



Produção e caracterização de nanofluidos de Óxido de Nióbio

Production and characterization of Niobium Oxide nanofluids

Talita Berger do Couto¹, Rozane de Fatima Turchiello Gomez²

RESUMO

O nióbio é um elemento químico que apresenta diversas aplicações nas engenharias, sendo considerado um material promissor para uso na área de nanotecnologia, devido às suas propriedades químicas e físicas únicas. Diante desse cenário, o objetivo do presente trabalho foi sintetizar o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) utilizando o método Sol-Gel, para a produção de nanofluidos. Após a síntese, o material foi calcinado e caracterizado utilizando as técnicas de MEV/EDS, TGA e DRX. Os resultados de MEV mostraram uma certa aglomeração das amostras estudadas, mas que possibilitou a determinação do tamanho das nanopartículas, que variaram de 120 a 160 nm. A análise de EDS revelou a presença de compostos de nióbio e oxigênio em média de 59,8% para nióbio e 40,2% para oxigênio. As análises de DRX indicaram que o pó obtido era amorfo antes da calcinação, mas após a calcinação a 650 °C, foi obtida a fase cristalina ortorrômbica (T- Nb_2O_5). Para a preparação dos nanofluidos, o pó foi dissolvido em acetona. Para trabalhos futuros, os nanofluidos de óxido de nióbio serão aplicados em sistemas de trocadores de calor e termossifões, com o objetivo de aumentar a condutividade térmica do fluido base e, conseqüentemente, melhorar a eficiência da troca térmica.

PALAVRAS-CHAVE: método Sol-Gel; nanofluidos; pentóxido de nióbio.

ABSTRACT

Niobium is a chemical element with various applications in engineering and is considered a promising material for use in the field of nanotechnology due to its unique chemical and physical properties. In this context, the present study aimed to synthesize niobium pentoxide (Nb_2O_5) using the Sol-Gel method to produce nanofluids. After synthesis, the material was calcined and characterized using MEV/EDS, TGA, and DRX techniques. The MEV results showed some sample agglomeration but allowed for the determination of nanoparticle sizes, which ranged from 120 to 160 nm. EDS analysis revealed the presence of niobium and oxygen compounds, with an average composition of 59.8% niobium and 40.2% oxygen. DRX analyses indicated that the obtained powder was amorphous before calcination, but after calcination at 650 °C, the orthorhombic crystalline phase (T- Nb_2O_5) was obtained. For the preparation of nanofluids, the powder was dissolved in acetone. In future work, niobium oxide nanofluids will be applied in heat exchanger and thermosyphon systems to enhance the thermal conductivity of the base fluid and, consequently, improve thermal exchange efficiency.

KEYWORDS: Sol-Gel method; nanofluids; niobium pentoxide.

INTRODUÇÃO

A nanotecnologia tem sido amplamente aplicada em diversas áreas da engenharia, permitindo a produção de materiais com novas propriedades e funcionalidades (SANFELICE, PAVINATTO, CORRÊA, 2022). O nióbio é considerado um material promissor para aplicações em nanotecnologia, devido às suas propriedades químicas e físicas únicas. Particularmente, o Nb_2O_5 em suas variadas nanoestruturas e morfologias tem sido foco de estudo justamente pelas características particulares do nióbio, as quais podem enriquecer vários produtos já bem estabelecidas dentro do mercado, aumentando ainda mais sua eficiência, além de permitir novos produtos (FALK, 2017). As nanopartículas

¹ Bolsista da Fundação Araucária. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil. E-mail: talitabergerdocouto@gmail.com. ID Lattes: <http://lattes.cnpq.br/9514978014119197>.

² Docente do PPGEM CP/PG. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, Paraná, Brasil. E-mail: turchiel@utfpr.edu.br. ID Lattes: <http://lattes.cnpq.br/3884155143293507>.

