

## OBTENÇÃO DE FIBRAS INORGÂNICAS DE Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> VIA ELECTROSPINNING & SOLUTION BLOW SPINNING

Edson Tobias de Jesus<sup>1,2</sup>; Mayara Coelho Sá<sup>1,2</sup>; Aline Aparecida Becaro<sup>2</sup>; Edjane Rocha dos Santos<sup>2</sup>; Elaine Cristina Paris<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) - Departamento de Química, Rodovia Washington Luiz, s/n, Km 235 13565905, São Carlos, SP.

<sup>2</sup> LNNA- Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação, Rua XV de Novembro 1452, 13560-970, São Carlos, SP. e-mail de contato: [tobiasedson@ifma.edu.br](mailto:tobiasedson@ifma.edu.br)

**Classificação:** Novos materiais e processos em nanotecnologia e suas aplicações no agronegócio

### Resumo

Micro e nanofibras têm sido produzidas por diferentes materiais, incluindo carbono, polímeros e metais. Porém, com o desenvolvimento da técnica de electrospinning (ES), diferentes fibras cerâmicas têm sido produzidas, a saber: TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> etc. Neste trabalho, compósitos de nióbio/polivinilpirrolidona (Nb/PVP) foram sintetizados por electrospinning (ES) e Solution Blow Spinning (SBS). Após tratamento térmico à 600°C, fibras cerâmicas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram obtidas. Essas fibras foram caracterizadas por espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Difração de raios X (DRX) e Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG). Assim, foram possíveis obter fibras cerâmicas, utilizando concentração do precursor de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, no SBS com concentração, pelo menos, 10 vezes maior daquelas produzidas por ES, com diâmetro de 44 nm e de 144 nm no SBS. Ambas formaram a fase hexagonal do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (T-ortorrômbica).

**Palavras-chave:** Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; Fibras cerâmicas; Nanofibras

### TITLE: OBTENTION OF INORGANIC FIBERS FROM Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> BY ELECTROSPINNING AND SOLUTION BLOW SPINNING

#### Abstract

Micro and Nanofibers have been fabricated in various materials, including carbons, polymers and metals. Moreover, the development of electrospinning technique offers various ceramic fibers, namely; TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> etc., In this work, micro and nanofiber composites of niobium/polyvinylpyrrolidone (PVP) were synthesized by electrospinning (ES) and solution blow spinning (SBS) techniques. By using these techniques, ceramic nanofibers of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> were obtained by the heat treatment at 600° C. The fibers were characterized by Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD) analysis, and Field-emission gun scanning electron microscopy (FEGSEM). From this investigation, it is observed that the fibers obtained in the SBS technique 10 times greater than the electrospinning technique in terms of concentration, with an average diameter of 144 nm and 44 nm, respectively. The heat treatment of fibers from both the techniques resulted in the formation of hexagonal phase of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (T-orthorhombic).

**Keywords:** Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; Ceramic fibers; Nanofibers

### 1 INTRODUÇÃO

A literatura tem reportado diferentes fibras inorgânicas de TiO<sub>2</sub>, SnO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> entre outras, obtidas pela técnica de ES (electrospinning) e mais recentemente, fibras cerâmicas de TiO<sub>2</sub> produzidas pela técnica SBS (WANG et al 2017). Essas fibras contêm formas e espessuras definidas, orientadas em uma dimensão (1D), as quais podem ser medidas nas escalas micro ou nanométrica. Algumas apresentam boas propriedades elétricas, grande área superficial, porosidade e muitas delas têm sido aplicadas em sensores, catálise, baterias solares e tratamento de água (TOLASA et al, 2016).

