

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO (Nb₂O₅) OBTIDAS POR *ELECTROSPINNING*, A PARTIR DE NIÓBIO METÁLICO

G.C. Leindecker⁽¹⁾, A. K. Alves⁽¹⁾, W. Acchar⁽²⁾, C. P. Bergmann⁽¹⁾

⁽¹⁾ UFRGS, ⁽²⁾ UFRN

Av. Osvaldo Aranha, 99 sala 705C. Porto Alegre-RS CEP 90035-190

gileindecker@gmail.com

RESUMO

Electrospinning é um método que utiliza fontes de alta tensão e baixa corrente para produzir fibras de diâmetro reduzido, quando um jato de um material fluido é acelerado e estirado na presença de um campo elétrico externo. O pentóxido de nióbio tem apresentado resultados promissores para aplicação em fotocatalise, por ser facilmente recuperado e reciclado ao final do processo. No presente trabalho, foram produzidas fibras do compósito Nb/PVP (polivinilpirrolidona), pelo método de electrospinning. Estas fibras foram calcinadas a temperatura de 500°C para obtenção de fibras cerâmicas de pentóxido de nióbio. Por fim, as fibras foram caracterizadas através de análises térmicas, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

Palavras-chave: electrospinning, nióbio, pentóxido de nióbio, nanofibras.

INTRODUÇÃO

Electrospinning é um método que utiliza fontes de alta tensão (5-50kV) e baixa corrente (0,5-1µA) para produzir fibras de diâmetro reduzido, quando um

jato de um material fluido é acelerado e estirado na presença de um campo elétrico externo ^(1,2,3).

O processo de *electrospinning* consiste basicamente em um reservatório para a solução, uma fonte de alta tensão e um coletor, onde as fibras serão depositadas. A solução polimérica contida no reservatório, usualmente uma seringa, é forçada a escoar por uma agulha fina ou bico injetor por ação da gravidade ou com o auxílio de uma bomba de infusão, na presença de um campo elétrico externo, até atingir o tubo coletor.

Quando o campo elétrico é suficientemente intenso para superar a tensão superficial de uma dada solução polimérica, um jato de solução é formado e acelerado pelo campo elétrico na direção do eletrodo aterrado, que serve de coletor para as fibras. As fibras são formadas, enquanto o jato está sendo acelerado, ou seja, durante o tempo no qual o jato da solução é formado a partir do bico injetor até chegar ao coletor, e isto acontece porque ocorre o alongamento do jato e a evaporação do solvente, fazendo com que as cadeias fiquem cada vez mais juntas, levando assim a deposição da fibra seca no coletor ⁽⁴⁾.

Nanofibras cerâmicas possuem um grande número de aplicações práticas, tais como, compósitos estruturais, sensores, capacitores, resistores, diodos, baterias, sistemas de liberação de drogas e vasos sanguíneos ⁽⁵⁾.

O pentóxido de nióbio tem apresentado resultados promissores para aplicação em fotocatalise, por ser facilmente recuperado e reciclado ao final do processo. Catalisadores de compostos à base de nióbio, principalmente na forma de óxidos, podem ser empregados como fase ativa, promotor e suportes em vários sistemas reacionais^(6,7). Além disso, catalisadores na forma de fibras apresentam vantagem em relação aos catalisadores particulados, tanto por sua grande área superficial, como pela ausência da necessidade de um suporte (auto-suportados).

Neste contexto, este trabalho visa estudar a produção e caracterização de fibras de pentóxido de nióbio por *electrospinning*, a partir do nióbio metálico. Estas fibras foram caracterizadas através de análises térmicas, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

MATERIAIS E MÉTODOS

As substâncias utilizadas neste trabalho estão listadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Substâncias utilizadas e sua principal função.

SUBSTÂNCIAS	FUNÇÃO
Nióbio metálico	Precursor
Polivinilpirrolidona (PVP)	Ajuste de viscosidade
Álcool etílico anidro	Diluição

A metodologia aplicada para a síntese das nanofibras envolveu as seguintes etapas:

1. Preparação da solução;
2. *Electrospinning* da solução obtida, a fim de se obter nanofibras de Nb₂O₅;
3. Calcinação das fibras do composto Nb/PVP, a fim de se obter fibras cerâmicas;
4. Caracterização das fibras cerâmicas obtidas.

