



PRODUÇÃO DO APT A PARTIR DO MINERAL SCHEELITA E SUA APLICAÇÃO NA SÍNTESE DE PÓS NANOESTRUTURADOS DO TUNGSTATO DE PRATA (Ag_2WO_4) VIA SOL-GEL

ARAÚJO, K.F.⁽¹⁾; Souza, V.M.⁽¹⁾; de Sousa Duarte, V.G.⁽¹⁾; Lima, M.S.⁽¹⁾; De Moraes, L.M.F.⁽¹⁾; Marques, A.C.⁽¹⁾; Vasconcelos, G.S.⁽¹⁾; Da Paz, F.O.⁽²⁾; Morales, M.A.⁽¹⁾; Gomes, U.U.⁽¹⁾.

Federal University of Rio Grande do Norte, 59078-970, Natal, Brazil

Federal University of Campina Grande, 58429-900, Paraiba, Brazil

kiviafgalvao@gmail.com

RESUMO

Uma das maiores reservas do mineral scheelita está localizada no estado do Rio Grande do Norte. Contudo a comercialização prioriza o minério bruto ao invés dos seus derivados, o que reduz o valor econômico. Diante disso, visa-se a necessidade da implementação de processos físicos e químicos adequados. A partir do mineral scheelita (CaWO_4) obtém-se o paratungstato de amônio (APT), o precursor nos processos de síntese de subprodutos do W, como é o caso do tungstato de prata (Ag_2WO_4). Dessa forma, o presente estudo aborda a produção do APT a partir do tratamento do minério pelo processamento hidrometalúrgico. Então, após caracterizado, o APT é aplicado como pó precursor juntamente com o nitrato de prata na síntese do Ag_2WO_4 pelo método sol-gel. Por fim, ambos os pós obtidos neste estudo foram submetidos às caracterizações DRX, MEV, EDS e FTIR. Confirmando a obtenção do APT e da Ag_2WO_4 na fase cristalina ortorrômbica ($\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$).

Palavras-chave: Scheelita; APT; Síntese; Ag_2WO_4 ; Sol-Gel.

INTRODUÇÃO

Na busca por materiais com propriedades funcionais avançadas viáveis às aplicações potenciais em diversos campos da ciência e tecnologia, pesquisadores direcionam sua atenção para os tungstatos de metais de transição que em sua formação combinam ligações do tipo metálicas, iônicas e covalentes, e com isso apresentam polarização espontânea e propriedades únicas dependentes da simetria, como fotoluminescência, condutividade e ferroeletricidade. Propriedades essas que favorecem aplicações em fotocatalisadores, sensores de gás, lasers e supercapacitores (1-5).

O tungstato de prata (Ag_2WO_4) é um desses tungstatos metálicos com grande potencial, por já ser aplicado de forma significativa em indústrias como fotocatalise, optoeletrônica e detecção (6). O Ag_2WO_4 pode ser encontrado em três polimorfismo distintos, $\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$ (ortorrômbico, $\text{Pn}2\text{n}$), $\beta\text{-Ag}_2\text{WO}_4$

(hexagonal, P63/m) e γ - Ag_2WO_4 (cúbico, Fd3m), sendo o α - Ag_2WO_4 mais estável termodinamicamente, enquanto as fases β e γ são transformadas na fase α após aquecimento nas temperaturas 187°C e 257 °C, respectivamente (3-5,7,8). Essas variações estruturais são decorrentes do método e dos parâmetros de síntese, e assim as propriedades variam de forma dependente a cada fase devido às características de cada rede cristalina (5).

Assis., et al. (2023) explica que o α - Ag_2WO_4 apresenta um arranjo atômico único que fornece uma capacidade fundamental de acomodar um grande número de defeitos sem desestabilizando a estrutura cristalina, bem como suas propriedades são altamente ajustáveis de acordo com a temperatura, pH, pressão, tipo de solvente e surfactante ao longo do processo de síntese. O α - Ag_2WO_4 além de ser utilizado nas aplicações já mencionadas, é também atribuído a aplicações avançadas, como antimicrobiano, antitumoral, foto-interruptores e catalisador para degradação de corantes e divisão de água (2,7,8).

Dentre os processos já empregados para a obtenção do α - Ag_2WO_4 , tem-se os métodos de coprecipitação, hidrotérmico por micro-ondas, sonoquímico, eletroquímico, hidrotérmico convencional (3), reação em estado sólido, Ablação a Laser em Líquido (LAL) e microemulsão (5). Contudo, ainda é um desafio obter uma estrutura α - Ag_2WO_4 totalmente estável ou uma rota que beneficie a pureza, tamanhos e formas das partículas, mantendo ainda condições de processo viáveis (3,5).