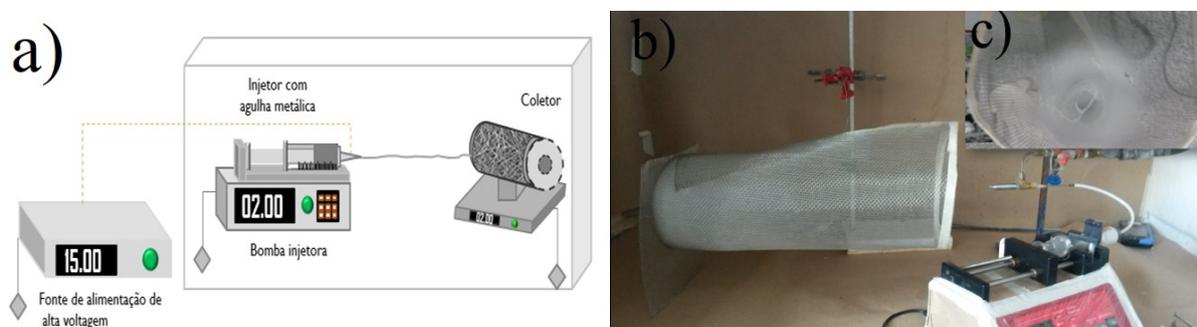
Neste trabalho, foram obtidas fibras inorgânicas de pentóxido de nióbio, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, com utilização do método sol gel, pelas técnicas de ES e SBS. Esta última, com o objetivo de reduzir o

custo e aumentar o rendimento do material no final do processo. Uma vez que a técnica SBS é bem mais acessível e permite produzir uma quantidade de fibras muito maior, em um curto intervalo de tempo, comparada com a ES. Outra vantagem é o fato de que ao invés de usar tensão elétrica no processamento das fibras, como na ES, usa-se ar pressurizado.

Assim, a partir das caracterizações iniciais de DRX pode observar fases inorgânicas como T-ortorrômbica do pentóxido de nióbio nas fibras produzidas por ES, que corroboram com os resultados reportados por Leindecker, Alves e Bergmann (2014). Por outro lado, as fibras cerâmicas produzidas por SBS também confirmaram essa fase. No entanto, depois da avaliação das propriedades elétricas desses materiais, pretende-se aplicá-los em sensores e verificar se esses materiais possuem atividades fotocatalíticas frente a compostos orgânicos.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Nessa etapa, foram utilizadas as técnicas ES e SBS. A primeira consiste basicamente de uma fonte de alimentação de alta voltagem, uma bomba, um injetor com agulha metálica e um coletor. A segunda, ao em vez de utilizar uma fonte de alimentação de alta voltagem, utiliza-se uma fonte de ar pressurizado. Os demais componentes e o modo de funcionamento são semelhantes, conforme ilustrado na Figura 1.

