



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102020011502-2 A2



(22) Data do Depósito: 08/06/2020

(43) Data da Publicação Nacional: 21/12/2021

(54) **Título:** PROCESSO DE SÍNTESE DE NANOESTRUTURAS DE NB2O5, PLACA NANOESTRUTURADA DE NB2O5 E USO DE PLACA NANOESTRUTURADA DE NB2O5

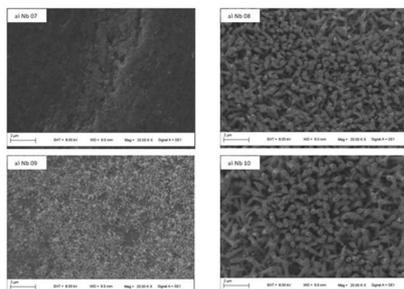
(51) **Int. Cl.:** C01G 33/00; B82Y 40/00; B82Y 30/00.

(52) **CPC:** C01G 33/00; C01P 2004/16; C01P 2004/54; C01P 2004/64; B82Y 40/00; (...).

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** THAIS CRISTINA LEMES RUWER; JANIO VENTURINI JUNIOR; CARLOS PÉREZ BERGMANN.

(57) **Resumo:** PROCESSO DE SÍNTESE DE NANOESTRUTURAS DE NB2O5, PLACA NANOESTRUTURADA DE NB2O5 E USO DE PLACA NANOESTRUTURADA DE NB2O5. A presente invenção apresenta um processo de síntese de nanoestrutura de Nb2O5 compreendendo uma etapa de tratamento hidrotérmico assistido por micro-ondas. Em uma concretização, essas nanoestruturas são sintetizadas em uma placa de nióbio metálico, sendo especialmente útil em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise. A presente invenção se situa nos campos da Química, Engenharia dos Materiais e Nanotecnologia.



### **Relatório Descritivo de Patente de Invenção**

PROCESSO DE SÍNTESE DE NANOESTRUTURAS DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, PLACA NANOESTRUTURADA DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub> E USO DE PLACA NANOESTRUTURADA DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

#### **Campo da Invenção**

**[0001]** A presente invenção apresenta um processo de síntese de nanoestrutura de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> compreendendo uma etapa de tratamento hidrotérmico assistido por micro-ondas. Em uma concretização, essas nanoestruturas são sintetizadas em uma placa de nióbio metálico, sendo especialmente útil em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise. A presente invenção se situa nos campos da Química, Engenharia dos Materiais e Nanotecnologia.

#### **Antecedentes da Invenção**

**[0002]** Segundo Osmando (2015), materiais contendo nióbio ganharam destaque nas últimas décadas devido às suas especiais aplicações nas indústrias de alta tecnologia, especialmente nos setores aeroespaciais, com as superligas metálicas, e de eletroeletrônicos, em que são amplamente utilizados como microcapacitores. A utilização praticamente insubstituível desses materiais em setores estratégicos faz do nióbio um elemento crucial para o desenvolvimento industrial nas próximas décadas, sendo definidos oficialmente como matéria-prima crítica para as indústrias da União Europeia e dos EUA. O Brasil destaca-se neste contexto como detentor de mais de 90% das reservas mundiais exploráveis de nióbio, maior produtor e exportador.

**[0003]** Apesar de já comercializar o nióbio processado na forma da liga de ferro-nióbio e de outros produtos, como o óxido de nióbio, a fim de agregar valor, o Ministério de Minas e Energia do Brasil (2010) recomenda ampliar e disseminar a utilização do nióbio no país pelas indústrias siderúrgica e metalúrgica, além de fomentar, por meio da pesquisa, o desenvolvimento de novos produtos e

compostos para uso em setores de equipamentos médicos, metais especiais, óticos, indústria aeronáutica, aeroespacial, automobilística e de tecnologias avançadas. A partir da década de 90 os materiais contendo nióbio ganharam espaço também nas pesquisas em catálise heterogênea, após a publicação de trabalhos que demonstraram um aumento considerável da atividade catalítica, seletividade e estabilidade química de catalisadores tradicionais quando pequenas quantidades de nióbio eram adicionadas a eles e, desde então, houve um crescente interesse na aplicação desses materiais, em especial os óxidos de nióbio, como fase ativa ou suporte.

