

Obtenção por *electrospinning* e caracterização de fibras de pentóxido de nióbio (Nb₂O₅)

Synthesis by *electrospinning* and characterization of niobium pentoxide (Nb₂O₅) fibers

Gisele Cristina Leindecker¹

Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil
gileindecker@gmail.com

Annelise Kopp Alves¹

Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil
annelise.alves@ufrgs.br

Carlos Pérez Bergmann¹

Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil
bergmann@ufrgs.br

Resumo. *Electrospinning* é um método que utiliza fontes de alta tensão e baixa corrente para produzir fibras de diâmetro reduzido, quando um jato de um material fluido é acelerado e estirado na presença de um campo elétrico externo. No presente trabalho, foram produzidas fibras do compósito Nb/PVP (polivinilpirrolidona) pelo método de *electrospinning*. Essas fibras foram calcinadas à temperatura de 600 e 700°C para obtenção de fibras cerâmicas de pentóxido de nióbio. Por fim, as fibras foram caracterizadas através de análise térmica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de reflectância difusa. Os resultados indicaram que foram formadas fibras da fase hexagonal (TT-Nb₂O₅), e que o aumento da tensão aplicada provocou uma redução no diâmetro das fibras, sendo 0,09 µm o menor diâmetro médio obtido para as fibras produzidas aplicando uma tensão de 16 kV e sinterização a 700 °C. O tamanho de cristalito médio aumentou de 17,05 para 35,58 nm com o aumento da temperatura de tratamento térmico, resultando em queda da área superficial de 43,6 para 31,3 m²/g. Os valores de *band gap* medidos variaram

Abstract. Electrospinning is a method that uses high voltage and low electrical currents to produce fibers with reduced diameter, when a jet of a fluid material is accelerated and stretched in the presence of an external electric field. Niobium pentoxide has shown promising results for application to photocatalysis because it is easily recovered and recycled at the end of the process. In this paper, the composite fibers Nb/PVP (polyvinylpyrrolidone) were produced by the method of electrospinning. These fibers were heat treated at 600 e 700°C to obtain ceramic fibers of niobium pentoxide. Finally, the fibers were characterized by thermal analysis, X-Ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM) and diffuse reflectance spectroscopy (DRS). The results showed that fibers were formed and presented hexagonal phase (TT-Nb₂O₅), and that the increase of the voltage caused a decrease in fiber diameter, with the smallest average diameter of 0,09 µm obtained for fibers produced by applying a voltage of 16 kV and sintering at 700°C. The average crystallite size increased from 17,05 to 35.58 nm with increasing calcination temperature, resulting in decreased surface area of 43.5 to 31.3 m²/g. The band gap values measured ranged

¹ Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Departamento de Materiais, LACER. Av. Osvaldo Aranha, 99, sala, 705C, 90035-190, Porto Alegre, RS, Brasil.

de 3,52 a 3,57 eV, indicando que as nanofibras são semicondutores de *gap* largo.

Palavras-chave: *electrospinning*, pentóxido de nióbio, nanofibras.

from 3.52 to 3.57 eV, indicating that the nanofibers are wide band gap semiconductors.

Key words: *electrospinning*, niobium pentoxide, nanofibers.

Introdução

Electrospinning é um método que utiliza fontes de alta tensão (5-50kV) e baixa corrente (0,5-1 μ A) para produzir fibras de diâmetro reduzido quando um jato de um material fluido é acelerado e estirado na presença de um campo elétrico externo (Shao *et al.*, 2004; Azad, 2006; Sigmund *et al.*, 2006).

Essa técnica é muito utilizada por ser simples e versátil, e, atualmente, é um método bem estabelecido e eficaz para produzir nanofibras de modo contínuo. *Electrospinning* é considerada a técnica mais apropriada para a produção de nanofibras por ser de fácil manuseio e permitir controlar a estrutura e a morfologia das fibras, que podem ser densas, porosas, na forma de fitas e tubos ocos ou preenchidos.

