

SEVEN

EVENTOS ACADÊMICOS E EDITORA



AS DIVERSAS ÁREAS DO
DESENVOLVIMENTO
E SEUS CONCEITOS

SEVEN

EVENTOS ACADÊMICOS E EDITORA



AS DIVERSAS ÁREAS DO
DESENVOLVIMENTO
E SEUS CONCEITOS

EDITORES CHEFE

Prof.º Me. João Victor Lucas

Prof.º Dr. Wanderson Farias

EDITOR EXECUTIVO

Nathan Albano Valente

ORGANIZADOR DO LIVRO

Fabrico Custódio de Moura Gonçalves

PRODUÇÃO EDITORIAL

Seven Eventos Acadêmicos e Editora

EDIÇÃO DE ARTE

Alan Ferreira de Moraes

BIBLIOTECÁRIA

Eliete Marques da Silva

IMAGENS DE CAPA

AdobeStok

ÁREA DO CONHECIMENTO

Desenvolvimento

2022 by Seven Editora

Copyright © Seven Editora

Copyright do Texto © 2022 Os Autores

Copyright da Edição © 2022 Seven Editora

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)(Câmara Brasileira do Livro, SP, Brasil)

As diversas áreas do desenvolvimento e seus conceitos [livro eletrônico] / organização Fabrício Custódio de Moura Gonçalves. -- Curitiba, PR : Seven Events, 2022.
PDF

Vários autores. Bibliografia.
ISBN 978-65-997403-7-4

1. Aptidão física 2. Atividade física - Aspectos fisiológicos 3. Desenvolvimento humano 4. Educação física 5. Esportes - Aspectos fisiológicos

I. Gonçalves, Fabrício Custódio de Moura.

22-114326

CDD-613.71

Índices para catálogo sistemático:

1. Desenvolvimento : Corpo e movimento : Atividades físicas : Aptidão física : Promoção da saúde 613.71

Eliete Marques da Silva - Bibliotecária - CRB-8/9380

Preparação de soluções poliméricas de TiO₂ para a obtenção de nanofibras por *electrospinning*

Crossref  10.56238/sevedi40374-012

Luana Góes Soares

Departamento de Engenharia de Materiais (DEMat),
Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS),
Porto Alegre, RS, Brazil
E-mail: lugoes.soares@gmail.com

Annelise Kopp Alves

Departamento de Engenharia de Materiais (DEMat),
Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS),
Porto Alegre, RS, Brazil

RESUMO

A preferência pelo uso de nanomateriais nas mais diversas aplicações, se deve a propriedades como pequeno tamanho de partícula, formato diversificado e grande área superficial específica. Inúmeras soluções poliméricas podem ser preparadas para uso em *electrospinning*, tais como: álcool polivinílico (PVA), ácido poli-L-láctico (PLLA), polivinilpirrolidona (PVP), colágeno, entre outros. Neste trabalho, nanofibras de TiO₂ foram sintetizadas por *electrospinning*, através da preparação de soluções poliméricas contendo polivinilpirrolidona (PVP). As amostras foram analisadas por: difração de raios (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise microestrutural, e a avaliação fotocatalítica, através de ensaios de fotodegradação de 125 mL de uma solução de 20 ppm do corante alaranjado de metila. Os resultados mostram que as nanofibras de TiO₂, tratadas a temperatura de 650 °C apresentaram maior eficiência na degradação do

corante alaranjado de metila, devido à presença majoritária da fase anatase, que comprovadamente é a fase mais fotoativa do TiO₂.

Palavras-chave: Polivinilpirrolidona, Dióxido de Titânio, Nanofibras, Electrospinning, Fotocatálise.

ABSTRACT

The preference for the use of nanomaterials in the most diverse applications is due to properties such as small particle size, diverse format and large specific surface area. Numerous polymeric solutions can be prepared for use in electrospinning, such as: polyvinyl alcohol (PVA), poly-L-lactic acid (PLLA), polyvinylpyrrolidone (PVP), collagen, among others. In this work, TiO₂ nanofibers were synthesized by electrospinning, through the preparation of polymeric solutions containing polyvinylpyrrolidone (PVP). The samples were analyzed by: X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) for microstructural analysis, and the photocatalytic evaluation, through photodegradation assays of 125 mL of a 20 ppm solution of the dye methyl orange. The results show that the TiO₂ nanofibers, treated at a temperature of 650 °C showed higher efficiency in the degradation of methyl orange dye, due to the majority presence of the anatase phase, which has been shown to be the most photoactive phase of TiO₂.