**[0004]** Note-se inclusive que, em 1993, o respeitado periódico *Catalysis Today* publicou uma edição dedicada ao estudo das propriedades catalíticas de compostos de nióbio. A ampla variação da ligação Nb-O, de estruturas e a combinação com outros óxidos resultam em propriedades únicas, descritas amplamente na literatura como catalisadores de diversas reações químicas. Pode-se destacar, dentre elas, as reações que ocorrem devido à fotoexcitação de alguns compostos semicondutores de nióbio que, dispersos em soluções ou em misturas de gases, promovem reações simultâneas de oxidação e redução das espécies no meio. Tais reações podem levar à oxidação seletiva em processos como a foto-oxidação de compostos orgânicos e da água (water splitting) para a geração de hidrogênio molecular, ou à completa degradação de substratos orgânicos (poluentes) presentes no meio. Linhas de pesquisas envolvendo a aplicação de semicondutores em processos de fotocatalise heterogênea têm sido desenvolvidas continuamente, com grande interesse em se investigar alternativas ao  $\text{TiO}_2$ , o semicondutor nanoestruturado mais utilizado.

**[0005]** Alguns óxidos de nióbio ( $\text{NbxO}_y$ ) são semicondutores com valores de energia de banda proibida entre 3,1 a 4,0 eV que, aliados a valores adequados de potencial redox para as bandas de valência e condução, tornam estes materiais potenciais candidatos para aplicações em fotocatalise heterogênea. Vários estudos têm sido relatados na literatura sobre a obtenção de compostos

de nióbio com diferentes estruturas e fases cristalinas. Tais variações podem conferir a esses materiais atividades catalíticas surpreendentes. No entanto, é ainda baixo o volume de trabalhos dedicados ao estudo das propriedades fotocatalíticas de óxidos de nióbio. Diante do exposto, fica evidente a necessidade de que estudos sejam direcionados à geração de novas aplicações tecnológicas para agregar valor ao nióbio e seus compostos. [Quím. Nova vol.38 no.1 São Paulo Jan. 2015].

**[0006]** O Brasil é o maior produtor de minério de nióbio do mundo e, devido a isso é de suma importância para mostrar o potencial do pentóxido de nióbio em aplicações tecnológicas e ambientais, agregando valor a esse material.

**[0007]** O  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  se destaca por suas excelentes propriedades eletrônicas, estruturais e morfológicas. Linhas de pesquisa envolvendo a aplicação de semicondutores em diferentes áreas têm sido desenvolvidas continuamente.

**[0008]**  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  é um óxido semicondutor importante do tipo n com um intervalo de banda de aproximadamente 3,4 eV. O uso de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  nanoestruturado como semicondutor, combinado com valores de potencial redox adequados para bandas de valência e condução, torna esse material um candidato potencial a dispositivos eletrocromáticos, sensores de gás e filtros ópticos. Esse óxido também é um material candidato para fotocatalisadores e biomateriais, entre outros, por ser quimicamente e termodinamicamente estável e apresentar baixa citotoxicidade. O  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  pode ser obtido por diferentes processos, como sol-gel, anodização e processo hidrotérmico.

**[0009]** O processo hidrotérmico é um processo fácil para obter  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  a partir de placas de nióbio. O processo hidrotérmico é uma técnica relativamente simples para a síntese de nanoestruturas com morfologias únicas e propriedades incomuns usando um ambiente selado de alta temperatura e alta pressão. Geralmente, técnicas hidrotérmicas podem produzir diretamente a estrutura cristalina sem processos de recozimento. No entanto, o processo implica em longos tempos de síntese, o que o torna impraticável na produção em escala industrial, dado o grande consumo de energia ao longo do tempo. A produção

de estruturas de nanobastões  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  para aplicação como sensores, por exemplo, geralmente consome vários dias.