O sol-gel protéico é uma rota de síntese que permite a obtenção de pós mais finos, de alta pureza e propriedades uniformes (9). Além disso, sua metodologia é considerada simples por ser fácil de manusear, ter baixa toxicidade e baixo custo, garantindo uma boa homogeneidade e fácil controle estequiométrico (10). Neste método, o agente quelante e polimerizante é uma fonte de proteína (gelatina sem sabor, ágar-ágar, chia etc.) que atua na desnovelamento das cadeias poliméricas ao quebrar as ligações de hidrogênio e interações entre os grupos amina (NH_2) e ácido carboxílico (COOH) dos aminoácidos, esses grupos interagem com os íons metálicos provenientes dos sais metálicos dos precursores do produto desejado adicionados ao processo nas devidas proporções estequiométricas. Após isso, o gel é formado e submetido a tratamento térmico (11). A partir disso, para realizar a síntese do

Ag_2WO_4 via sol-gel protéico é necessário o uso de sais metálicos com Ag e W, para a prata tem-se o nitrato de prata (AgNO_3) e para o W tem-se o APT ($(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

As principais fontes minerais do tungstênio (W) são a volframita ($(\text{Fe},\text{Mn})\text{WO}_4$) e scheelita (CaWO_4). Sendo as reservas de scheelita predominante das reservas de tungstênio em escala mundial, com cerca de dois terços (12,13). A maior parte dessas reservas estão localizadas na China, com aproximadamente 70% (14,15), contudo no Brasil, mais especificamente na região nordeste, nos estados da Paraíba e Rio Grande do Norte (RN), há também importantes fontes mundiais de tungstênio na forma CaWO_4 (16,17).

Através da metalurgia extrativa do mineral do W (scheelita) é possível obter o paratungstato de amônio (APT), aplicando métodos da hidrometalurgia, como as lixiviações alcalina e ácida, por exemplo (14,15,18,19). O APT é o principal produto intermediário do tungstênio, pois é por meio deste que se tem a fabricação de metais, carbonetos, óxidos e outros produtos de processamento profundo de tungstênio, por exemplo (20,21).

A lixiviação ácida consiste da dissolução do mineral em solução de ácido clorídrico (HCl) que resulta em precipitados de ácido túngstico (H_2WO_4) (22). E para a obtenção do APT, o H_2WO_4 é dissolvido em amônia aquosa seguido do processo de cristalização por evaporação (18). Este método é considerado eficaz por apresentar forte tendência termodinâmica e curto fluxo de processamento (22).

No presente trabalho, o APT foi produzido a partir da lixiviação ácida do mineral scheelita em parceria com o Projeto PDI - MINERAIS ESTRATÉGICOS/CNPq (Processo: 407903/2022-4) desenvolvido no Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais (LMCME/UFRN) e então aplicado como material precursor, juntamente com o nitrato de prata comercial, no processo de síntese do Ag_2WO_4 via sol-gel protéico com a gelatina comercial sem sabor como fonte de proteína da reação. Os pós sintetizados foram submetidos às caracterizações por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de raios X (DRX), Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS) e Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).

MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia desenvolvida neste estudo se dividiu em duas etapas, a de obtenção dos pós de Paratungstato de Amônio (APT) e do tungstato de prata (Ag_2WO_4).

A primeira etapa consistiu na lixiviação ácida do concentrado do mineral scheelita, nesta 30 g do concentrado de scheelita foi dissolvido em 500 mL da solução de água destilada com 3 mols de ácido clorídrico (HCl), sob agitação magnética por 2 horas e temperatura de 70 °C. O precipitado resultante é filtrado e lavado com água destilada (70°C). Em seguida, o pó é dissolvido em hidróxido de amônio (NH_4OH) com a proporção massa/volume equivalente a 1:6, após um pequeno período de agitação é novamente filtrado e líquido submetido a cristalização a 90 °C para, então, ter a obtenção do APT que, por fim, foi caracterizado via DRX, MEV e EDS.

A segunda etapa parte do cálculo estequiométrico com base na reação apresentada na equação (A). Utilizando-se, portanto, a proporção APT ($(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) e nitrato de prata (AgNO_3) igual a 1:2.