Keywords: Polyvinylpyrrolidone, Titanium Dioxide, Nanofibers, Electrospinning, Photocatalysis.

1 INTRODUÇÃO

A diminuição das dimensões do material possibilita uma grande conexão superfície/volume, e está diretamente relacionada ao eletrocromismo, pois além de aumentar o número de sítios ativos para a ocorrência de reações redox, também aumenta a velocidade de coloração do material. Esse recurso proporciona maior adesão da superfície com o eletrólito, determinando troca iônica rápida. Desta forma, sempre que o material eletrocromico possui a estrutura na escala nanométrica, a propriedade de tempo de resposta é superior ao material original. Com o uso de nanomateriais é possível obter, além da economia na quantidade de material utilizado, também um alto desempenho desses dispositivos (da ordem de milissegundos) [1].

Electrospinning é um método de fácil manuseio e eficaz para a produção de fibras de pequeno diâmetro, utilizando campos elétricos de alta tensão (5-50KV) e baixa corrente (0,5-1µA). Neste processo,

um jato de material fluido é ejetado e esticado através de um campo elétrico, para a produção de fibras/nanofibras [1]. Além das vantagens já mencionadas da utilização desta técnica, podemos destacar também a variedade e o tipo de material (desde biopolímeros a cerâmicas) que podem ser obtidos com a síntese por *electrospinning*. Porque produz fibras, tecidos e fibras não tecidas, de forma rápida e contínua, com diâmetros variando entre micrômetros, nanômetros, etc [2].

Geralmente, o processo de produção contínua de nanofibras/fibras é composto por cinco componentes operacionais, que são: seringa preenchida com líquido e/ou fluido, formação do jato no capilar, afinamento do jato constante e aparecimento e crescimento do jato de instabilidade que são responsáveis pelo início da redução do diâmetro das fibras [2].

Várias soluções poliméricas podem ser preparadas para uso em *electrospinning*, tais como: álcool polivinílico (PVA), ácido poli-L-láctico (PLL), colágeno, polivinilpirrolidona (PVP), etc.

O TiO_2 é o semicondutor mais utilizado na fotocatalise heterogênea, por possuir as seguintes características: não toxicidade, insolubilidade em água, fotoestabilidade, possibilidade de imobilização em sólidos e estabilidade química em ampla faixa de pH [3-4]. Sua aplicação remonta à década de 70, quando Fujishima e Honda [5] relataram a fotodecomposição da água em um eletrodo de TiO_2 irradiado em uma célula fotoeletroquímica, gerando hidrogênio e oxigênio. Foi a partir desses estudos que a fotocatalise se tornou uma opção muito eficiente na destruição de poluentes.

Dentro deste contexto, este trabalho sintetizou nanofibras de TiO_2 por *electrospinning* para serem utilizadas como semicondutores em fotocatalise heterogênea. Onde a atividade fotocatalítica das nanofibras foi avaliada através de testes de fotodegradação de 125 mL de uma solução de 20 ppm de corante alaranjado de metila.

2 METODOLOGIA

Para a síntese por *electrospinning*, inicialmente foi necessário preparar uma solução precursora contendo:

i) Solução de TiO_2 – 2,5 mL de propóxido de titânio (TIP) foram misturados; 2 mL de ácido acético glacial e 5 mL de uma solução alcoólica contendo 10% em peso de polivinilpirrolidona (PVP). Esta solução foi obtida misturando 10 g do polímero polivinilpirrolidona (PVP) em um béquer contendo 100 mL de álcool etílico, sem aquecimento e sob agitação magnética constante, até que todo o polímero estivesse completamente dissolvido. A Figura 1 é uma imagem fotográfica da solução de TiO_2 para a síntese de nanofibras por *electrospinning*.