**[0010]** Na busca pelo estado da técnica em literaturas científica e patentária, foram encontrados os seguintes documentos que tratam sobre o tema:

**[0011]** No documento Wermuth *et al.* 2019, nanoestruturas de perovskita de  $\text{KNbO}_3$  foram preparadas por síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. As atividades fotocatalíticas dos materiais na degradação da rodamina B também foram avaliadas. Os resultados demonstraram o excelente potencial de aplicabilidade desses ferroelétricos  $\text{KNbO}_3$  na degradação de poluentes orgânicos em águas residuais. Neste documento o material utilizado foi em formato de pó de nióbio.

**[0012]** No documento Liu *et al.* 2017, realizou-se a síntese fácil de nanobelts de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e testou-se as suas aplicações em baterias de íons de lítio. Utilizou-se 1 mmol de  $\text{Nb}(\text{HC}_2\text{O}_4)_5$  e adicionou-se a 30 mL de iso-propanol e, em seguida, a mistura é agitada por 2 h e transferida para uma autoclave revestida de Teflon (50 mL). A autoclave é mantida a 180 °C por 48 h. Posteriormente, o pó é lavado e seco em um forno a vácuo a 80 °C. Finalmente, os precursores são colocados em um forno mufla e calcinados. O material utilizado foi em formato de pó.

**[0013]** No documento Wen *et al.* 2011, os filmes de arranjos de nanobastões  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foram sintetizados por um processo hidrotérmico fácil usando folha de nióbio metálico e  $\text{NH}_4\text{F}$  como precursores. Os nanobastões de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  ficam sobre o substrato de folha de nióbio. O recozimento térmico a uma temperatura abaixo de 500 °C não alterou a microestrutura dos nanobastões, mas melhorou a cristalinidade. Os filmes de matriz de nanobastões  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foram testados como material catódico para bateria de lítio, que mostrou uma boa capacidade específica de até 380 mAh g<sup>-1</sup>, mesmo após 50 ciclos de carga / descarga. O tempo de processo de síntese deste documento ocorreu ao longo de vários dias.

**[0014]** O documento WO200545860 A1 descreve a síntese de pó de nióbio para capacitor. A presente invenção refere-se ao pó de nióbio por um capacitor, compreendendo uma camada de nióbio e uma camada mista de nitreto de silício

e nióbio, estando a camada mista presente a vizinhança da superfície da partícula de pó; granulado seu nióbio em pó; um corpo sinterizado de nióbio usando o pó de nióbio e pó granulado; e um capacitor usando o corpo sinterizado como um eletrodo. O nióbio pó para um capacitor permite produzir um capacitor de nióbio com alta capacitância, um baixa corrente de vazamento, baixa VHS e bom delta tan características e excelente, particularmente nas propriedades da tensão de ruptura e calor de solda resistência.

**[0015]** O documento WO200442804 A2 descreve métodos de fabricação de capacitores e estruturas de capacitores, incluindo óxido de nióbio. Uma estrutura dielétrica formada em um substrato usando uma técnica de deposição de filme fino, como camada atômica deposição (ALD) inclui pelo menos uma camada de corrente material dielétrico inibidor de vazamento, como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{HfO}_2$  ou  $\text{ZrO}_2$ , por exemplo, em combinação com nióbio óxido ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ). O  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  é incorporado a estrutura dielétrica como dopante em uma camada da corrente material inibidor de vazamento ou como um ou mais camadas além da camada ou camadas de corrente material inibidor de vazamento. A estrutura dielétrica pode ser usado em capacitores em miniatura para dispositivos de circuito, como dispositivos DRAM, por exemplo. Em algumas modalidades, um ou mais eletrodos de capacitor são formados em torno da estrutura dielétrica no mesmo sistema de processamento ALD. Um ou mais dos eletrodos podem compreender um metal de transição nitreto, um metal nobre ou uma liga de metal nobre. Este documento utiliza  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  em formato de pó, e um processo de síntese de deposição de filme fino.