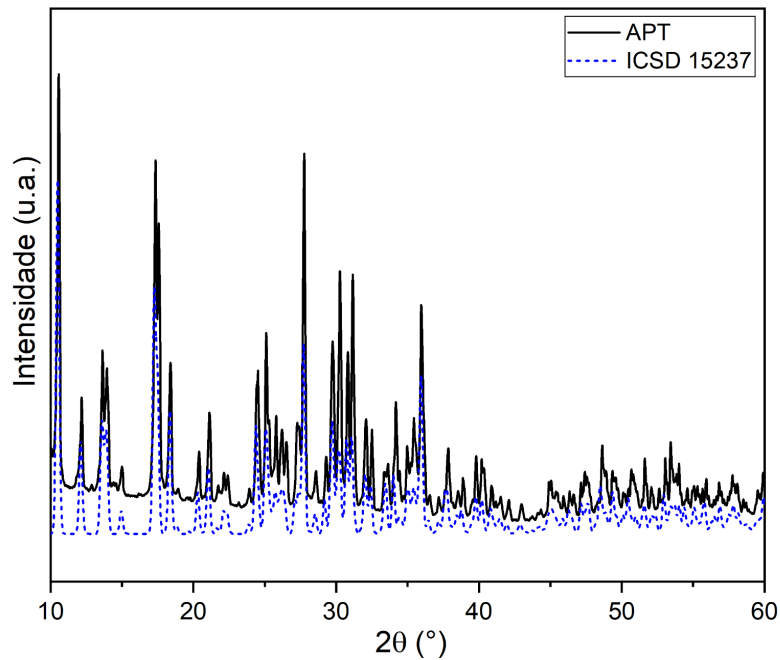
Posteriormente, o Ag_2WO_4 foi sintetizado via sol-gel proteico, assim, a água destilada foi aquecida até 70 °C e os pós foram dissolvidos sob agitação constante e de forma gradual, respeitando a seguinte ordem, gelatina sem sabor, APT e AgNO_3 . Após a dissolução completa de todos os reagentes a temperatura foi aumentada para 90 °C até a formação do gel.

O gel formado foi pré-calcinado em um forno tipo mufla à 200 °C por 2 horas e com taxa de aquecimento de 5 °C/min. Em seguida, foi macerado e então calcinado a 450 °C na mufla com mesma taxa e isoterma. O pó obtido foi caracterizado pelas análises de DRX, MEV, EDS e FTIR.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

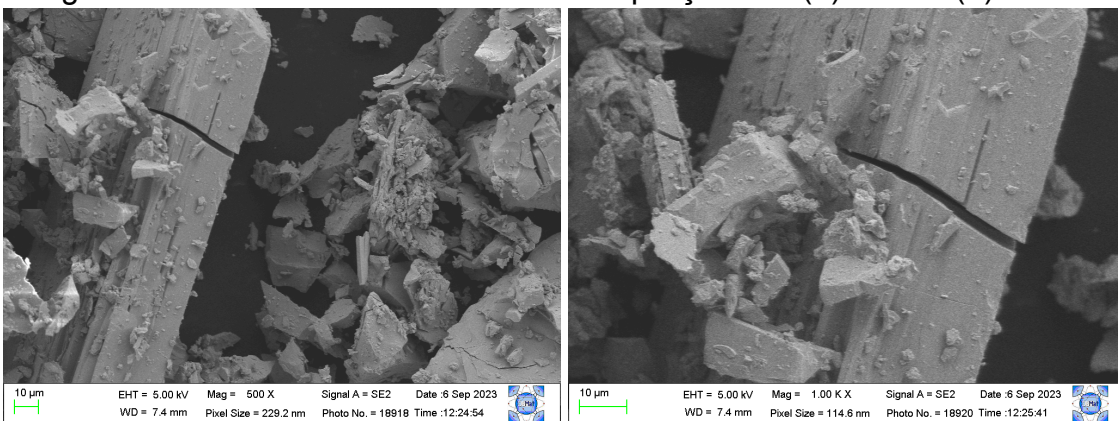
A Fig. 1 consiste no difratograma obtido pela caracterização via DRX, sendo possível perceber a compatibilidade da amostra com o difratograma da carta de referência do APT (ICSD 15237), com picos bem definidos e com alta intensidade, o que confirma a sua formação, pureza e cristalinidade.

Figura 1. Difratograma de Raio-X do APT sintetizado.



As micrografias capturadas através do MEV são apresentadas na Fig. 2, nas ampliações de 500x (Fig. 2-a) e 1000x (Fig. 2-b). A utilização de ampliações baixas decorre do tamanho grosseiro das partículas, sendo estas suficientes para caracterizar as partículas do APT sintetizado como as apresentadas por Liu et. al, (2021b) e Zhang et. al, (2023) com morfologias em forma de barras e cubos, tanto regulares como irregulares, contendo rachaduras e granulação grossa devido à tempos de reação longos.

Figura 2. MEV do APT sintetizado nas ampliações de (a) 500x e (b) 1000x.



No resultado obtido por análise EDS (Fig. 3), novamente se observa a maior quantidade para o W e O, estando os demais elementos em quantidades bem menores. O que é perceptível tanto pelo mapeamento total (Fig. 3-a) ao ter uma imagem com predominância da pigmentação azul e de pontos bem

destacados em amarelo, correspondente respectivamente ao W e O, como também nos mapas individuais (Fig.3(d-j)) e na quantificação contida na Tab. 1.

