\text{WO}_3 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}$ mixtures for pseudocapacitors of the asymmetric type. *Journal of Power Sources*, v. 196, n. 4, p. 2387-2392, 2011. doi.org/10.1016/j.jpowsour.2010.09.078
- (8) KUMAR, Rudra et al. Hydrothermally synthesized reduced graphene oxide- NiWO_4 nanocomposite for lithium-ion battery anode. *Journal of The Electrochemical Society*, v. 164, n. 4, p. A785, 2017. doi.org/10.1149/2.1181704jes

- (9) FAN, Liya et al. Regulating the hole transfer from CuWO₄ photoanode to NiWO₄ electrocatalyst for enhanced water oxidation performance. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 47, n. 46, p. 20153-20165, 2022.
doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.04.148
- (10) HAI, Guojuan et al. Hierarchical W₁₈O₄₉/NiWO₄/NF heterojunction with tuned composition and charge transfer for efficient water splitting. *Applied Surface Science*, v. 562, p. 150145, 2021. doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.150145
- (11) DU, Xiaoqiang; SHAO, Qizhao; ZHANG, Xiaoshuang. Metal tungstate dominated NiCo₂O₄@ NiWO₄ nanorods arrays as an efficient electrocatalyst for water splitting. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 44, n. 5, p. 2883-2888, 2019. doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.12.061
- (12) SRIRAPU, V. K. V. P. et al. Nanosized CoWO₄ and NiWO₄ as efficient oxygen-evolving electrocatalysts. *Electrochimica Acta*, v. 209, p. 75-84, 2016.
- (13) ASSIS, Marcelo de et al. Towards an efficient selective oxidation of sulfides to sulfones by NiWO₄ and α -Ag₂WO₄. *Applied Catalysis A: General*, v. 652, p. 119038, 2023. doi.org/10.1016/j.apcata.2023.119038
- (14) NAGAVENKATESH, K. R. et al. Comparative electrochemical investigation for scheelite structured metals tungstate (MWO₄ (M= Ni, Cu and Co)) nanocubes for high dense supercapacitors application. *Journal of Energy Storage*, v. 79, p. 110153, 2024. doi.org/10.1016/j.est.2023.110153
- (15) GLEITER, Herbert. Nanostructured materials: state of the art and perspectives. *Nanostructured materials*, v. 6, n. 1-4, p. 3-14, 1995.
doi.org/10.1016/0965-9773(95)00025-9
- (16) TOMASZEWICZ, E. Reactivity in the solid state between CoWO₄ and RE₂WO₆ where RE= Sm, Eu, Gd. *Thermochimica acta*, v. 447, n. 1, p. 69-74, 2006.
doi.org/10.1016/j.tca.2006.05.002
- (17) XU, Xiaoyang et al. Fabrication of CoWO₄@ NiWO₄ nanocomposites with good supercapacitive performances. *Electrochimica Acta*, v. 174, p. 837-845, 2015.
doi.org/10.1016/j.electacta.2015.04.159
- (18) DIAS, Anderson; CIMINELLI, Virgínia ST. Thermodynamic calculations and modeling of the hydrothermal synthesis of nickel tungstates. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 21, n. 10-11, p. 2061-2065, 2001.
doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00172-8