**[0016]** O documento CN108346517B B descreve um método para a preparação de material nano  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  / eletrodo composto de pano de carbono. A invenção descreve um método para preparar um nano  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  / material de eletrodo composto de pano de carbono. O método é caracterizado pelo uso de uma solução aquosa de oxalato de nióbio, oxalato de amônio e cloreto de potássio eletrólito, usando um pano de carbono misturado com ácido como eletrodo de trabalho, usando uma folha de platina como contador eletrodo e usando o

eletrodo calomel saturado como eletrodo de referência, realizando deposição eletroquímica por voltametria cíclica e obtenção de um nano Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> eletrodo de tamanho pequeno e uniformemente distribuído no tecido de carbono, controlando os parâmetros de deposição. O material compósito nano Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> / tecido de carbono possui um alto valor específico de capacitância, bom desempenho de taxa e estabilidade do ciclo quando usado como um eletrodo de super capacitor, e o método de preparação possui as características de processos simples, baixo custo e respeito ao meio ambiente e tem uma perspectiva de aplicação muito ampla.

**[0017]** O documento BR200209032 A, descreve métodos de produção de um óxido de metal [nióbio] e métodos para reduzir pelo menos parcialmente um óxido de nióbio são descritos em que o processo inclui o tratamento térmico do óxido de nióbio na presença de um material absorvente e atmosfera que permite a transferência de átomos de oxigênio do óxido de nióbio ao material absorvente e por tempo suficiente e a temperatura suficiente para formar um oxigênio reduziu o óxido de nióbio. Óxidos de nióbio e / ou subóxidos também são descritos, bem como capacitores contendo ânodos feitos a partir de óxidos de nióbio e subóxidos.

**[0018]** O documento CN106025255 A, descreve a produção de um material esférico do eletrodo Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e método de preparação dos mesmos. A invenção descreve um método de preparação de um esférico material do eletrodo Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. O método de preparação compreende as seguintes etapas: misturar uma fonte de nióbio com solvente e agitação durante 0,1 a 24 horas, de modo a preparar uma solução contendo nióbio com concentração de 0,01 a 10 mol / l; transferir a solução contendo nióbio para um chaleira de reação de aço inoxidável, colocando em um forno de secagem de temperatura constante para reagir por 1-66 horas na predefinição temperatura de reação de modo a obter precipitado; lavando o precipitado obtido com etanol e água deionizada para várias vezes, respectivamente, e secagem em secador a vácuo forno à temperatura de secagem a vácuo predefinida, a fim de obter em pó; colocar o pó obtido em um

forno tubular, e torrefação por 1 a 66 horas em temperatura predefinida, obtendo assim o material esférico do eletrodo  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . A invenção fornece ainda o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  esférico material do eletrodo preparado usando a preparação método. Quando usado como material ânodo de um lítio bateria de íons, o material esférico do eletrodo  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  preparado usando o método citado possui excelentes propriedades eletroquímicas.

**[0019]** Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

**[0020]** Ainda há uma necessidade no estado da técnica de uma técnica de formação de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  adequada para a indústria, rápida e com altos rendimentos.

### **Sumário da Invenção**

**[0021]** Dessa forma, a presente invenção resolve os problemas do estado da técnica a partir de processo de síntese de nanopartículas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  compreendendo uma etapa de tratamento hidrotérmico assistida por micro-ondas.

**[0022]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um processo de síntese de nanoestruturas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  compreendendo as etapas de:

- a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;
- b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0023]** Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta uma placa nanoestruturada de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , em que a placa nanoestruturada compreende nanoestruturas em sua superfície, e as nanoestruturas são sintetizadas por um processo compreendendo as etapas de:

- a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;

b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0024]** Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta o uso da placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise, em que a placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, em que a placa nanoestruturada compreende nanoestruturas em sua superfície, e as nanoestruturas são sintetizadas por um processo compreendendo as etapas de:

a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;

b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0025]** Estes e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e serão descritos detalhadamente a seguir.