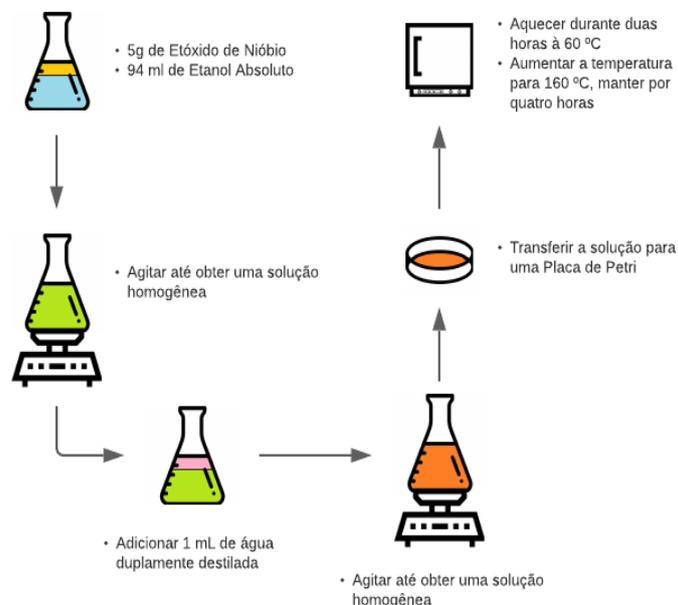
de nióbio apresentam diversas aplicações, como na produção de catalisadores, sensores, materiais eletrônicos, baterias, entre outras. É natural afirmar que, por ser um objeto de estudo valioso como citado acima, inúmeros métodos para a produção dessas nanopartículas sejam explorados. Um dos métodos utilizados atualmente é o método de síntese Sol-Gel, abordado por Ristic e colaboradores (RISTIĆ, POPOVIĆ, MUSIĆ, 2004), de duas formas diferentes. Ambas as rotas utilizam o etóxido de nióbio como material precursor e etanol absoluto como solvente. O reagente necessário para formar o precipitado varia de acordo com as rotas, sendo uma amônia e a outra, a água duplamente destilada. O material residual das duas rotas é então seco e calcinado para a formação das fases cristalinas do nanomaterial.

O uso das nanopartículas obtidas pelo método acima descrito encontra aplicações na área de transferência de calor, utilizando os chamados nanofluidos, que são definidos como: fluidos complexos compostos por uma pequena fração volumétrica de nanopartículas de materiais metálicos ou não metálicos, que ao serem adicionadas em determinadas concentrações ao fluido base, alteram significativamente suas propriedades térmicas e tribológicas. Nesse sentido, o objetivo do presente trabalho foi sintetizar o Nb_2O_5 utilizando o método Sol-Gel, para a produção de nanofluidos.

MATERIAIS, MÉTODOS E TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Após revisão bibliográfica sobre os possíveis métodos de síntese do material em estudo, o método escolhido foi o Sol-Gel (RISTIĆ, POPOVIĆ, MUSIĆ, 2004), como demonstrado nas Figuras 1 e 2.

Figura 1 – Resumo da metodologia utilizada para a síntese Sol-Gel do óxido de nióbio



Fonte: Autoria própria (2023).



Figura 2 – Passos da síntese Sol-Gel para a obtenção do óxido de nióbio



Fonte: Autoria própria (2023).

Como material de partida utilizamos 5 g do etóxido de nióbio ($\text{Nb}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$) líquido - adquirido da Sigma-Aldrich. Posteriormente, foi adicionado 94 mL de etanol absoluto, mantendo sob forte agitação. Logo após a dissolução, 1 mL de água duplamente destilada foi adicionada à solução obtida anteriormente. A solução final foi transferida para uma placa de petri de vidro e levada à estufa, aquecida a 60 °C durante as primeiras duas horas, e 160 °C por quatro horas. Após, o precipitado foi levado ao forno, mantendo uma taxa de aquecimento de 50 °C por min, tendo 10 minutos de estabilização, até atingir 650 °C, sendo calcinando por duas horas. No dia seguinte a amostra foi transferida para o almofariz de ágata com superfície altamente polida para moer o pó obtido após o processo de calcinação.