Existem outras técnicas de produção de nanofibras, tais como Drawing (Xing *et al.*, 2008), Template Synthesis (Huczko, 2000), Phase Separation (Yang *et al.*, 2004) e Self-Assembly (Georgakilas *et al.*, 2002). Porém, essas técnicas de formação de fibras convencionais não são capazes de produzir fibras de diâmetros menores que 2 μ m. A obtenção de fibras com diâmetros reduzidos e a elevada relação área/volume, tornam o *electrospinning* um método mais atrativo para a produção de nanofibras.

O processo de *electrospinning* consiste, basicamente, em um reservatório para a solução, uma fonte de alta tensão e um coletor, onde as fibras serão depositadas. A solução polimérica contida no reservatório, usualmente uma seringa, é forçada a escoar por uma agulha fina ou bico injetor por ação da gravidade ou com o auxílio de uma bomba de infusão na presença de um campo elétrico externo até atingir o tubo coletor.

Quando o campo elétrico é suficientemente intenso para superar a tensão superficial de uma dada solução polimérica, um jato de solução é formado e acelerado pelo campo elétrico na direção do eletrodo aterrado, que serve de coletor para as fibras. As fibras são formadas enquanto o jato está sendo acelerado, ou seja, durante o tempo no qual o jato da solução é formado a partir do bico injetor até chegar ao

coletor. Isso acontece porque ocorre o alongamento do jato e a evaporação do solvente, fazendo com que as cadeias fiquem cada vez mais juntas, levando assim à deposição da fibra seca no coletor (Nieto, 2006).

Nanofibras cerâmicas possuem um grande número de aplicações práticas, tais como, catalisadores, compósitos estruturais, sensores, capacitores, resistores, diodos, baterias, sistemas de liberação de drogas e vasos sanguíneos (Klein, 1991).

O pentóxido de nióbio tem apresentado resultados promissores para aplicação em fotocatalise, por ser facilmente recuperado e reciclado ao final do processo. Catalisadores de compostos à base de nióbio, principalmente na forma de óxidos, podem ser empregados como fase ativa, promotor e suporte em vários sistemas reacionais (Gonzales, 1990; Ziolek, 2003). Além disso, catalisadores na forma de fibras apresentam vantagem em relação aos catalisadores particulados, tanto por sua grande área superficial, como pela ausência da necessidade de um suporte (auto-suportados).

Nesse contexto, este trabalho visa a estudar a produção e a caracterização de fibras de pentóxido de nióbio por *electrospinning* a partir do nióbio metálico.

Materiais e métodos

As substâncias utilizadas neste trabalho estão listadas na Tabela 1.

A metodologia aplicada para a síntese das nanofibras envolveu as seguintes etapas:

- (i) Preparação da solução;
- (ii) *Electrospinning* da solução obtida, a fim de se obter nanofibras de Nb₂O₅;
- (iii) Calcinação das fibras do compósito Nb/PVP, a fim de se obter fibras cerâmicas;
- (iv) Caracterização das fibras cerâmicas obtidas.

Uma solução foi preparada pela dissolução de 0,3 g de nióbio metálico em pó em 2 ml de ácido fluorídrico e posterior adição de 1 ml de ácido acético, como agente promotor da

Tabela 1. Substâncias utilizadas e sua principal função.
Table 1. Substances used and their main function.

Substância	Fornecedor	Função
Nióbio metálico	CBMM	Precursor
Polivinilpirrolidona (PVP)	Sigma-Aldrich	Ajuste de viscosidade e formador da fibra
Álcool etílico anidro	Proton química	Diluição
Ácido fluorídrico (HF)	Fmaia	Diluição
Ácido acético glacial	Química moderna	Agente promotor da hidrólise do PVP

hidrólise do PVP (Viswanathamurthi, 2003). Uma solução polimérica foi preparada dissolvendo-se 10g de polivinilpirrolidona (PVP) em 100 ml de etanol e mantida sob agitação magnética até a dissolução completa do polímero. Por fim, a solução precursora foi formada adicionando-se 15 mL da solução de PVP 10 % à solução de nióbio e seguida por agitação magnética à temperatura ambiente por uma hora.

Para a etapa de *electrospinning*, foi utilizado um equipamento que consiste em um reservatório para a solução, uma fonte de alta tensão e um coletor, onde as fibras são depositadas, como representado na Figura 1.

