

## Edital 04/2019/PRPI - Chamada PIICT/CNPq-UFCA

Dados do Plano de Trabalho	
<b>Título do Plano de Trabalho:</b>	Síntese e Caracterização de Nanofibras de Dióxido de Titânio (TiO <sub>2</sub> ) Obtidas pela Técnica de SBS
<b>Modalidade de bolsa solicitada:</b>	PIBIC
<b>Projeto de Pesquisa vinculado:</b>	Implantação do Sistema SBS na Região do Cariri Visando o Desenvolvimento da Nanotecnologia Polimérica e Cerâmica

### 1. OBJETIVOS

#### 1.1 Objetivo Geral

Utilizar a técnica de fiação por sopro em solução (“*Solution Blow Spinning*” - SBS) para produzir nanofibras de titânio.

#### 1.2 Objetivos Específicos

- Preparar soluções de fiação (polímero/solvente/precursores cerâmicos) com diferentes viscosidades;
- Submeter as soluções de fiação ao processo SBS para obtenção de nanofibras verdes;
- Verificar quais soluções foram mais adequadas ao processo de fiação;
- Tratar termicamente as nanofibras verdes para remoção dos compostos orgânicos e a formação da fase cerâmica desejada (TiO<sub>2</sub>);
- Caracterizar as nanofibras de TiO<sub>2</sub> obtidas;
- Contribuir para avanços científicos e tecnológicos e formação de recursos humanos na área.

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 Materiais

Como polímero auxiliar de fiação será utilizado o Poli(vinil) pirrolidona (PVP), fornecido pela *Sigma Aldrich Chemistry*, com massa molar média igual a 360.000 g.mol<sup>-1</sup>. O PVP foi escolhido por apresentar capacidade de fiação e compatibilidade com os precursores cerâmicos que serão utilizados.

Como precursores na síntese de fibras de TiO<sub>2</sub> serão utilizados:

- Isopropoxi de titânio IV (Ti[OCH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sub>4</sub>) 97%, fornecido pela Sigma-Aldrich;
- Álcool Etilico absoluto (Etanol) [CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH]. O etanol foi escolhido por ser um bom solvente para o PVP e apresentar boa volatilidade e afinidade química com os precursores cerâmicos.
- Ácido Acético Glacial P.A [C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH]. O ácido acético será utilizado a fim de estabilizar as soluções contendo os precursores cerâmicos.

#### 2.2 Métodos

##### 2.2.1 Preparação das soluções de fiação

Inicialmente serão preparadas soluções poliméricas em três diferentes concentrações de 5, 10 e 15% de PVP em álcool etílico a fim de avaliar a melhor condição para o processo de fiação. A dissolução será realizada a temperatura ambiente sob agitação constante por aproximadamente 30 min utilizando agitador magnético e em seguida permanecer em repouso por aproximadamente 4 horas para avaliar sua estabilidade. Após dissolução total do polímero no solvente a amostra será submetida ao processo de fiação para avaliar sua capacidade de formação de fibras.

Posteriormente será preparada a solução com os precursores de **dióxido de titânio**. Para tanto, será feita uma dissolução do precursor de titânio (isopropoxi de titânio IV) em 10ml do solvente etanol sob agitação constante por cerca de 15 min. Após completa dissolução do precursor na solução será adicionado o polímero na concentração que se mostrar mais ideal na etapa anterior, e seguidamente 50µl de ácido acético para manter a estabilidade da solução. Após 30min sob agitação vigorosa a solução final será submetida ao processo de fiação.

### ***2.2.2 Obtenção das fibras por Fiação por Sopros em Solução***

O sistema utilizado é composto por uma bomba de injeção, uma fonte de pressão (sistema de ar comprimido), uma matriz de fiação e um coletor. Para a fiação das soluções contendo PVP foi necessária uma modificação do sistema, fazendo uso de uma câmara aquecida para facilitar a rápida evaporação do solvente e, dessa forma, manter a integridade das fibras formadas, uma vez que, a pressão de vapor do etanol a temperatura ambiente não é suficiente para a formação de fibras estáveis.

Após o processo de obtenção das fibras poliméricas contendo o precursor cerâmico finalizado (fibras “verdes”), estas serão submetidas à etapa de calcinação. Esta etapa será realizada em forno tipo mufla, com atmosfera de ar, com taxa de 5°C/min e patamar de queima de 2h. A calcinação será feita a 600 e 700°C a fim de avaliar a melhor temperatura de formação da fase desejada.

### ***2.2.3 Caracterização morfológica das nanofibras***

A superfície morfológica das nanofibras serão analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (superscan SHIMADZU SSX-550) e os diâmetros das fibras serão medidos utilizando o ImageJ, um software da National Institutes of Health, USA.

### ***2.2.4 Análises térmicas***

As análises termogravimetria e térmica diferencial (TGA/ATD) serão realizadas (ensaio simultâneo) em um equipamento DTG-60H da Shimadzu sob atmosfera de ar (50 ml/min), em uma panela aberta de platina, a uma taxa de aquecimento de 5°C/min, da temperatura ambiente até 800°C.

### ***2.2.5 Difração de Raios X (DRX)***

As análises de difração de raios X serão conduzidas a temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XDR-6000 a 40kV e 30mA e com um comprimento de onda  $\lambda_{CuK\alpha} = 1,5418 \text{ \AA}$ . As amostras serão examinadas em um intervalo de  $2\theta$  entre 2,0 e 30,0 graus a uma taxa de 1°/min.

### 3. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

As atividades a serem realizadas pelo estudante estão esquematizadas no cronograma do Quadro 1 e descritas abaixo:

- AT1 - Aquisição dos insumos a serem empregados na pesquisa;
- AT2 - Pesquisa bibliográfica (se realizará durante todo o período da pesquisa);
- AT3 - Produção de nanofibras poliméricas a partir de diferentes concentrações de solução PVP/etanol;
- AT4 - Caracterização morfológica das nanofibras poliméricas obtidas;
- AT5 - Produção de nanofibras de titânio utilizando a melhor condição obtida com as nanofibras poliméricas;
- AT6 - Caracterização morfológica da nanofibras de  $\text{TiO}_2$ ;
- AT7 - Demais Caracterizações (DRX, TG);
- AT8 - Análise e discussão dos resultados;
- AT9 - Confeção dos relatórios e artigos técnico-científicos.

**Quadro 1 - CRONOGRAMA DE EXECUÇÃO**

Nº	2019					2020						
	08	09	10	11	12	01	02	03	04	05	06	07
AT1	X	X	X									
AT2	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
AT3			X	X	X							
AT4			X	X	X							
AT5						X	X	X				
AT6						X	X	X				
AT7								X	X			
AT8							X	X	X	X	X	
AT9						X						X