Dentre as técnicas de caracterização do pó calcinado foram utilizadas a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). O equipamento utilizado foi o Microscópio Eletrônico de Varredura Tescan Vega 3.

A identificação das fases presentes na amostra sintetizada foi realizada utilizando um Difratorômetro de Raios-X da marca Shimadzu modelo XRD-7000, com radiação $\text{CuK}\alpha$ (1,54 Å), tensão de 30 kV e corrente de 30 mA. Os difratogramas foram obtidos no intervalo de 2θ de 20–80° em modo contínuo, com varredura de 2° por minuto.

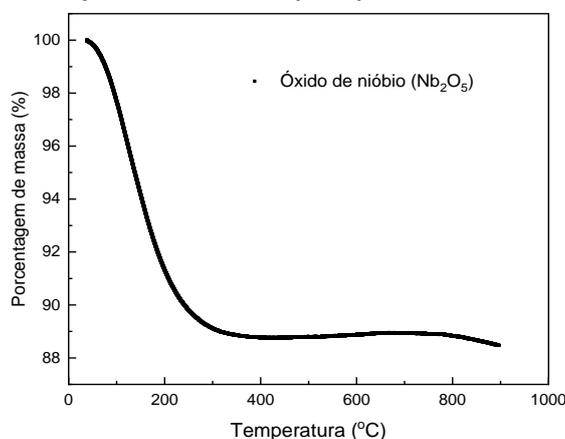
A Análise Termogravimétrica (TGA) foi utilizada para a verificação da perda de massa da amostra sintetizada e determinação da temperatura de calcinação. Dessa forma, a amostra foi aquecida gradualmente enquanto sua massa foi monitorada. As mudanças na massa foram registradas em função da temperatura, gerando um termograma que mostra as alterações na taxa de perda de massa. O modelo do Analisador Térmico Simultâneo utilizado foi o da marca Setaram, modelo Labys Evo S60-58986.

Inicialmente, os cadinhos de alumina foram queimados a 920 °C e estabilizados por duas horas. Após esse tempo, foi resfriado no forno até atingir a temperatura ambiente e transferido para um secador com sílica gel até o momento do ensaio. Primeiramente, o ensaio foi feito com um cadinho vazio sendo aquecido até 40 °C por 10 minutos. Na etapa seguinte, a temperatura foi elevada até 900 °C com uma taxa de aquecimento de 10°C/minuto, e resfriado a uma taxa de 20 °C/min até a temperatura ambiente. O forno foi mantido em atmosfera inerte com argônio de 99,99% de pureza durante todo o ensaio. Na sequência, o processo foi repetido com um cadinho de alumina para o Nb_2O_5 . Posteriormente os dados foram filtrados fazendo a subtração da massa do cadinho vazio.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

É possível observar, a partir da análise da Figura 3, na curva de TGA, que ocorreu uma perda de massa do óxido de nióbio, representada em porcentagem, com o aumento da temperatura, havendo uma estabilização para temperaturas mais elevadas. Esses eventos endotérmicos estão relacionados com a evaporação de moléculas de água adsorvidas física e quimicamente no material e à degradação de compostos orgânicos. Pode-se observar uma perda de massa em torno de 11%. Valores similares foram observados no trabalho de Ristic e colaboradores (RISTIĆ, POPOVIĆ, MUSIĆ, 2004). Baseado nos resultados da perda de massa foi determinada a temperatura de calcinação do material (650 °C).