Durante o processo de *electrospinning*, foi analisada a influência da variação da tensão aplicada nas características morfológicas das fibras formadas. Os parâmetros utilizados no processo de *electrospinning* estão listados na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros utilizados no processo de *electrospinning*.

Table 2. Parameters used in the process of *electrospinning*.

Vazão (mL/h)	1,5
Tensão de trabalho (kV)	14 e 16
Diâmetro externo da agulha (mm)	1,2
Distância entre agulha e coletor (mm)	130

Após a síntese, as fibras passaram por tratamento térmico a 600 e 700°C com taxa de aquecimento de 0,8°C/min e patamar de 1 hora, seguido de caracterização morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise térmica (ATG), difração de raios X (DRX) para identificação das fases presentes e caracterização das propriedades ópticas através de espectroscopia de reflectância difusa (ERD).

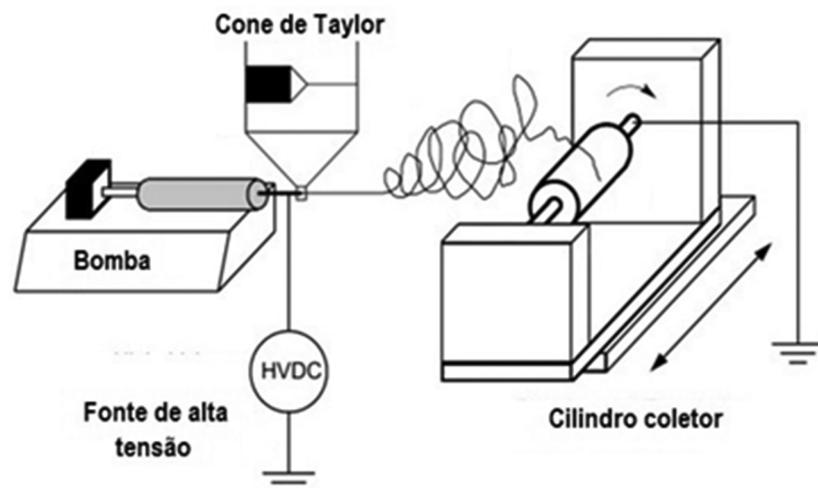


Figura 1. Montagem esquemática de um sistema de *electrospinning*.
Figure 1. Schematic arrangement of an *electrospinning* system.

Caracterização das fibras

As temperaturas utilizadas no tratamento térmico foram estimadas através da análise termogravimétrica (ATG) das fibras compósitas sintetizadas.

As fases cristalinas foram determinadas em um difratômetro de raios X Phillips modelo X'pert MPD. O tamanho de cristalito da fibra foi calculado pela Equação de Scherrer (Equação 1) (Cullity e Stock, 2001).

$$D_c = \frac{0,89\lambda}{\beta \cos\theta} \quad \text{Equação 1}$$

onde:

DC = tamanho de cristalito;

λ = comprimento de ondas dos raios X;

β = largura do pico de difração de maior intensidade, medida à meia altura;

θ = ângulo correspondente ao pico de maior intensidade.

A morfologia das nanofibras produzidas foi analisada antes e após o tratamento térmico através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um microscópio JEOL modelo JSM 6060. As amostras foram metalizadas com uma fina camada de ouro para torná-las condutivas. As imagens obtidas por MEV também foram utilizadas para o cálculo do diâmetro médio das fibras com o auxílio do aplicativo *Image Tool*.

A área superficial específica das fibras foi determinada pelo modelo proposto por Brunauer, Emmet e Teller (BET) (Inaba e Tagawa, 1996). O equipamento utilizado para essa análise foi o Autosorb Quanta Chrome Instrument, modelo Nova 1000. As amostras foram previamente preparadas em vácuo à temperatura de 300°C por 1 hora, depois de mantidas em estufa a 100°C por 96 horas.