Figura 3. Análises via EDS do APT sintetizado (a) Mapeamento total, (b) Gráfico de identificação dos elementos, (c) Micrografia, e mapeamento individual dos elementos (d) W, (e) O, (f) Fe, (g) Ta, (h) Zn, (i) S e (j) Ca.

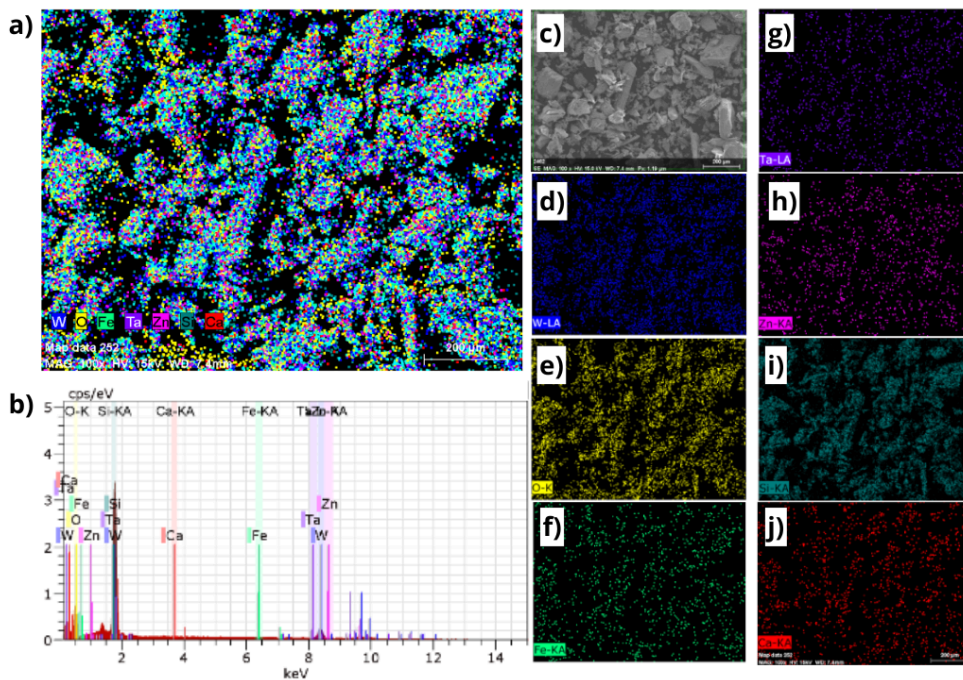


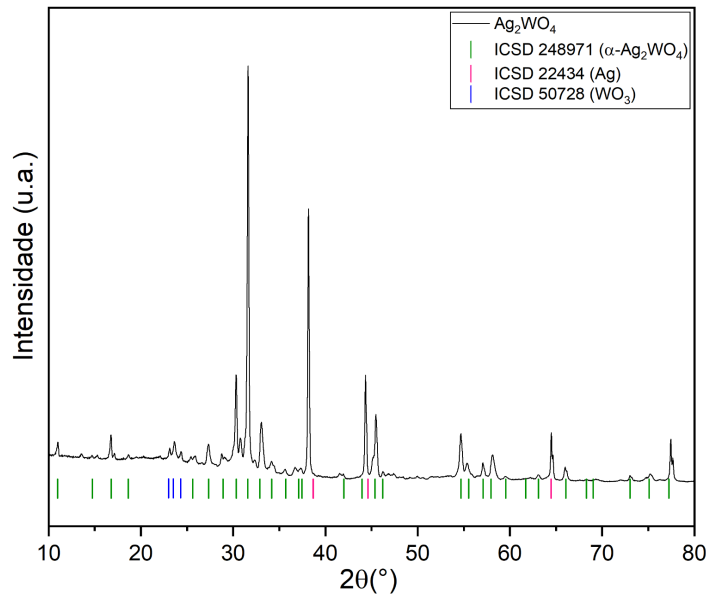
Tabela 1. Quantificação dos elementos do APT identificados via EDS.

