

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE KNbO_3 UTILIZANDO A TÉCNICA CENTRIFUGAL SPINNING

GIAN FRANCESCO DOS REIS PAGANOTTO¹; VIVIANE GÖBEL MARQUES²;
CRISTIANE WIENKE RAUBACH³; SERGIO DA SILVA CAVA⁴

¹Universidade Federal de Pelotas – gianpaganotto@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – vivianegobelmarques@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – cricawr@gmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – sergiocava@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

As perovskitas são uma classe de materiais cerâmicos com estrutura do tipo ABO_3 e apresentam grande potencial tecnológico devido às suas propriedades ópticas, magnéticas, elétricas entre outras as quais possibilitam diferentes aplicações tais como sensores químicos, baterias termoelétricas, catalisadores, células fotovoltaicas entre outros. Entre estes materiais, os niobatos alcalinos, incluindo niobato de potássio (KNbO_3), estão recebendo cada vez mais atenção por suas excelentes propriedades, tais como propriedade óptica não linear, propriedades piezoelétricas, ferroelétricas e fotocatalíticas (BALILONDA et al., 2019; TRUNG; FISHER, 2020; SUN et al., 2021).

A síntese de perovskitas (incluindo o KNbO_3) pode ser realizada por diferentes métodos, tais como reações em fase sólida, sol-gel, hidrotermal, hidrotermal assistido por micro-ondas, método de combustão, método Pechini, entre outros (ASSIREY, 2019). Estes materiais podem ser obtidos em diferentes morfologias, contudo, sabendo-se que materiais nanoestruturados unidimensionais (nanotubos, nanofios, nanofibras) tem apresentado grande interesse científico devido ao grande potencial de aplicações tecnológicas (XIAO et al., 2020), a produção de nanofibras de perovskitas pode gerar uma gama de aplicações unindo as excelentes propriedades de ambas.

A produção de fibras cerâmicas pode ser realizada por diferentes técnicas, sendo a técnica *electrospinning* bastante reportada em trabalhos da literatura na produção de nano/microfibras. No entanto, nesta técnica é utilizada uma diferença de potencial com elevadas voltagens (necessitando de fontes de alta tensão e de sistemas de segurança eficazes) o que limita a matéria-prima utilizada, a qual deve possuir determinada condutividade elétrica. Além de possuir limitação no controle dos poros na estrutura formada, sofrer grande influência dos parâmetros ambientais (umidade, temperatura, composição do ar) e apresentar baixa taxa de produção dependendo do comparativo, o que pode influenciar na comercialização em larga escala das fibras produzidas. Assim, a técnica *centrifugal spinning* surge como opção para produção de nanofibras com alta taxa de produção e sem as demais desvantagens da técnica de *electrospinning* (CHEN et al., 2020; MUNIZ et al., 2020; XIA; LU; LIANG, 2020).

A técnica *centrifugal spinning* está baseada na ação da força centrípeta para produção de nano/microfibras de polímeros fundidos ou em solução, sendo seu equipamento constituído por três partes principais: motor, rotor e coletor. O motor gira a elevadas rotações levando este movimento ao rotor (que possui um reservatório e bicos injetores) onde está contida uma solução polimérica ou um polímero fundido. No caso do polímero em solução, a solução é ejetada e seu solvente

evapora rapidamente devido à sua taxa de evaporação e alta área superficial e as fibras formadas são depositadas no coletor (PADILLA-GAINZA et al., 2020; XIA; LU; LIANG, 2020).

Assim, este trabalho tem como objetivo a produção de fibras de KNbO_3 através da técnica de *centrifugal spinning* e a caracterização estrutural, morfológica, térmica, elétrica e catalítica das fibras formadas, visando obter melhores propriedades para o material.

2. METODOLOGIA

A metodologia será dividida em duas etapas distintas, buscando os melhores parâmetros para produção das fibras. Em ambas as etapas o poliestireno foi utilizado como polímero base para formação das fibras. A primeira etapa ocorre via direta da mistura do pó de KNbO_3 com o polímero base para formar as fibras. Já na via indireta o KNbO_3 será formado no decorrer do processo de produção das fibras (utilizando o método sol-gel) com posterior tratamento térmico, sendo ambas etapas detalhadas no fluxograma da figura 1.