A energia do *gap* óptico foi medida através de espectroscopia de reflectância difusa (ERD) com esfera integradora (Cary 5000 UV-Vis-NIR, DRA-1800). Para determinar essa energia, foi utilizado o modelo de Kubelka e Munk (1931), que desenvolveram uma expressão simples para transformar os dados de reflectância difusa em absorbância. Essa expressão é apresentada na Equação 2.

$$\frac{k}{S} = \frac{(1 - R)^2}{2R} \quad \text{Equação 2}$$

onde:

R = valor de reflectância no comprimento de onda;

k = coeficiente de absorbância;

S = coeficiente de espalhamento.

Através do gráfico de k/S em função da energia de excitação do fóton emitido, foi possível determinar a energia do *gap* das fibras produzidas. Ao traçar uma reta na parte mais linear da curva, o valor onde essa reta intercepta o eixo das ordenadas equivale à estimativa do *band gap* da amostra analisada.

Resultados e discussão

A análise termogravimétrica do compósito Nb/PVP é apresentada na Figura 2. Pode-se observar uma pequena perda de massa até aproximadamente 300°C, relativa à eliminação de umidade residual, ácido acético, ácido fluorídrico e álcool etílico utilizados na preparação das fibras, que somam cerca de 15 % da perda de massa total. A partir dessa temperatura até aproximadamente 500°C ocorre a maior perda de massa causada, provavelmente, pela decomposição térmica do veículo polimérico.

A Figura 3 apresenta imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, das fibras de Nb₂O₅ assim como sintetizadas.

As fibras apresentaram superfície lisa e com perfil de seção transversal variável para as duas tensões utilizadas durante o *electrospinning*. O aumento da tensão provocou uma diminuição no diâmetro das fibras. O diâmetro médio das fibras obtidas com tensão de 14 kV foi de 0,36 μ m, com desvio padrão de 0,08 μ m, enquanto que as fibras produzidas aplicando uma tensão de 16 kV apresentaram diâmetro médio de 0,29 μ m e desvio padrão de 0,03 μ m.

A Figura 4 apresenta as micrografias das fibras antes e após o tratamento térmico. Analisando as imagens, pode-se observar que o diâmetro médio das fibras foi reduzido consi-

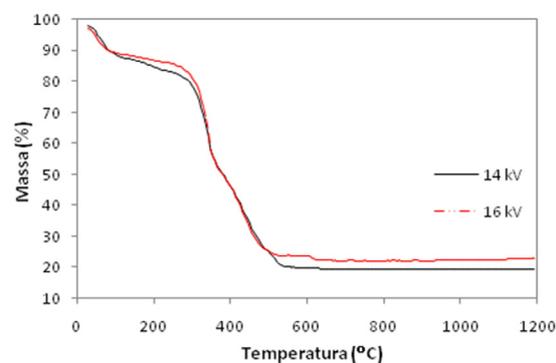


Figura 2. Análise termogravimétrica das fibras de Nb₂O₅ produzidas por *electrospinning*.

Figure 2. Thermogravimetric analysis of the Nb₂O₅ fibers produced by electrospinning.