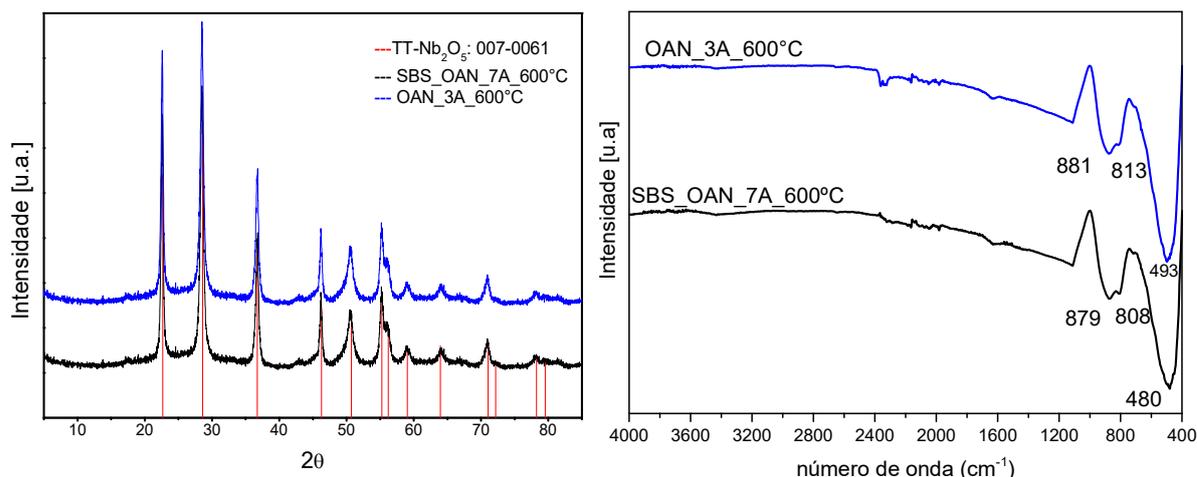


**Figura 1.** a) Sistema de electrospinning (ES) e b) Sistema de blow spinning (SBS): c) Aparato de coleta das mantas de fibras (compósito).

Para obtenção das fibras foram preparadas soluções utilizando o polímero polivinilpirrolidona (PVP), etanol e o oxalato amoniacal de nióbio (OAN). Inicialmente, o precursor (OAN), em proporções adequadas de PVP, foi adicionado numa solução de 10% (PVP/etanol), depois de certo tempo de agitação, a solução foi levada tanto para o sistema de ES como para o SBS para produção dos filmes (Mantas). Depois de seca em estufa, para eliminação do solvente residual, os filmes (Mantas) foram submetidos ao tratamento térmico à 600°C/3h para obtenção das fibras inorgânicas.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

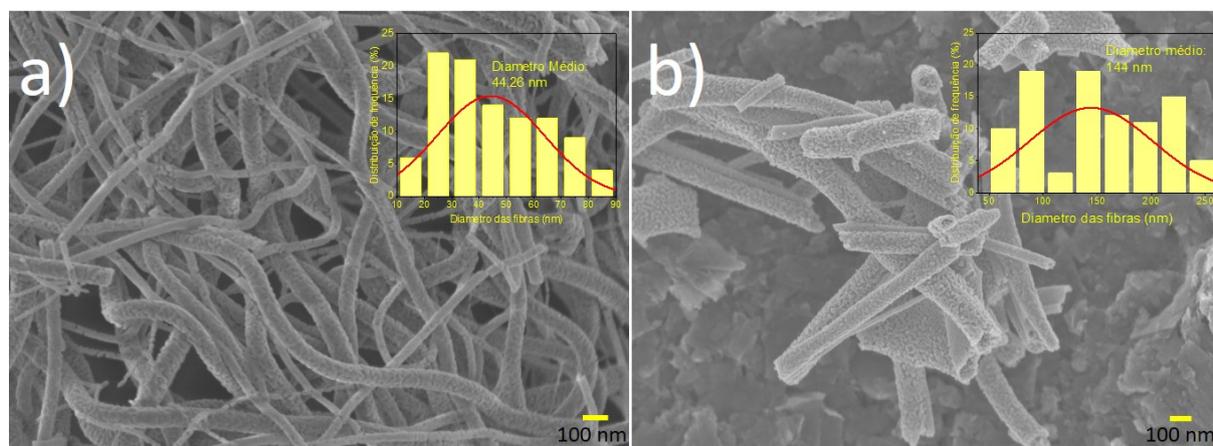
A partir dos difratogramas de raios X foi possível obter informações sobre os padrões de difração do material, analisado em média e longa distância. Sendo assim, a Figura 2a apresenta os difratogramas de raios X das fibras inorgânicas. Observa-se a definição dos picos característicos do material, com padrões de difração das amostras obtidas, semelhantes a fase Tortorrômbica, T-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, de acordo com o Joint Committee on Powder Diffractions Standards (JCPDS, nº 007-0061 para a T-ortorrômbica). Esses resultados corroboram com aqueles reportados por Tamura (1972) e Nico & Monteiro, (2016) afirmam que a fase T-ortorrômbica é esperado entre 600°C e 800°C. Além disso, foi utilizada a análise de espectroscopia na região de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), com o intuito de complementar a análise estrutural, verificando se há espécies absorvidas na superfície das amostras, com observação dos modos vibracionais presentes na região do infravermelho, Figura 2b.