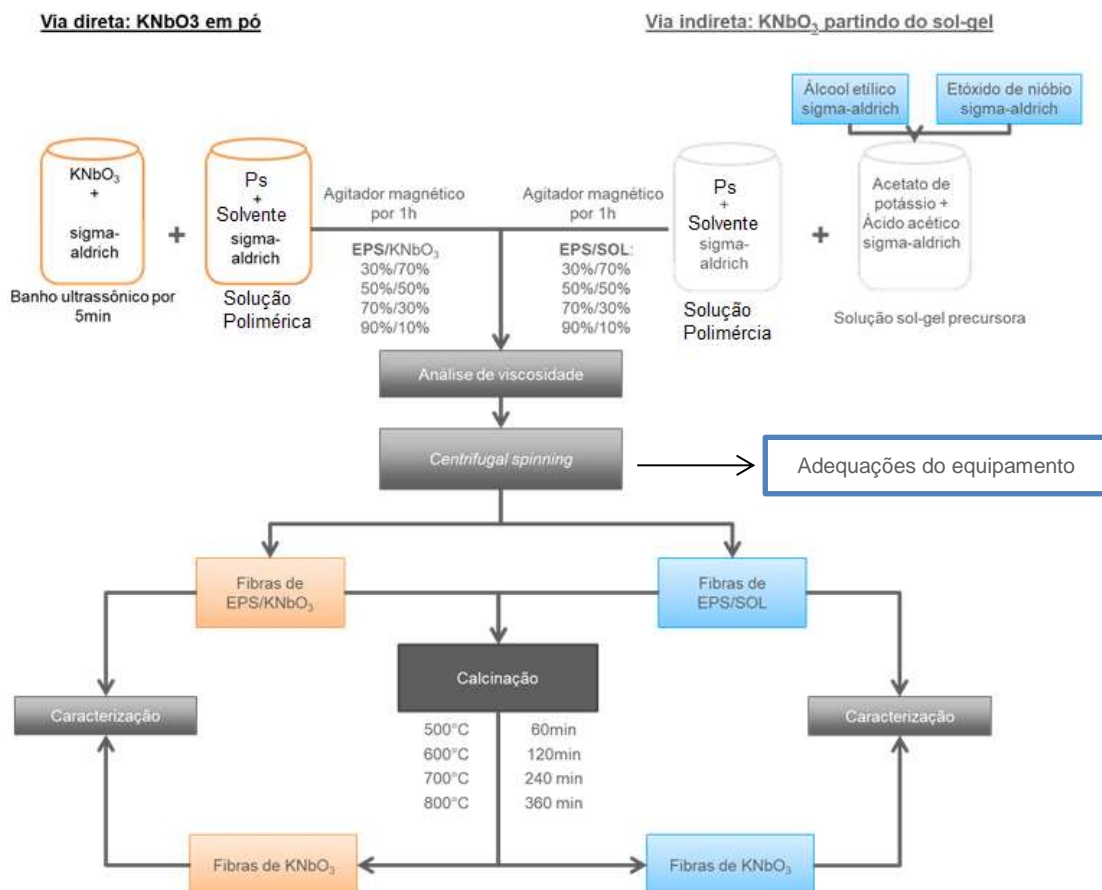


Figura 1: Fluxograma da produção das fibras por *centrifugal spinning*.
Fonte: Elaborada pelos autores.

As soluções preparadas nas duas etapas terão suas viscosidades analisadas com o intuito de obter-se a viscosidade mais adequada para utilização na técnica escolhida.

As fibras produzidas serão caracterizadas quanto a suas propriedades térmicas via análises térmica diferencial e termogravimetria, estruturais por Difração de Raios X e Espectroscopia Raman, morfológicas via Microscopia Eletrônica de Varredura, piezoelétricas via Microscopia de Piezoresposta e fotocatalítica sendo avaliado seu potencial na degradação de rodamina B em solução aquosa. Além disto, a técnica de Espectroscopia na Região do Ultravioleta-Visível será utilizada para avaliação do *bandgap* das fibras produzidas e para determinação de seu potencial fotocatalítico, e Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier será utilizada para avaliar a presença remanescente das matérias-primas utilizadas para produção das nanofibras via sol-gel.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para adequada produção das fibras o equipamento usado na técnica está sendo atualizado constantemente com modificações para melhor se adequar ao processamento, tornando também esta etapa parte do trabalho, como pode ser observado na figura 2. Para verificar o funcionamento do equipamento, foram produzidas fibras poliméricas de poliestireno. As fibras formadas foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura e estão apresentadas na figura 3. Nas imagens com ampliação de 100 e 5000 vezes é possível constatar a formação de fibras com tamanhos inferiores a $1\mu\text{m}$ e também presença de alguns defeitos comuns no processamento de fibras por esta técnica, que é a formação de *beads* e particulados.