Na preparação da solução foram adicionados 0,1g de níobio metálico em pó em 6mL da solução polimérica de PVP 10%, seguido de agitação mecânica por 30 minutos.

Para a etapa de *electrospinning*, foi utilizado um equipamento que consiste em um reservatório para a solução, uma fonte de alta tensão e um coletor, onde as fibras serão depositadas, como representado na Figura 1.

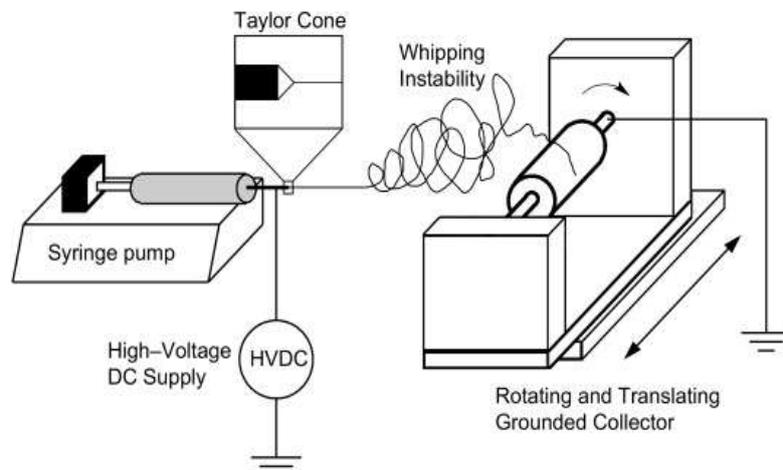


Figura 1 - Montagem esquemática de um sistema de *electrospinning*.

Durante o processo de *electrospinning*, foi analisada a influência da variação da tensão aplicada nas características morfológicas das fibras formadas. Os parâmetros utilizados no processo de *electrospinning* estão listados na Tabela 2.

Tabela 2 - Parâmetros utilizados no processo de *electrospinning*.

Vazão (mL/h)	2,5
Tensão de trabalho (kV)	12, 13,14
Diâmetro externo da agulha (mm)	1,2
Distância entre agulha e coletor (mm)	120

Após a síntese, as fibras foram calcinadas a 500°C com taxa de aquecimento de 60°C/h e patamar de 1 hora, seguida de caracterização morfológica por microscopia eletrônica de varredura, análise térmica e difração de raios X para identificação das fases presentes.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise termogravimétrica do compósito Nb/PVP é apresentada na Figura 2. Pode-se observar uma pequena perda de massa até aproximadamente 250°C, relativa evaporação da água e do solvente contido nas fibras. A partir desta temperatura até aproximadamente 600°C, ocorre a maior perda de massa causada, provavelmente, pela decomposição térmica do veículo polimérico.

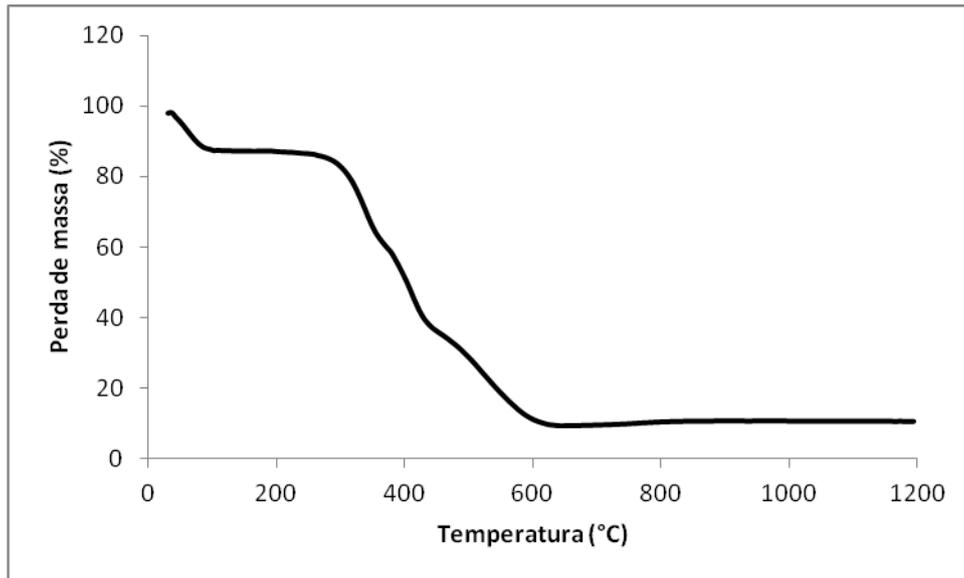
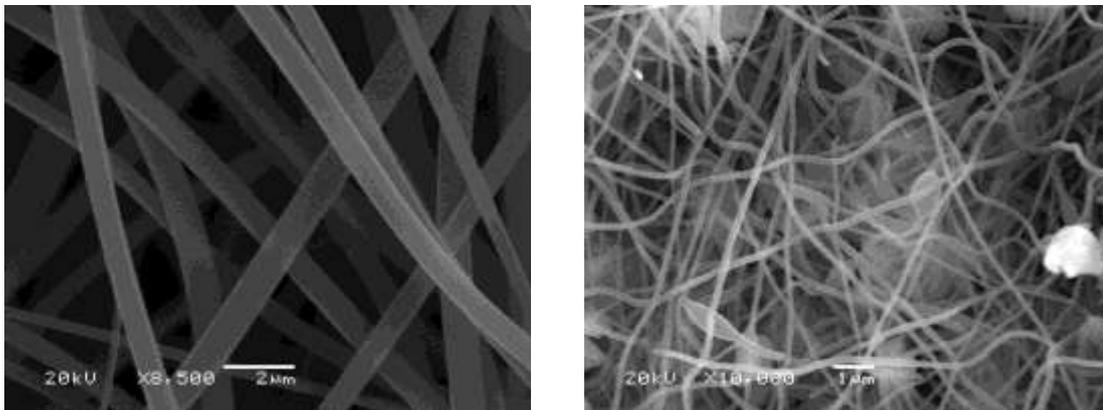