### **Breve Descrição das Figuras**

**[0026]** São apresentadas as seguintes figuras:

**[0027]** A figura 1 mostra espectros de (a) DRX e (b) Raman das amostras 1h / 175 °C, 1h / 200 °C, 2h / 175 °C e 2h / 200 °C. As reflexões relacionadas ao Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pseudo-hexagonal são marcadas com um asterisco.

**[0028]** A figura 2 mostra imagens de MEV das amostras sintetizadas a) Nb 07 b) Nb 08 c) Nb 09 d) Nb 10.

**[0029]** A figura 3 mostra espectros UV – VIS das amostras de 1h / 175 °C, 1h / 200 °C, 2h / 175 °C e 2h / 200 °C.

### **Descrição Detalhada da Invenção**

**[0030]** Na presente invenção obtivemos matrizes homogêneas de nanobastões de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> usando um método hidrotérmico assistido por micro-ondas em uma solução de NH<sub>4</sub>F usando placas de nióbio como matéria-prima com tempos de síntese de poucas horas. As estruturas produzidas são cristalinas e seu

comportamento óptico é típico de semicondutores com gap de banda larga. O material obtido possui forte potencial de aplicação industrial como eletrodos nanoestruturados, uma vez que a cobertura dos nanobastões de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  é homogênea ao longo da placa de metal, possibilitando sua produção em larga escala.

**[0031]** A irradiação por micro-ondas reduz drasticamente o tempo de processamento, tornando esse método de síntese viável para a indústria.

**[0032]** Durante o processo de aquecimento por micro-ondas, a reação depende fortemente da interação entre as micro-ondas e o material. O aquecimento nesse processo é uniforme e ocorre durante um curto período de tempo, pois não há processo de condução de calor.

**[0033]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um processo de síntese de nanoestruturas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  compreendendo as etapas de:

- a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;
- b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0034]** Em uma concretização, a matéria prima de nióbio metálico é uma placa de nióbio metálico.

**[0035]** Em uma concretização, as nanoestruturas sintetizadas são nanobastões. Em uma concretização, os nanobastões possuem dimensões de 100 nm a 200 nm de diâmetro e 0,5  $\mu\text{m}$  a 2  $\mu\text{m}$  de comprimento.

**[0036]** Em uma concretização, a etapa de tratamento térmico assistido por micro-ondas ocorre em uma temperatura de 200 °C a 300 °C por 45 minutos a 90 minutos. Em uma concretização, a etapa de tratamento térmico assistido por micro-ondas ocorre em uma temperatura de 200 °C por 60 minutos.

**[0037]** Em uma concretização, a solução de fluoreto de amônio esta na concentração de 0,03M.

**[0038]** Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta uma placa nanoestruturada de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , em que a placa nanoestruturada compreende

nanoestruturas em sua superfície, e as nanoestruturas são sintetizadas por um processo compreendendo as etapas de:

- a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;
- b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0039]** Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta o uso da placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise, em que a placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, em que a placa nanoestruturada compreende nanoestruturas em sua superfície, e as nanoestruturas são sintetizadas por um processo compreendendo as etapas de:

- a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10M em um reator compreendendo uma matéria prima de nióbio metálico;
- b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

**[0040]** Eletrodos nanoestruturados podem ser utilizados em degradação de poluentes, biossensores, fotocatalise, entre outros. E o uso de placas no lugar de pó melhora a capacidade de reutilização do material e diminui o impacto ambiental.

**[0041]** Em processos de degradação de poluentes na água (seja de algum corante, fármaco ou hormônio), a utilização de um material no formato pó, mesmo com a maior eficiência, torna o processo como um todo, mais caro, pois será necessário realizar a coleta do pó após a degradação desses poluentes. Já com o uso de placas, o processo pós-degradação se dá de forma muito mais simples, fácil e barato.