O processamento das fibras de KNbO_3 está sendo realizado, no entanto os resultados iniciais de obtenção das fibras pós tratamentos térmicos não foram satisfatórios. Por isso serão realizadas caracterizações no intuito de auxiliar as melhores adequações para o processamento adequado das fibras.



Figura 2: Equipamento elaborado para produção de fibras pela técnica *centrifugal spinning*.
Fonte: Elaborada pelos autores.

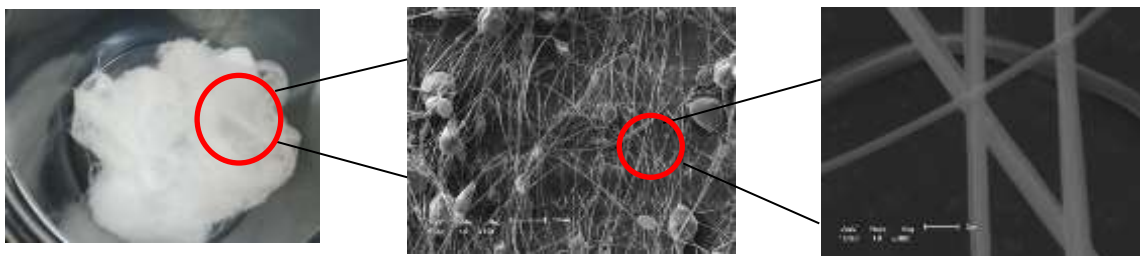


Figura 3: Imagens macroscópica, microscópica com aproximação de 100x e microscópica com aproximação 5000x, respectivamente da esquerda para direita.
Fonte: Elaborada pelos autores

4. CONCLUSÕES

O trabalho está em andamento e até o momento é possível confirmar a possibilidade da produção das fibras de KNbO_3 , com base no processo das fibras que estão ocorrendo, e é possível concluir que a utilização da técnica centrifugal spinning para produção de fibras cerâmicas de perovskitas de KNbO_3 abrange um novo campo de produção destes tipos de materiais, os quais podem apresentar melhorias significativas em suas propriedades com formatos nanoestruturados unidimensionais. No entanto, necessitando ainda de adequações e ajustes da metodologia de processamento. E sem a definitiva análise das propriedades, as respostas de aplicação ainda são inconclusivas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSIREY, Eman Abdul Rahman. Perovskite synthesis, properties and their related biochemical and industrial application. **Saudi Pharmaceutical Journal**, v. 27 p. 817–829, 2019.

BALILONDA, A. et al. Perovskite Solar Fibers: Current Status, Issues and Challenges. **Advanced Fiber Materials**, v. 1, p.101–125, 2019.

CHEN, Guo et al. Polyacrylonitrile/polyethylene glycol phase-change material fibres prepared with hybrid polymer blends and nano-SiC fillers via centrifugal spinning. **Polymer**, v. 186, p. 122012-1:7, 2020.

MUNIZ, Nathália O. et al. Blend-based fibers produced via centrifugal spinning and electrospinning processes: Physical and rheological properties. **Journal of Materials Research**, v. 35, n. 21, p. 2905-2916, 2020.

PADILLA-GAINZA, Victoria et al. Processing-structure-property relationships of biopolyester/zinc oxide fibrous scaffolds engineered by centrifugal spinning. **Polymers Advanced Technologies**, v. 31, p.2601–2614, 2020.

SUN, Si-Yuan; GE, Yi-Yao; ZHAO, Yong-Jie; XIE, Zhi-Peng. Synthesis of Er^{3+} doped KNbO_3 nanocrystals and nanoceramics without outstanding up-conversion luminescence behaviors. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 854, p. 156738 (1-7), 2021.

TRUNG, Doan Thanh; FISHER, John G. Controlled-Atmosphere Sintering of KNbO_3 . **Applied Sciences**, v. 10, p. 2131 (1-16), 2020.

XIA, Lei; LU, Lin-lin; LIANG, Yu-xia. Preparation and Characterization of Poly(lactic acid) Micro-and Nanofibers Fabricated by Centrifugal Spinning. **Fibers and Polymers**, v.21, n.7, p. 1422-1429, 2020.

XIAO, Xueqing et al. Optimization of nonlinear optical response of one-dimensional nanostructured sodium titanate through morphological control. **Nano: Brief Reports and Reviews**, v. 15, n. 7, p. 2050086 (1-14), 2020.