Figura 1. Soluções de TiO₂ para a síntese de nanofibras, por *electrospinning*.



ii) Electrospinning – Para a obtenção das nanofibras por este processo, uma seringa plástica de 5 mL foi conectada a uma agulha hipodérmica de aço inoxidável, com diâmetro interno de 1 mm, e preenchida com a solução precursora (Figura 1). A agulha foi conectada à fonte de alta tensão. A distância entre a ponta da agulha e o coletor cilíndrico giratório, que estava recoberto com uma folha de papel alumínio, é de 12 cm. Uma tensão de 13,5 kV foi aplicada entre a agulha e o coletor. Uma bomba de infusão (KD Scientific) controlou o fluxo da solução precursora (1,8 mL/h). As nanofibras foram coletadas a cada 30 minutos por um período de 4 horas.

iii) Tratamento Térmico - As nanofibras obtidas foram submetidas a um tratamento térmico num forno elétrico (SANCHIS) nas temperaturas de 650 °C, 700 °C, 750 °C e 800 °C, com parâmetros de de 1 hora e taxa de aquecimento de 1,4 °C/ min, a fim de remover o material polimérico e formar as fases cristalinas.

2.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

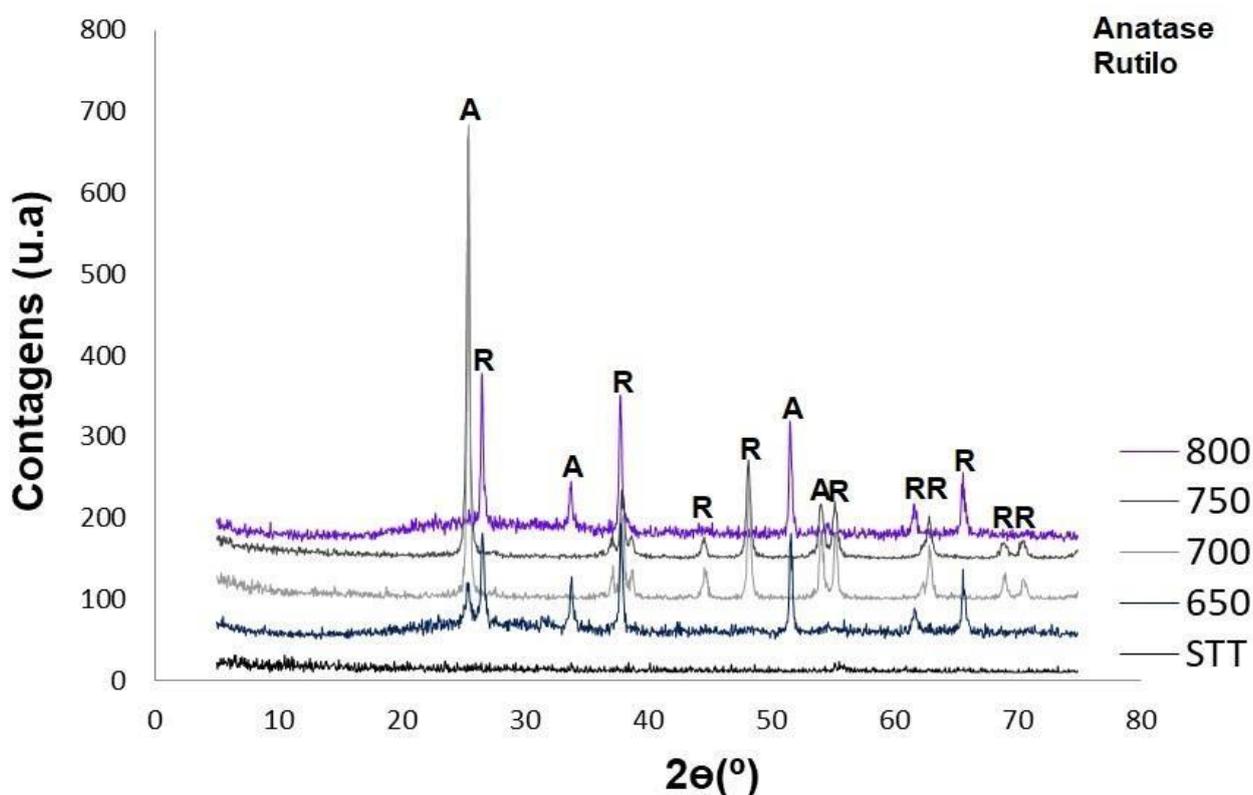
Um difratômetro PHILIPS com radiação CuK α , e tensão de 40 kV e 40 mA, equipado com o software X'PERT HighScore®, foi utilizado para identificar as fases presentes nas nanofibras. Um microscópio eletrônico de varredura (MEV, JEOL 6060) foi usado para avaliar a morfologia das amostras. O desempenho fotocatalítico das nanofibras de TiO₂ foi analisado através da alteração na concentração do corante alaranjado de metila, sob irradiação UVA. O processo de fotocatalise foi realizado em um reator fotocatalítico, feito de vidro *pirex*, onde a radiação foi fornecida por 12 lâmpadas UVA pretas, de 8 W cada, modelo Flúor BLB T5 e marca *Sadokin*. Os outros componentes do reator fotocatalítico incluem; um agitador magnético, um sistema de aeração de ar comprimido e um banho termostático. Para a realização dos ensaios fotocatalíticos, as nanofibras de TiO₂ foram misturadas com 125 mL de uma solução contendo 20 ppm do corante alaranjado de metila. A mistura foi colocada em um ultrassom (Cole-Parmer CP-750)