**[0042]** Em relação a eletrodos nanoestruturados em pó (e.g. para produção de hidrogênio, fotoeletrocatalise ou biossensores), para a sua utilização, seria necessário uma etapa de adesão desse material em algum substrato. Ao utilizar placas com nanoestruturas na sua superfície (camada de óxido em uma placa

metálica) já obtemos o eletrodo pronto para aplicação, não sendo necessário desenvolver nenhuma técnica para aderência desse óxido nanoestruturado em um substrato. Ou seja, o uso de um eletrodo nanoestruturado ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) obtido a partir de uma placa metálica (Nb), torna o processo mais eficiente e mais barato.

### **Exemplo**

**[0043]** Os exemplos aqui mostrados têm o intuito somente de exemplificar uma das inúmeras maneiras de se realizar a invenção, contudo sem limitar, o escopo da mesma.

#### **Síntese rápida de $\text{Nb}_2\text{O}_5$**

**[0044]** O reator usado produziu uma amostra de 1  $\text{cm}^2$  por batelada. No entanto o equipamento possui estrutura para suportar até 8 reatores por síntese, podendo ser produzido em larga escala e com placas maiores, por exemplo.

**[0045]** Para a Síntese rápida de nanoestruturas homogêneas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, utilizou-se placas de Nióbio metálico (99.8 %) de 1  $\text{cm}^2$  e 2 mm de espessura. As placas foram lixadas, limpas, secas e posteriormente colocadas, uma por vez, dentro de um reator de teflon. O reator foi então colocado dentro do micro-ondas. Utilizou-se 20 mL de uma solução com fluoreto de amônio 0,03 M ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) em 175 °C e 200 °C durante os tempos de 1h e 2h, conforme a tabela abaixo:

**Tabela 1.** Nomenclatura das amostras de Nb.

Amostra	Tempo	Temperatura
Nb 07	1h	175 °C
Nb 08	1h	200 °C
Nb 09	2h	175 °C
Nb 10	2h	200 °C

**[0046]** A estrutura cristalina das amostras foi caracterizada em um difratômetro de raios X (DRX, Philips, X'pert MPD) equipado com uma fonte de  $\text{Cu-K}\alpha$ . Os

bancos de dados do Inorganic Crystal Structure Database (ICSD) foram utilizados para a identificação das fases cristalinas resultantes. Os estudos Raman foram realizados em um espectrômetro Renishaw Raman equipado com um laser de 532 nm. Os estudos de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizados em um microscópio EVO MA10 Carl Zeiss operando a 8 kV. Os espectros de refletância difusa foram obtidos em um espectrômetro CARY 5000 (200-800 nm). A função Kubelka-Munk foi aplicada aos espectros resultantes, considerando um intervalo de banda indireto.

**[0047]** Nanobastões com um diâmetro de aproximadamente 200 nm e 1 mm de comprimento podem ser vistos em ambas as amostras - embora as amostras tratadas por 1h apresentem hastes ligeiramente mais curtas. Esta observação mostra novamente que a formação de matrizes de nanobastões depende muito mais da temperatura do que do tempo do processo. Os resultados obtidos através de imagens MEV relacionam-se com os resultados encontrados através das análises DRX e Raman, onde o processamento abaixo de 200 °C não forma Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> cristalino.

**[0048]** As medidas espectrofotométricas UV-VIS foram realizadas para calcular o gap de bandas dos arranjos de nanobastões e para entender a influência da morfologia na refletância das amostras. Na Fig. 3, podemos ver que as amostras sintetizadas a 200 °C mostraram um comportamento marcadamente diferente quando comparadas às amostras sintetizadas a 175 °C. Apesar dos diferentes tempos de síntese, as amostras de 1h / 200 °C e 2h / 200 °C mostram comportamento óptico praticamente idêntico. Os resultados demonstram que essas matrizes nanoestruturadas exibem características típicas de semicondutores estruturalmente homogêneos. Aplicando a função Kubelka-Munk aos espectros de refletância difusa, foram obtidos intervalos de banda óptica de 3,28 e 3,36 eV para as amostras de 1h / 200 °C e 2h / 200 °C, respectivamente.