Elementos	W	O	Ta	Zn	Si	Fe	Ca	Total
%	29,4	62,93	3,10	2,47	1,67	0,31	0,12	100

Caracterização do Ag_2WO_4

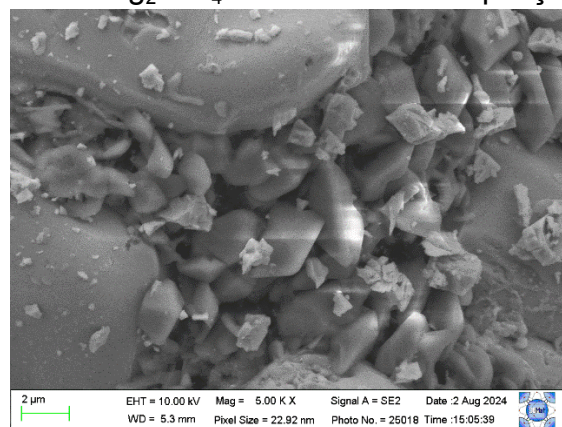
Na Fig. 4 é possível observar que o difratograma apresenta de fato picos característicos do Ag_2WO_4 correspondendo a carta padrão de código ICSD 248971 a qual é referente a fase alfa (α), ou seja, ortorrômbica. Contudo, contém também picos de prata (Ag) nos ângulos próximos a 38° , 45° e 65° , identificados pela carta padrão do ICSD 22434 e do trióxido de tungstênio (WO_3) nas posições 23° , $23,5^\circ$ e $24,3^\circ$ (ICSD 50728). Isso indica que a formação não foi completa. O aspecto de picos bem definidos indica, ainda, que a amostra possui um bom grau de ordem estrutural (2,5).

Figura 4. Difratoograma de Raio-X do Ag_2WO_4 sintetizado.



Na Fig. 5 tem-se a micrografia resultante da análise por MEV com ampliação de 5000x, nos permitindo observar partículas com morfologia semelhante a bastões retangulares e hexagonais e tamanhos de aproximadamente 2 μm , o que confirma a formação do Ag_2WO_4 de fase ortorrômbica, por ser características já relatadas para este material (2,4,7,24). Entretanto, não há uniformidade entre todas as partículas, isso porque não houve a formação completa do Ag_2WO_4 com base no resultado do DRX (Fig.4).

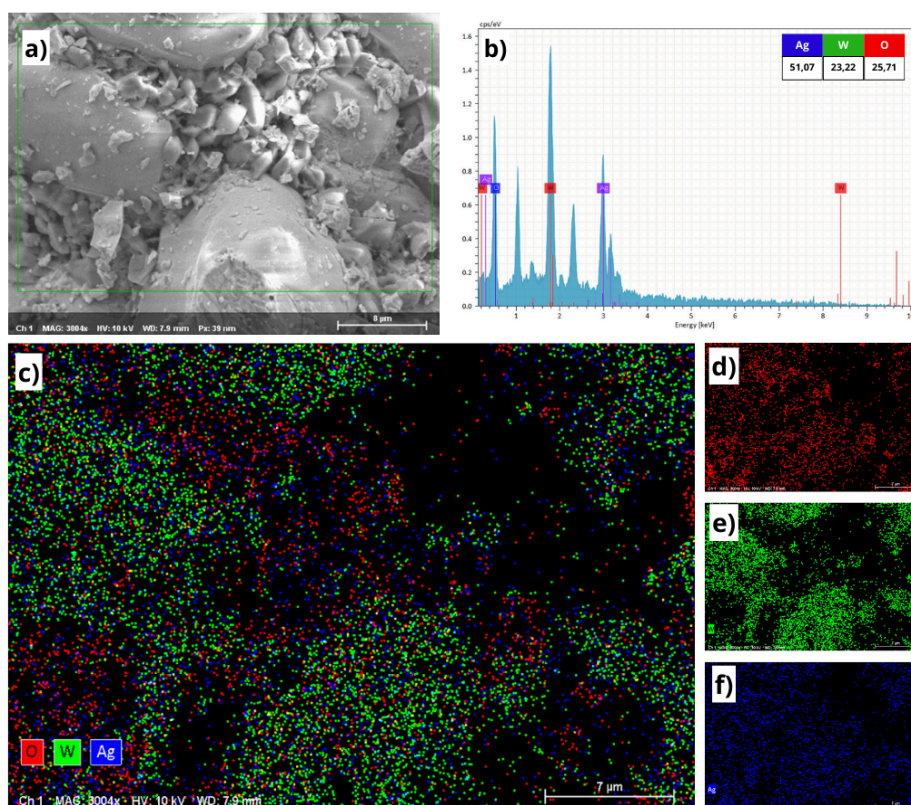
Figura 5. MEV do Ag_2WO_4 sintetizado na ampliação de 5000x.