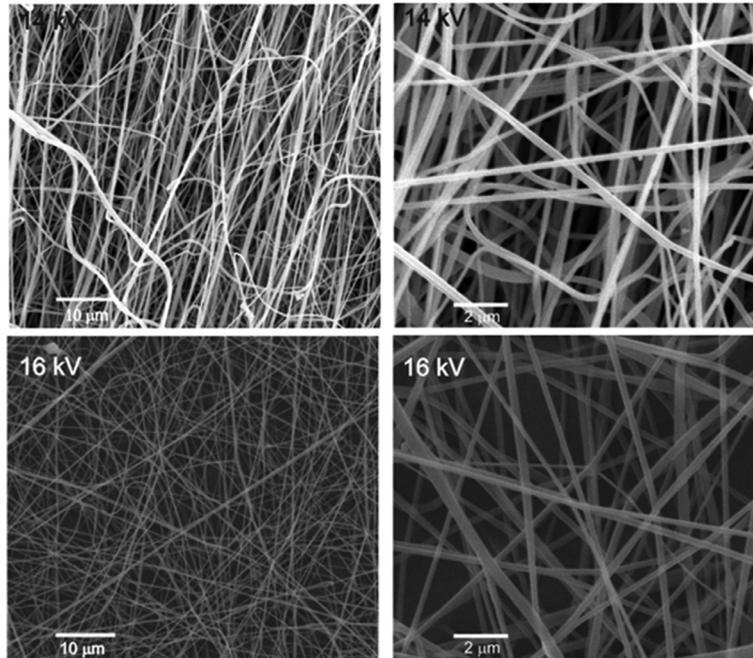


Figura 3. Fibras de Nb_2O_5 sem tratamento térmico obtidas por *electrospinning*.
Figure 3. Nb_2O_5 fibers without heat treatment obtained by *electrospinning*.

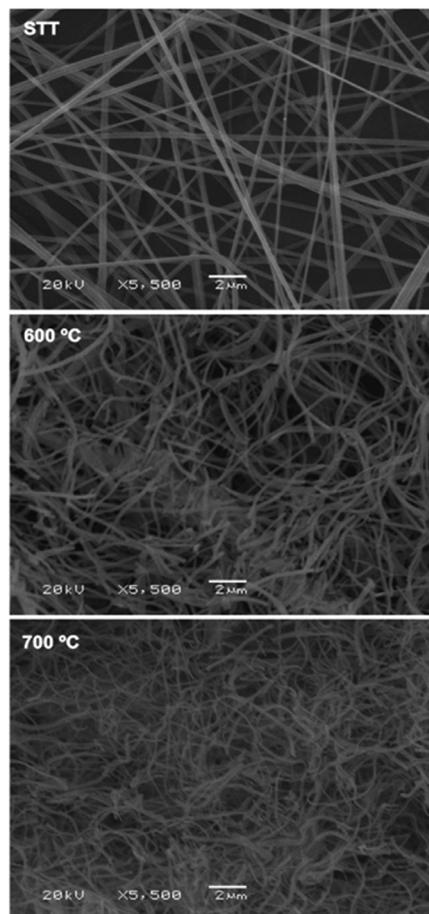


Figura 4. Imagens por MEV das fibras assim como sintetizadas (STT) e tratadas termicamente a 600 e 700°C.

Figure 4. Pictures by SEM of the fibers as synthesized (STT) and thermally treated at 600 and 700°C.

deravelmente com o tratamento térmico devido à remoção do polímero durante a sinterização. A redução do diâmetro foi em torno de 50%, sendo que essa queda foi mais acentuada para as fibras produzidas com tensão de 16 kV, onde o diâmetro passou de 0,29 para 0,10 μm para as fibras tratadas a 600°C e 0,09 para aquelas tratadas a 700°C. Para as duas tensões de trabalho, não houve grande variação no diâmetro médio das fibras com o aumento da temperatura de tratamento térmico.

Os valores dos diâmetros médios assim como o desvio padrão das fibras antes e após o tratamento térmico são apresentados na Tabela 3.

Através da análise dos resultados de difração de raios X apresentados na Figura 5, verificou-se a cristalização do pentóxido de nióbio nas temperaturas utilizadas durante o tratamento térmico das fibras. O tratamento térmico a 600°C resultou na formação da fase hexagonal ($\text{TT-Nb}_2\text{O}_5$) com picos característicos do Nb_2O_5 em 2θ igual a 22,6 e 28,6° (ficha JCPDS 28-0317). Essa fase hexagonal também foi observada nas fibras tratadas a 700°C de acordo com a ficha JCPDS 07-0061.

A Tabela 4 apresenta os valores calculados para os tamanhos de cristalitos das fibras tratadas termicamente a 600 e 700°C em função da tensão aplicada. O tamanho de cristalito médio para as nanofibras $\text{TT-Nb}_2\text{O}_5$ calcinadas a 600°C foi 17,05 nm. O aumento da temperatura de tratamento promoveu um aumento no tamanho do cristalito, passando para um valor médio de 35,58 nm para as fibras tratadas a 700°C. Não houve uma contribuição significativa na tensão aplicada, durante o processo de *electrospinning*, no tamanho de cristalito para as diferentes temperaturas de tratamento térmico, indicando que este não foi um fator determinante na formação da cristalinidade.