**Figura 2.** a) Difratogramas de raios X de nanofibras inorgânicas e b) Espectros de FTIR das fibras inorgânicas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  calcinadas à  $600^\circ\text{C}/3\text{ h}$ .

De acordo com a Figura 2a, as bandas entre  $500$  e  $1000\text{ cm}^{-1}$  são características das ligações de nióbio e oxigênio, podendo ser atribuídas ao estiramento da ligação  $\text{Nb}=\text{O}$  e as vibrações angulares da ligação  $\text{Nb}-\text{O}-\text{Nb}$  (Lopes et al, 2014).

Para analisar a forma, tamanho das fibras cerâmicas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  produzidas por ES e SBS, calcinadas à  $600^\circ\text{C}/3\text{h}$ , foram obtidas imagens de microscopias de varredura, (MEV-FEG), conforme Figura 3.



**Figura 3.** Imagens de MEV\_FEG das fibras inorgânicas obtidas por: a) ES, OAN\_3A e b) SBS, OAN\_7A.

A Figura 3 apresentam as morfologias das fibras obtidas por ES e SBS. As fibras cerâmicas  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  produzidas por ES apresentam tamanho médio de aproximadamente  $44\text{ nm}$  (Figura 3a), enquanto aquelas produzidas por SBS apresentam tamanho médio de  $144\text{ nm}$  (Figura 3b). Por outro lado, a técnica de SBS apresenta vantagens no que se refere ao custo, como também no rendimento final do material produzido, uma vez que através dessa técnica é possível aumentar a concentração de OAN em pelo menos 10 vezes mais em relação à concentração utilizada para produzir fibras por ES. No entanto, pode-se observar que as fibras cerâmicas apresentam porosidade semelhantes em ambas imagens (Figura 3). Por outro lado, a obtenção das fibras de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , além do controle de viscosidade, envolve diferentes etapas durante o processo, a saber: a) evaporação do polímero PVP; b) nucleação e crescimentos dos cristais de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e c) transporte de massa na calcinação das mantas para formação das fibras sem a destruição do formato (1D). (LE VIET et al, 2010).

#### 4 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados foram obtidas fibras inorgânicas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> utilizando o oxalato amoniacal de nióbio como precursor e PVP, através das técnicas de ES e SBS. Contudo, as fibras obtidas por ES apresentaram tamanhos menores (44 nm), comparada com aquelas produzidas por SBS (144 nm). No entanto, o SBS é uma técnica mais acessível e permite aumentar a concentração da solução (OAN) em pelo menos 10 vezes mais que àquela adequada para produzir fibras (OAN) por ES, possibilitando o aumento do rendimento final do material.

#### AGRADECIMENTOS

Agradecemos aos técnicos e analistas da Embrapa Instrumentação pelo suporte técnico. Alunos do Grupo de Pesquisa pela parceria. SISNANO/MCTI, CNPQ, CAPES, FINEP, IFMA e Embrapa/ Rede AgroNano pelo apoio financeiro.

#### REFERÊNCIAS

- LE VIET, A. et al Nanostructured Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Polymorphys by Eletrospinning for rechargeable lithium batteries. *Journal Physis Chemistry*, v.144, p.664-671, 2010.
- LEINDECKER, G. C.; ALVES, A. K.; BERGMANN, C.P. Synthesis of niobium oxide fibers by electrospinning and characterization of their morphology and optical properties. *Ceramics Internacional*, v.40, p. 16195-16200, 2014.
- LOPES, O.F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Synthesis of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles through the oxidant peroxide method applied to organic pollutant photodegradation: A mechanistic Study. *Applied Catalysis B: Environmental*, v. 144, p.800–808, 2014.
- TOLOSA, A. et Al. Niobium carbide nanofibers as a versatile precursor for high power supercapacitor and high energy battery electrodes. *Jounal of Materials Chemistry A*, v.4, p.16003-16016, 2016.
- WANG, H. et al. Ultralight, Scalable, and high-temperature-resilient ceramic nanofiber sponges. *Science Advance*, v.3, p.1-9, 2017.