Figura 2 - Análise termogravimétrica das fibras de Nb_2O_5 produzidas por *electrospinning*.

A Figura 3 apresenta imagens das fibras de Nb_2O_5 obtidas por microscopia eletrônica de varredura, antes e após o tratamento térmico.



(a)

(b)

Figura 3 - Fibras de Nb_2O_5 obtidas por *electrospinning* (a) antes da calcinação, (b) depois da calcinação.

A Tabela 3 apresenta o diâmetro médio das fibras obtidas antes do tratamento térmico para cada tensão utilizada. Observa-se que as fibras sofreram uma pequena redução no diâmetro, conforme a tensão foi aumentada. Isso ocorre devido à tensão elétrica indicar a força com que o fluido que sai da

agulha será estirado. Assim, quanto maior a força de estiramento, menores serão as fibras produzidas.

Tabela 3 – Relação entre a tensão utilizada e o diâmetro médio das fibras obtidas antes do tratamento térmico.

Tensão de trabalho (kV)	12	13	14
Diâmetro médio das fibras (μm)	0,68	0,65	0,61

A relação entre a tensão de trabalho e o diâmetro médio das fibras após o tratamento térmico, é apresentada na Tabela 4. A redução do diâmetro foi de aproximadamente 50%, sendo que a fibra produzida com tensão de 14kV apresentou maior diferença entre o diâmetro médio da fibra antes e após a calcinação. Essa redução significativa no diâmetro das fibras é referente à perda de água e materiais orgânicos, como o PVP, durante o tratamento térmico.

Tabela 4 - Relação entre a tensão utilizada e o diâmetro médio das fibras obtidas após do tratamento térmico.

Tensão de trabalho (kV)	12	13	14
Diâmetro médio das fibras (μm)	0,33	0,31	0,28

Através da análise dos resultados de difração de raios X apresentados na Figura 4, verificou-se a cristalização do pentóxido de nióbio na temperatura utilizada na calcinação da fibra (500°C). Pode-se observar no difratograma o surgimento de vários picos característicos correspondentes a estrutura esperada, como os picos em 23, 28, 37°.