Os resultados obtidos através da análise por EDS são apresentados na Fig. 6. A Fig. 6-a exibe a micrografia da área de referência que se extraiu os demais dados. A Fig. 6-b mostra os elementos que foram identificados na amostra e sua porcentagem, tendo 51,07 % de Ag, 23,22 % de W e 25,71 % de

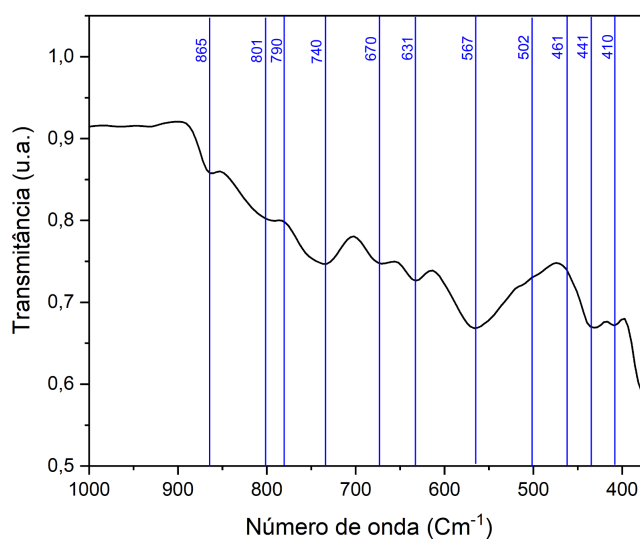
O, com isso pode-se afirmar que não houve contaminação durante o processo. E nas Fig.6-(c-f) tem-se o mapeamento desses elementos na micrografia analisada, sendo o O representado pela coloração vermelha, o W pela verde e a Ag pela azul. Dessa forma, foi possível perceber que os elementos estão bem dispersos, garantindo a amostra uma boa homogeneidade.

Figura 6. Análises via EDS do Ag_2WO_4 sintetizado (a) Micrografia, (b) Gráfico de identificação dos elementos, (c) Mapeamento total, e mapeamento individual dos elementos (d) O, (e) W e (f) Ag.



A Fig. 7 exibe o espectro obtido via análise de FTIR na faixa de 400 a 1000 cm^{-1} , sendo identificados picos nas posições 870, 850, 790, 700, 655, 610, 470, 415 e 400 cm^{-1} . Os picos localizados a esquerda da linha marcada a 740 cm^{-1} (870, 850 e 790 cm^{-1}) e a direita da linha 631 cm^{-1} (470, 415, 400 e 610 cm^{-1}) estão relacionados às ligações entre tungstênio e oxigênio (W–O) decorrentes dos modos de vibração de alongamento assimétrico do grupo $[\text{WO}_4]^{2-}$ (1). O pico a 700 cm^{-1} , entre as linhas 670 e 740 cm^{-1} é atribuído ao modo de flexão da porção W–O–W, enquanto que o pico indicado entre as linhas 631 e 670 cm^{-1} , na posição 655 cm^{-1} indica o alongamento assimétrico dos átomos de oxigênio em ponte no W_2O_2 (1).

Figura 7. Espectro obtido via FTIR do Ag_2WO_4 .



CONCLUSÃO

Diante do exposto, portanto, este estudo valida, principalmente, o método de síntese sol-gel protéico para a obtenção do tungstato de prata na fase ortorrômbica ($\alpha\text{-Ag}_2\text{WO}_4$), mesmo com DRX apresentando picos dos precursores (Ag e WO_3), pois as demais caracterizações apresentam resultados satisfatórios e condizentes com a literatura. Além do mais, como os parâmetros de síntese interferem diretamente nas fases, ajustar esses parâmetros no processo podem possibilitar a formação completa. Bem como, também foi possível validar a metodologia aplicada pelo Projeto PDI - MINERAIS ESTRATÉGICOS/CNPq na sintetização do APT a partir do mineral Scheelita proveniente do nordeste brasileiro.

AGRADECIMENTOS

Capes - CNPq - Projeto PDI - MINERAIS ESTRATÉGICOS/CNPq - (LMCME/UFRN) - LAMMEN - DFTE/UFRN – ECT/UFRN - PPGCEM - UFRN

REFERÊNCIAS:

(1) PEREIRA, P. F. DOS S.; DE FOGGI, C. C.; GOUVEIA, A. F.; PINATTI, I. M.; CABRAL, L. A.; GUILLAMON, E.; SORRIBES, I.; SAN-MIGUEL, M. A.; VERGANI, C. E.; SIMÕES, A. Z.; DA SILVA, E. Z.; CAVALCANTE, L. S.; LLUSAR, R.; LONGO, E.; ANDRÉS, J. Disclosing the Biocide Activity of $\alpha\text{-Ag}_{2-2x}\text{Cu}_x\text{WO}_4$ ($0 \leq x \leq 0.16$) Solid Solutions. INT. J. MOL. SCI, v. 23, p. 10589, 2022. doi.org/10.3390/ijms231810589

(2) ASSIS, M.; CASTRO, M.S.; ALDAO, C.M.; BUONO, C.; ORTEGA, P.P.; TEODORO, M.D.; ANDRÉS, J.; GOUVEIA, A.F.; SIMÕES, A.Z.; LONGO, E.;