**[0049]** Matrizes de nanobastões Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram sintetizadas com sucesso em tempos muito curtos por um método hidrotérmico assistido por micro-ondas. A

partir dos resultados das análises de DRX e Raman, é confirmada a formação de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a 200 °C. Nas imagens MEV, verificamos a formação de uma estrutura homogênea de nanobastões a 200 °C nos dois tempos de tratamento estudados. A partir dos resultados, observamos que a formação rápida pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas das nanoestruturas Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> depende mais da temperatura aplicada do que do tempo de síntese. Os materiais também exibem um comportamento óptico excepcional, como mostrado em seus espectros de refletância. Foram observadas lacunas na banda óptica - característica dos materiais semicondutores.

**[0050]** Assim, o método hidrotérmico assistido por micro-ondas é validado como uma técnica mais rápida e barata para a produção de nanoestruturas homogêneas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

**[0051]** Os versados na arte valorizarão os conhecimentos aqui apresentados e poderão reproduzir a invenção nas modalidades apresentadas e em outras variantes e alternativas, abrangidas pelo escopo das reivindicações a seguir.

### **Reivindicações**

1. Processo de síntese de nanoestruturas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> **caracterizado por** compreender as etapas de:

a) Adicionar uma solução de fluoreto de amônio 0,01 M a 0,10 M em um reator compreendendo pelo menos uma matéria prima de nióbio metálico;

b) Tratamento térmico assistido por micro-ondas em uma temperatura de 200 °C a 400 °C por 30 minutos a 120 minutos.

2. Processo de síntese, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** utilizar placas como matéria prima de nióbio metálico.

3. Processo de síntese, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizado pelas** nanoestruturas sintetizadas serem nanobastões.

4. Processo de síntese, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizado pela** etapa b) ser realizada a 200 °C.

5. Processo de síntese, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizado pela** solução de fluoreto de amônio estar na concentração de 0,03 M.

6. Placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> **caracterizada por** compreender nanoestruturas em sua superfície, em que as nanoestruturas são sintetizadas por um processo conforme definido em qualquer uma das reivindicações anteriores.

7. Placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizada por** compreender nanobastões na sua superfície, em que os nanobastões possuem dimensões de 100 nm a 200 nm de diâmetro e 0,5 µm a 2 µm de comprimento.

8. Uso de uma placa nanoestruturada de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, conforme definida em qualquer uma das reivindicações 6 ou 7, **caracterizada por** ser em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise.