por 15 minutos. A solução foi então transferida para o reator fotocatalítico, sob agitação constante, a uma temperatura de 30°C. O ar foi borbulhado durante o período de exposição à luz UVA. Antes do início de cada teste, uma amostra de 4 mL dessa solução foi coletada e definida como amostra inicial. Durante o teste, com o sistema de luz UVA ligado, alíquotas de 4 mL da solução foram retiradas com uma seringa plástica, em intervalos de 15 minutos, filtradas em filtros de 0,2 µm e colocadas em cubetas de polimetilmetacrilato (PMMA) para então serem analisadas por espectrofotometria.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra o difratograma das nanofibras sintetizadas por electrospinning. As amostras sem tratamento térmico (STT) eram amorfas. As nanofibras de TiO₂ tratadas até uma temperatura de 700°C apresentaram apenas a presença da fase cristalina anatase (JCPDS 010782486), com o primeiro pico característico em aproximadamente $2\Theta = 25,271^\circ$. As nanofibras tratadas a partir de 750°C apresentaram, além da fase anatase, a fase rutilo (JCPDS 01-077-0442), com o primeiro pico característico em aproximadamente $2\Theta = 27,294^\circ$, resultante da ocorrência de uma transição de fase TiO₂ previsto após o aumento da temperatura de tratamento térmico [1,6].

Figura 2. Difratogramas das nanofibras STT e após tratamento térmico a 650 °C, 700 °C, 750 °C e 800 °C.