- (19) TIAN, Jinjun et al. Solvothermal synthesis of NiWO₄ nanostructure and its application as a cathode material for asymmetric supercapacitors. *RSC advances*, v. 8, n. 73, p. 41740-41748, 2018. doi.org/10.1039/C8RA09128E
- (20) SHANMUGAPRIYA, S. et al. Sonochemical synthesis, structural, electrical transport and magnetic properties of NiWO₄ nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, v. 31, n. 18, p. 15616-15626, 2020. doi.org/10.1007/s10854-020-04125-9
- (21) BONANNI, M. et al. Conversion of colloidal ZnO– WO₃ heteroaggregates into strongly blue luminescing ZnWO₄ xerogels and films. *Chemistry of materials*, v. 10, n. 1, p. 304-310, 1998. doi.org/10.1021/cm9704591
- (22) AZEVEDO, Heytor VSB et al. Green synthesis of CoWO₄ powders using agar-agar from red seaweed (Rhodophyta): structure, magnetic properties and battery-like behavior. *Materials Chemistry and Physics*, v. 242, p. 122544, 2020. doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.122544
- (23) LIU, Lingbo et al. Vacuum pyrolysis of ammonium paratungstate: Study on reaction mechanism and morphology changes of product. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 157, p. 105168, 2021. doi-org/10.1016/j.jaap.2021.1051
- (24) ZHANG, Liming et al. Green and low-carbon preparation of ammonium paratungstate by adding ammonia to ammonium metatungstate solution. *Hydrometallurgy*, v. 222, p. 106196, 2023. doi-org/10.1016/j.hydromet.2023.106196
- (25) QUINTANA-MELGOZA, J. M.; CRUZ-REYES, J.; AVALOS-BORJA, M. Synthesis and characterization of NiWO₄ crystals. *Materials Letters*, v. 47, n. 4-5, p. 314-318, 2001. doi.org/10.1016/S0167-577X(00)00272-X
- (26) WANG, Yidan et al. High rate capability of mesoporous NiWO₄–CoWO₄ nanocomposite as a positive material for hybrid supercapacitor. *Materials Chemistry and Physics*, v. 182, p. 394-401, 2016. doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.07.047
- (27) MANI, S. et al. *Scientific Reports*, v. 6, p. 24128–24133, 2016.
- (28) MUTHAMIZH, Selvamani et al. MnWO₄ nanocapsules: synthesis, characterization and its electrochemical sensing property. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 619, p. 601-609, 2015. doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.09.049
- (29) ZHANG, Yangliang et al. Bio-based carbon-enhanced tungsten-based bimetal oxides as counter electrodes for dye-sensitized solar cells. *Journal of Power Sources*, v. 423, p. 339-348, 2019. doi.org/10.1016/j.jpowsour.2019.03.054

(30) ALINA, Alua K. et al. WO₃/ZnWO₄ microcomposites with potential application in photocatalysis. *Optical Materials*, v. 150, p. 115280, 2024.

doi.org/10.1016/j.optmat.2024.115280

(31) TONG, Wenming et al. Kinetic control of MnWO₄ nanoparticles for tailored structural properties. *The Journal of Physical Chemistry C*, v. 114, n. 36, p.

15298-15305, 2010. doi.org/10.1021/jp103879c

(32) NTI, Frederick; ANANG, Daniel Adjah; HAN, Jeong In. Facile room temperature synthesis and application of MnMoO₄·0.9 H₂O as supercapacitor electrode material. *Materials Letters*, v. 217, p. 146-150, 2018.

doi.org/10.1016/j.matlet.2018.01.072

(33) HARSHAN, Hitha et al. Structural, optical and magnetic properties of nanophase NiWO₄ for potential applications. *The European Physical Journal B*, v. 91, n. 11, p. 287, 2018. <https://doi.org/10.1140/epjb/e2018-90382-3>

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NI TUNGSTATE VIA SOL-GEL PROCESS FROM AMMONIUM PARATUNGSTATE OBTAINED FROM SCHEELITE MINERAL

ABSTRACT

Nickel tungstate (NiWO₄) was selected for this study due to its excellent thermal stability, enhanced electrical conductivity attributed to tungsten, and good electrochemical activity of nickel cations. Currently, the Scheelite Project, conducted at the Laboratory of Ceramic Materials and Special Metals (LMCME) at the Federal University of Rio Grande do Norte (UFRN), focuses on the production of ammonium paratungstate (APT) from scheelite mineral, which is the primary national source of metallic tungsten. This work investigates the application of APT in the synthesis of nanostructured NiWO₄ via the sol-gel method, a process known for its simplicity and cost-effectiveness. This approach leverages one of Brazil's abundantly available mineral resources, particularly in the state of Rio Grande do Norte. The sol-gel method developed in this study involves the stoichiometric balance of precursor powders (APT and Nickel Nitrate) for solution preparation, gel formation, and calcination, resulting in nanostructured ceramic powders. The obtained powders were characterized using Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD), and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). The results confirmed the successful synthesis of NiWO₄ through characteristic diffraction patterns, particle morphology consistent with the literature, good dispersion, and high purity.

Keywords: Scheelite mineral; paratungstate; nickel; sol-gel; nanomaterials.