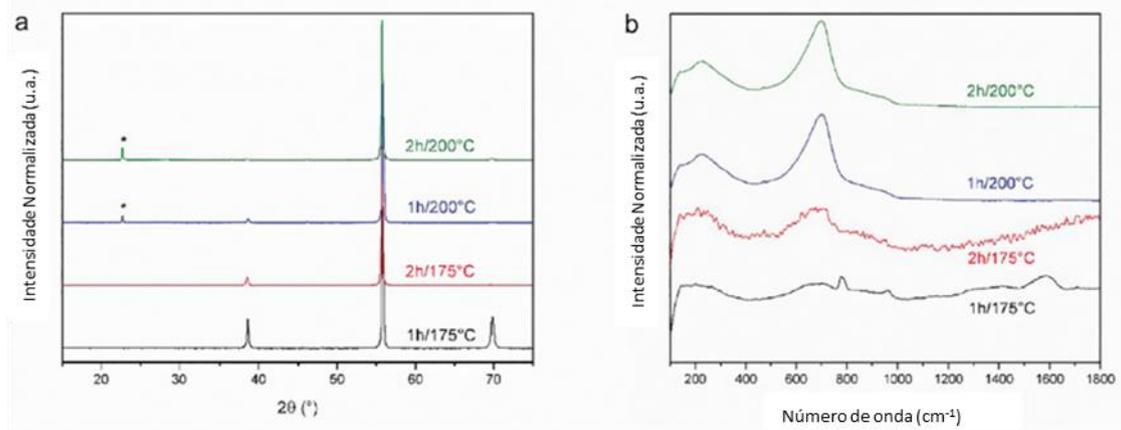
**FIGURAS**

Figura 1

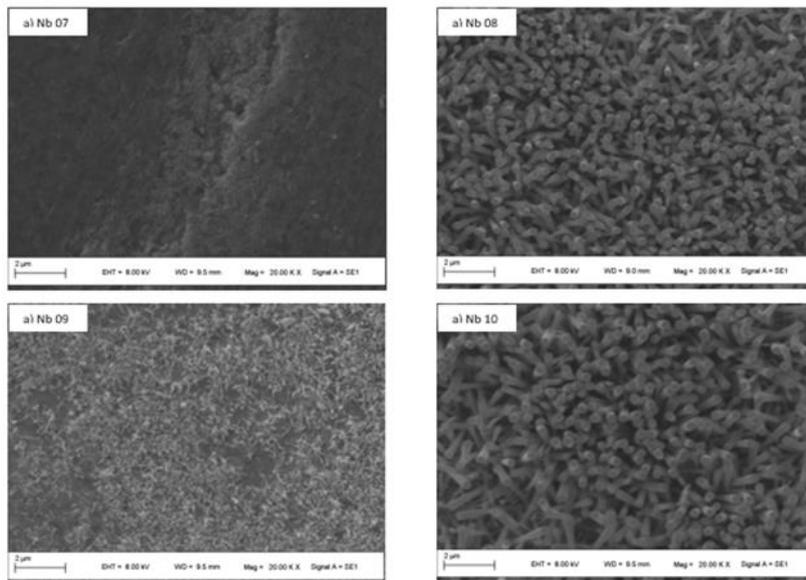


Figura 2

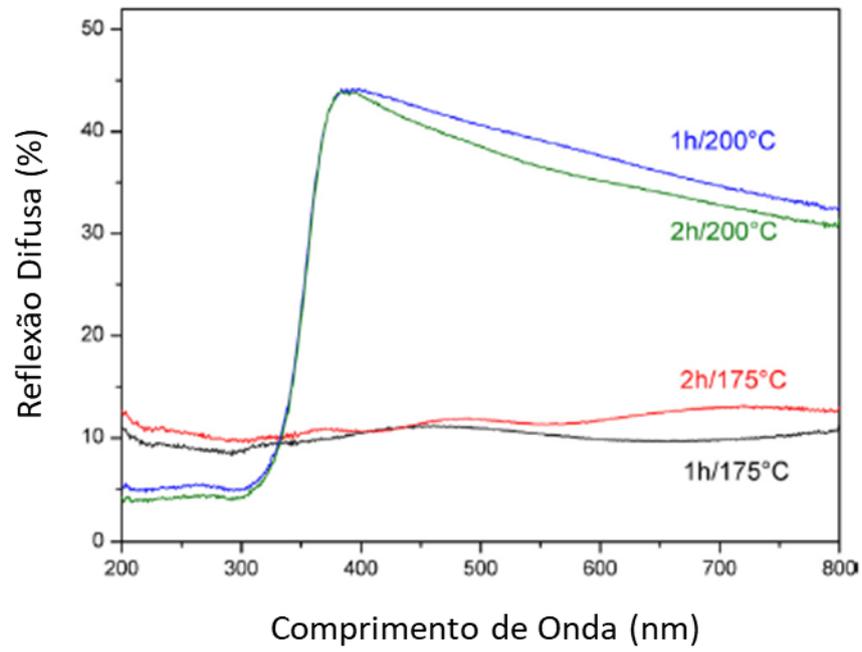


Figura 3

**Resumo****PROCESSO DE SÍNTESE DE NANOESTRUTURAS DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, PLACA NANOESTRUTURADA DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub> E USO DE PLACA NANOESTRUTURADA DE NB<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**

A presente invenção apresenta um processo de síntese de nanoestrutura de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> compreendendo uma etapa de tratamento hidrotérmico assistido por micro-ondas. Em uma concretização, essas nanoestruturas são sintetizadas em uma placa de nióbio metálico, sendo especialmente útil em processos de degradação de poluentes, produção de biossensores ou em fotocatalise. A presente invenção se situa nos campos da Química, Engenharia dos Materiais e Nanotecnologia.