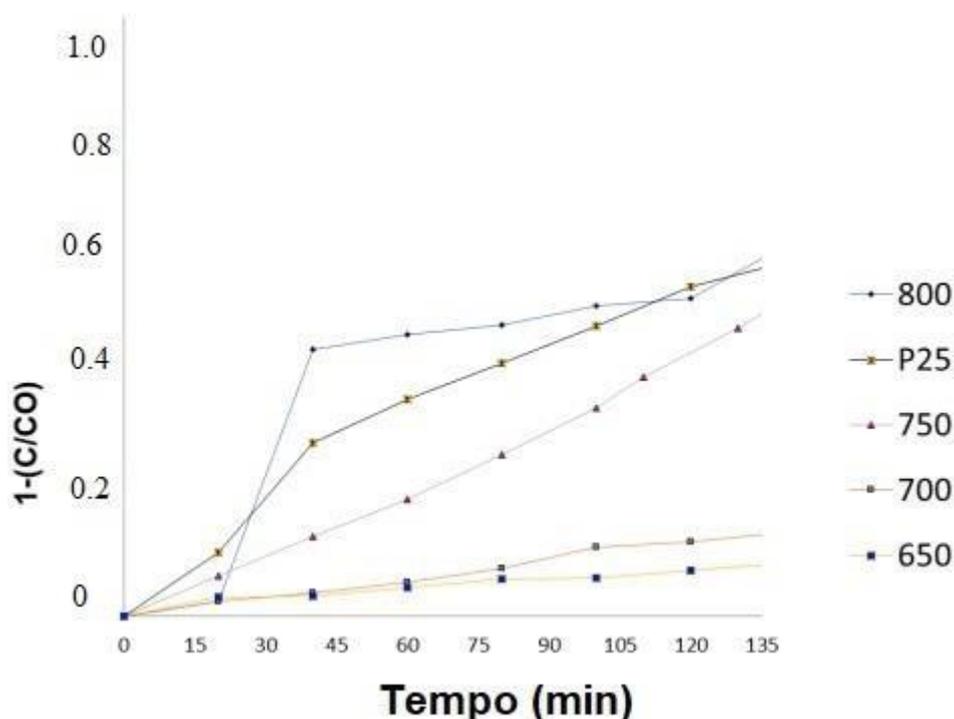


A Figura 3 mostra imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das nanofibras de TiO_2 . É possível observar que as nanofibras estão dispersas aleatoriamente, sem orientação preferencial, originando um aglomerado de nanofibras com estrutura porosa. O EDS (Espectroscopia de Energia Dispersiva) que acompanha o MEV confirmou a presença de átomos de titânio em diferentes regiões da amostra de TiO_2 .

Figura 3. Imagem de MEV das nanofibras tratadas a 700 °C.

A Figura 4 mostra os gráficos plotados com base na análise espectrofotométrica das cubetas contendo a descoloração gradativa da concentração de 125 mL de uma solução de 20 ppm do corante alaranjado de metila, mais 0,05 g de nanofibras de TiO_2 , em questão, tratadas termicamente a 650 °C, 700 °C, 750 °C, 800 °C e o padrão P25, obtido durante o teste de fotocatalise heterogênea. As nanofibras mais fotoativas foram tratadas termicamente a 650 °C e 700 °C, degradaram 94,91% e 92,08%, respectivamente, do corante alaranjado de metila, devido à presença majoritária da fase anatase, que comprovadamente é a fase mais fotoativa do TiO_2 . As demais amostras tratadas termicamente a 750 °C, 800 °C e padrão P25 degradaram 70,21%, 65,09% e 66,73%, respectivamente, do corante. Essa redução gradual da eficiência fotocatalítica ocorre como consequência da formação da fase rutilo. Com o aumento da temperatura de tratamento térmico, a fase anatase se transforma em rutilo, que é a fase do TiO_2 com menor atividade fotocatalítica na degradação de compostos orgânicos [7].

Figura 4. Concentração relativa de corante durante ensaio fotocatalítico na presença de padrão P25 e das nanofibras de TiO₂ tratadas entre temperatura de 650 °C e 800 °C.



4 CONCLUSÕES

Foi possível sintetizar nanofibras de TiO₂ usando a técnica de electrospinning. Testes fotocatalíticos mostraram que as nanofibras de TiO₂ são eficazes na degradação do corante alaranjado de metila e podem ser aplicadas como semicondutores em fotocatalise heterogênea. Nota-se, em geral, que a concentração da solução de alaranjado de metila diminui à medida que o tempo de teste aumenta, principalmente quando nanofibras de TiO₂, tratadas termicamente a 650 °C, foram utilizadas no teste de fotodegradação. Pois estes apresentaram 94,91% de eficácia, consequência da formação majoritária da fase anatase. Esta última é comprovadamente a fase mais fotoativa do TiO₂.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

REFERÊNCIAS

1. L. G. S. Silva, Ph.D. Thesis, Federal University of Rio Grande do Sul, 2018.
2. G. Rutledge; S. Fridrikh. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2007, 59, 1384139.
3. S. Yang; L. Sun. *Applied Catalysis A: General*, 2006, 301, 284291.
4. R. F. P. Nogueira; W. F. Jardim. *Química Nova*, 21, 1998, 6972.
5. A. Fujishima; K. Honda. *Nature*, 238, 1972 3738.
6. H.S. Shim; W. J. Kim; Y. E. Sung; W. B. Kim. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 93, 2009, 20622068.
7. L. Soares; A. Alves. *Materials Letters*, 211, 2018, 339342.