MACCHI, C.E.; SOMOZA, A.; MOURA, F.; PONCE, M.A. Disclosing the nature of vacancy defects in α -Ag₂WO₄. MATERIALS RESEARCH BULLETIN, v. 164, p. 112252, 2023. doi.org/10.1016/j.materresbull.2023.112252

(3) AYAPPAN, C.; PALANIVEL, B.; JAYARAMAN, V.; MANI, A. Copper ions induced α -Ag_{2-2x}Cu_xWO₄ (0 ≤ x ≤ 0.12) solid solutions with favorable sunlight photocatalytic removal of toxic pollutants. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, v. 871, p. 159530, 2021. doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159530

(4) DO NASCIMENTO, M. V. B.; NOBRE, F. X.; DE ARAÚJO, E. N. D.; DE ARAÚJO, C. I. L.; COUCEIRO, P. R. C.; MANZATO, L. Ag_{2-x}Cu_xWO₄ Solid Solution: Structure, Morphology, Optical Properties, and Photocatalytic Performance in the Degradation of RhB under Blue Light-Emitting Device Irradiation. J. PHYS. CHEM. C, v. 125, p. 11875-11890, 2021. doi.org/10.1021/acs.jpcc.1c00099

(5) JACOMACI, N.; JUNIOR, E. S.; DE OLIVEIRA, F. M. B.; LONGO, E.; ZAGHETE, M. A. Dielectric Behavior of α -Ag₂WO₄ and its Huge Dielectric Loss Tangent. MATERIALS RESEARCH, v. 22(4), p. 1, 2019. dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0058

(6) TASÇIOĞLU, I.; GIVI, P. G.; YERISKIN, S. A.; KALANDARAGH, Y. A. Examination on the current conduction mechanisms of Au/n-Si diodes with ZnO–PVP and ZnO/Ag₂WO₄–PVP interfacial layers. JOURNAL OF SOL-GEL SCIENCE AND TECHNOLOGY, v. 107, p. 536-547, 2023. doi.org/10.1007/s10971-023-06177-9

(7) AYAPPAN, C.; PALANIVEL, B.; JAYARAMAN, V.; MAIYALAGAN, T.; MANI, A. One-step hydrothermal synthesis of CaWO₄/ α -Ag₂WO₄ heterojunction: An efficient photocatalyst for removal of organic contaminants. MATERIALS SCIENCE IN SEMICONDUCTOR PROCESSING, v. 104, p. 104693, 2019. doi.org/10.1016/j.mssp.2019.104693

(8) WANG, B. Y.; ZHANG, G. Y.; CUI, G. W.; XU, Y. Y.; LIU Y.; XINGA C. Y. Controllable fabrication of α -Ag₂WO₄ nanorod-clusters with superior simulated sunlight photocatalytic performance. INORGANIC CHEMISTRY FRONTIERS, v. 6, p. 209-219, 2019. doi.org/10.1039/c8qi01025k

(9) ZHANG, Y. C.; FU, B. J.; LIU, Q. Preparation of CuNb₂O₆ nanocrystalline powders by sol-gel method. JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS, v. 477, no. 1–2, p. 716–719, 2009. doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.10.108

(10) AZEVEDO, H. V.; RAIMUNDO, R. A.; FERREIRA, L. S.; SILVA, M. M.; MORALES, M. A.; MACEDO, D. A.; CAVALCANTE, D. G. 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

(11) DE ARAÚJO, K. F. G. Obtenção e caracterização de pós nanoestruturados de CuNb₂O₆ sintetizado via reação em estado sólido e sol-gel protéico. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, UFRN, Natal, 2023.