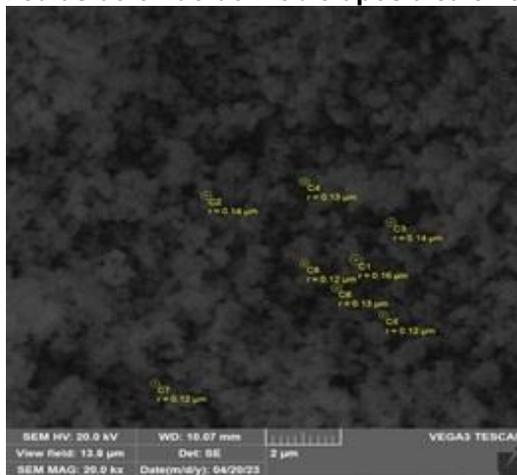
Figura 3 - Curvas de perda de massa (TGA) do óxido de nióbio sintetizado



Fonte: Autoria própria (2023).

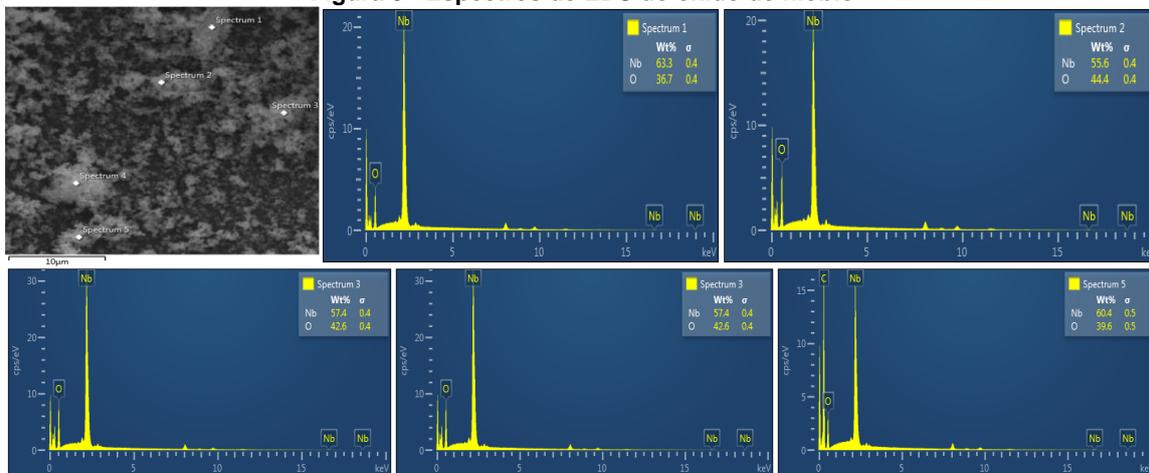
A partir das medidas de MEV (Figura 4), foi possível quantificar o tamanho das nanopartículas de óxido de nióbio sintetizado e calcinado a 650 °C, que variaram entre 120 e 160 nm. Além disso, foi possível observar as nanopartículas, em sua maioria, com formato esférico. Na Figura 5, à direita, estão ilustrados os pontos onde os espectros foram analisados por EDS, para a verificação da composição do pó calcinado.

Figura 4 – Nanopartículas de óxido de nióbio após a calcinação a 650°C



Fonte: Autoria própria (2023).

Figura 5 - Espectros de EDS do óxido de nióbio

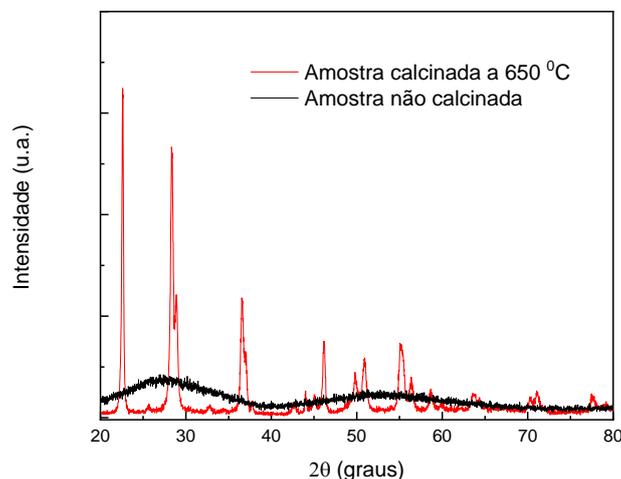


Fonte: Autoria própria (2023).