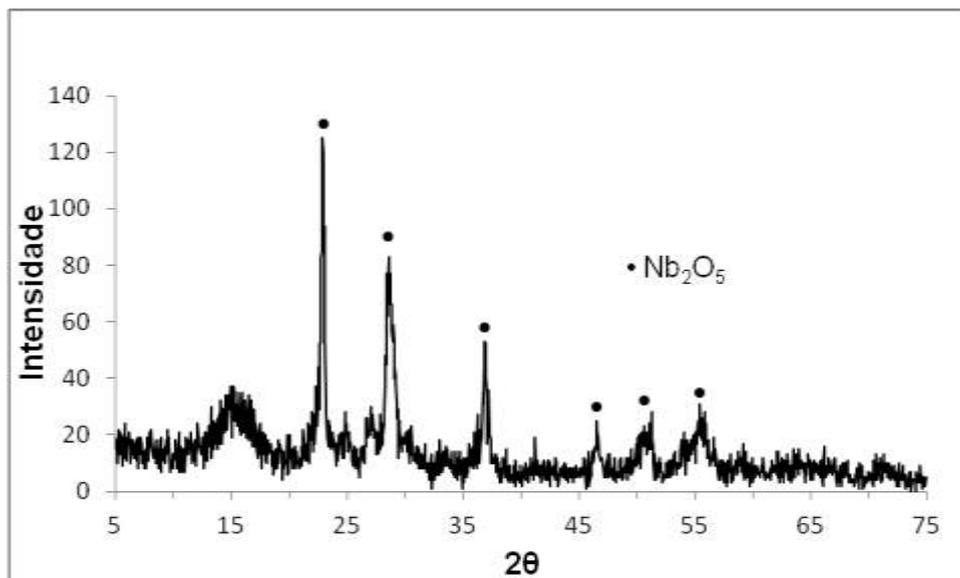


Figura 4 - Difratoograma das fibras obtidas por *electrospinning* calcinadas a 500°C (JCPDS 27-1312).

CONCLUSÕES

Através da análise dos resultados obtidos, conclui-se que é possível obter fibras de pentóxido de nióbio através da técnica de *electrospinning*. Neste trabalho foram produzidas fibras cerâmicas de Nb₂O₅ com diâmetro médio em torno de 0,30 μm.

Observou-se que o aumento da tensão aplicada durante processo de produção das fibras provoca uma redução no diâmetro das mesmas. Após a calcinação a 500°C, a estrutura das fibras foi mantida, porém, seu diâmetro foi reduzido à aproximadamente metade do apresentado antes do tratamento térmico, formando um filme fino e quebradiço.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Propriedades Físicas dos Materiais Cerâmicos (LaPFIMC) da UFRN.

REFERÊNCIAS

1) SHAO, C. GUAN, H. LIU, Y, GONG. J, YU, N., YANG, X. A Novel method for making ZrO₂ nanofibers via an electrospinning technique. Journal of Chrystal Growth, 267,380-384. 2004.

- 2) AZAD, A. M. Fabrication of yttria-stabilized zirconia nanofibers by electrospinning. *Materials Letters*, v. 60 pp. 67-72, 2006.
- 3) SIGMUND, W., YUH, J., PARK, H., MANEERATANA, V., PYRGIOTAKIS, G., DAGA, A., TAYLOR, J. AND NINO, J.C. Processing and Structure Relationships in Electrospinning of Ceramic Fiber Systems, *Journal of the American Ceramic Society*, 89, 395, 2006.
- 4) NIETO, J.R.C. Produção de Heterojunções de Polianilina/Silício e Nanofibras de Polianilina para aplicações em dispositivos híbridos. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco: Recife.
- 5) KLEIN, L. Sol-Gel Process. *Engineered Materials Handbook, V.4 Ceramics and Glasses*, ASM International, pp. 209-213, 1991.
- 6) GONZALEZ, W. A. Propriedades físico-químicas e catalíticas do Nb₂O₅ preparado por diferentes métodos, 1990. Tese de Doutorado em Ciências em Química, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.
- 7) ZIOLEK, M. Niobium-containing catalysts – the state of art. *Catalysis Today*, 78, 47-64, 2003.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF FIBER NIOBIUM PENTOXIDE (Nb₂O₅) FIBERS BY ELECTROSPUN, FROM METAL NIOBIUM

ABSTRACT

Electrospinning is a method that uses high voltage and low electrical currents to produce fibers with reduced diameter, when a jet of a fluid material is accelerated and stretched in the presence of an external electric field. The niobium pentoxide has shown promising results for application to photocatalysis because it is easily recovered and recycled at the end of the process. In this paper, the composite fibers Nb/PVP (polyvinylpyrrolidone) were produced by the method of electrospinning. These fibers were heat treated at 500°C to obtain ceramic fibers of niobium pentoxide. Finally, the fibers were characterized by thermal analysis, X-Ray diffraction and SEM.

Key-words: electrospinning, niobium, niobium pentoxide, nanofibers.