- (12) LIU, X.; XIONG, J.; CHEN, X.; LI, J.; HE, L.; SUN, F.; ZHAO, Z. Acidic decomposition of scheelite by organic sodium phytate at atmospheric pressure. *MINERALS ENGINEERING*, v. 172, p. 107125, 2021a. doi.org/10.1016/j.mineng.2021.107125.
- (13) LI, J.; YANG, J.; ZHAO, Z.; CHEN, X.; LIU, X.; HE, L.; SUN, F. Efficient extraction of tungsten, calcium, and phosphorus from low-grade scheelite concentrate. *MINERALS ENGINEERING*, v. 181, p. 107462, 2022. doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107462.
- (14) LEI, Y.; SUN, F.; LIU, X.; ZHAO, Z. Understanding the wet decomposition processes of tungsten ore: Phase, thermodynamics and kinetics. *HYDROMETALLURGY*, v. 213, p. 105928, 2022. doi.org/10.1016/j.hydromet.2022.105928
- (15) SHEN, L.; LI, X.; ZHOU, Q.; PENG, Z.; LIU, G.; QI, T.; TASKINEN, P. Kinetics of scheelite conversion in sulfuric acid. *JOM*, v. 70, p. 2499-2504, 2018. doi.org/10.1007/s11837-018-2787-2
- (16) JOHNSTON, W. D.; DE VASCONCELLOS, F. M. Scheelite in northeastern Brazil. *ECONOMIC GEOLOGY*, v. 40 (1), p. 34–50, 1945. <https://doi.org/10.2113/gsecongeo.40.1.34>
- (17) CORRÊA, R.S.; OLIVEIRA, C.G.; DANTAS, E.L.; DELLA GIUSTINA, M.E.S.; HOLLANDA, M.H.B.M. The root zones of the Seridó W-skar system, northeastern Brazil: Constraints on the metallogenesis of a large Ediacaran tungsten Province. *Ore Geology Reviews*, v. 128, p. 103884, 2021. doi.org/10.1016/j.oregeorev.2020.103884.
- (18) SHEN, L.; LI, X.; LINDBERG, D.; TASKINEN, P. Tungsten extractive metallurgy: A review of processes and their challenges for sustainability. *MINERALS ENGINEERING*, v. 142, p. 105934, 2019. doi.org/10.1016/j.mineng.2019.105934
- (19) WU, X.; ZHANG, G.; ZENG, L.; ZHOU, Q.; LI, Z.; ZHANG, D.; CAO, Z.; GUAN, W.; LI, Q.; XIAO, L. Study on removal of molybdenum from ammonium tungstate solutions using solvent extraction with quaternary ammonium salt extractant. *HYDROMETALLURGY*, v. 186, p. 218–225, 2019. doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.04.006
- (20) ZHANG, G.; GUAN, W.; XIAO, L.; ZHANG, Q. A novel process for tungsten hydrometallurgy based on direct solvent extraction in alkaline medium. *HYDROMETALLURGY*, v. 165, p. 233–237, 2016. dx.doi.org/10.1016/j.hydromet.2016.04.001
- (21) LIU, L.; XIONG, B.; ZHANG, X.; YE, L. Vacuum pyrolysis of ammonium paratungstate: Study on reaction mechanism and morphology changes of product. *JOURNAL OF ANALYTICAL AND APPLIED PYROLYSIS*, v. 157, p. 105168, 2021b. [doi-org/10.1016/j.jaap.2021.105168](https://doi.org/10.1016/j.jaap.2021.105168)

(22) CHEN, Y.; HUO, G.; GUO, X.; ZHANG, L. Leaching Behavior and Mechanism of Scheelite and Wolframite in Treating a Mixed Scheelite–Wolframite Concentrate by Hydrochloric Acid. JOURNAL OF SUSTAINABLE METALLURGY, v.9, p. 837-847, 2023. doi:10.1007/s40831-023-00696-z

(23) ZHANG, L.; SHEN, L.; ZHOU, Q.; QI, T.; PENG, Z.; LIU, G.; LI, X. 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

(24) ASSIS, M.; PONCE, M. A.; GOUVEIA, A. F.; SOUZA, D.; DA COSTA, J. P. C.; TEODORO, V.; GOBATO, Y. G.; ANDRÉS, J.; MACCHI, C.; SOMOZA, A.; LONGO, E. Revealing the Nature of Defects in α - Ag_2WO_4 by Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy: A Joint Experimental and Theoretical Study. CRYST. GROWTH DES., v. 21, p. 1093–1102, 2021. dx.doi.org/10.1021/acs.cgd.0c01417

PRODUCTION OF APT FROM THE MINERAL SCHEELITE AND ITS APPLICATION IN THE SYNTHESIS OF NANOSTRUCTURED POWDERS OF SILVER TUNGSTATE (Ag_2WO_4) VIA SOL-GEL

ABSTRACT

One of the largest reserves of the scheelite mineral is located in the state of Rio Grande do Norte. However, marketing prioritizes raw ore rather than its derivatives, which reduces economic value. In view of this, the need to implement appropriate physical and chemical processes is sought. Ammonium paratungstate (APT) is obtained from the mineral scheelite (CaWO_4), the precursor in the synthesis processes of W by-products, such as silver tungstate (Ag_2WO_4). Therefore, the present study addresses the production of APT from the treatment of ore through hydrometallurgical processing. Then, after being characterized, APT is applied as a precursor powder together with silver nitrate in the synthesis of Ag_2WO_4 using the sol-gel method. Finally, both powders obtained in this study were subjected to XRD, SEM, EDS and FTIR characterizations. Confirming the obtaining of APT and Ag_2WO_4 in the orthorhombic crystalline phase (α - Ag_2WO_4).

Keywords: Scheelite; APT; Synthesis; Ag_2WO_4 ; Sol-Gel.