A análise dos gráficos de EDS indica a presença de compostos de nióbio e oxigênio com uma média de 59,8% para nióbio e 40,2% para oxigênio ao longo de todo o material, comprovando regularidade no composto final sintetizado e calcinado.

Na Figura 6 é mostrado o difratograma da análise de Raios-X (DRX) do óxido de nióbio sintetizado e calcinado à temperatura de 650 °C. É possível verificar, a partir da Figura 6 que o pó sintetizado e não calcinado se apresenta amorfo, enquanto para o pó calcinado a 650 °C ocorre a formação da fase T, com estrutura ortorrômbica (T-Nb₂O₅).

Figura 6 - DRX de óxido de nióbio sintetizado e calcinado à temperatura de 650°C



Fonte: Autoria própria (2023).

Os resultados do DRX estão de acordo com o trabalho de Ristic e colaboradores (RISTIĆ, POPOVIĆ, MUSIĆ, 2004) e Rabaa e colaboradores (RABAA, BAUTISTA-RUÍZA, JOYAB, 2016).

CONCLUSÕES



Neste trabalho foi realizada a síntese através do método Sol-Gel e caracterização do óxido de nióbio. Inicialmente foi realizada a análise termogravimétrica (TGA) para verificar a perda de massa e, com isso, determinar a temperatura de calcinação, 650 °C. Verificou-se, através das medidas de MEV, uma certa aglomeração do pó calcinado, mas que possibilitou a determinação do tamanho das nanopartículas, em torno de 120 a 160 nm. Através do EDS observou-se a presença dos compostos nióbio e oxigênio em uma média de 59.8% de nióbio e 40.2% para oxigênio. Por meio de análises de difração de Raios-X observou-se que o pó obtido se apresentou amorfo quando não calcinado e após a calcinação a 650 °C, observou-se a formação da fase T, com estrutura ortorrômbica (T-Nb₂O₅). Para a preparação dos nanofluidos dissolveu-se o pó em acetona. Outros solventes, como a dimetilformamida, poderão ser utilizados para dissolução do pó, conforme dados da literatura. Para trabalhos futuros, poderá ser estudada a estrutura dos compostos formados com a variação da temperatura de calcinação. Outros métodos de síntese, como por exemplo, utilizando amônia ao invés de álcool, deverão ser testados e comparados com a síntese obtida no presente trabalho.

Agradecimentos

Agradeço primeiramente à minha professora orientadora, Profa. Rozane de Fatima Turchiello Gomez, pela oportunidade e ensinamentos que adquiri durante o período de IC e à Fundação Araucária pelo auxílio financeiro.

Conflito de interesse

Não há conflito de interesse.

REFERÊNCIAS

FALK, G. S. Síntese e processamento de pentóxido de nióbio e óxidos mistos de nióbio e titânio nanoparticulados e estudo de suas propriedades fotocatalíticas. 2017. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

RABAA, A. M.; BAUTISTA-RUÍZA, J.; JOYAB, M. Synthesis and Structural Properties of Niobium Pentoxide Powders: A Comparative Study of the Growth Process. **Materials Research**, v. 19, n. 6, p. 1381-1387, 2016.

RISTIĆ, M.; POPOVIĆ, S.; MUSIĆ, S. Sol-gel synthesis and characterization of Nb₂O₅ powders. **Materials Letters**, v. 58, n. 21, p. 2658–2663, 2004.

SANFELICE, R. C.; PAVINATTO, A.; CORRÊA, D. S. Introdução à Nanotecnologia, p. 27-48. In: **Nanotecnologia aplicada a polímeros**. São Paulo: Blucher, 2022.