O aumento da temperatura de tratamento térmico fez com que os cristalitos aumentassem de tamanho, por conseguinte, houve uma diminuição na área superficial específica. A área superficial específica determinada foi 43,6 m^2/g para as fibras tratadas termicamente a 600°C e 31,3 m^2/g para as tratadas termicamente a 700°C. Essa queda da área superficial com o aumento da temperatura pode indicar o início do processo de sinterização das partículas, cuja força motriz é a diminuição da área interfacial com o meio.

Tabela 3. Relação entre a tensão utilizada e o diâmetro médio das fibras antes e após tratamento térmico.

Table 3. Relationship between the voltage used and the diameter of the fibers before and after heat treatment.

		Tensão (kV)	
		14	16
STT	Diâmetro médio (μm)	0,36	0,29
	Desvio padrão (μm)	0,08	0,03
600°C	Diâmetro médio (μm)	0,18	0,10
	Desvio padrão (μm)	0,05	0,04
700°C	Diâmetro médio (μm)	0,16	0,09
	Desvio padrão (μm)	0,02	0,04

Tabela 4. Tamanho de cristalito das fibras após tratamento térmico.

Table 4. Crystallite size of the fibers after heat treatment.

Tensão (kV)	Tamanho de cristalito (nm)	
	600°C	700°C
14	17,22	37,07
16	16,89	34,10
Tamanho de cristalito médio (nm)	17,05	35,58

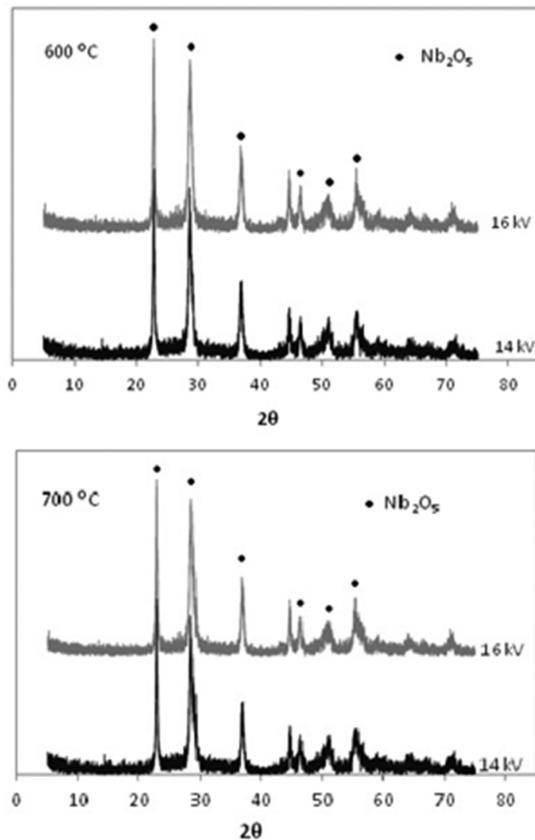


Figure 5. Difractograma das fibras obtidas por *electrospinning* após tratamento térmico.
Figure 5. Diffractogram of the fiber obtained by *electrospinning* after heat treatment.

A Figura 6 apresenta o gráfico relativo à reflectância difusa (DRS) das fibras de Nb₂O₅ tratadas termicamente a 600 e 700°C.

Através da obtenção de dados de reflectância, foi possível determinar o *gap* de energia das fibras. Materiais com *gap* curto absorvem grande quantidade de fótons, enquanto materiais com *gap* largo refletem grande porcentagem dos fótons (Pawlicka *et al.*, 1997; Nunzi, 2002). Na análise por DRS, as nanofibras refletiram energia em grande parte do espectro, desde a região UV, indicando que o *gap* deve estar em uma região de energia mais alta.

Através da função de Kubelka e Munk (k/S), transformaram-se os dados de reflectância em absorbância e assim foi possível determinar o *band gap* das fibras. A Figura 7 mostra o gráfico de k/S em função da energia de excitação do fóton emitido para as fibras tratadas termicamente a 700°C, com tensão de 14 kV.

Os valores de *band gap* obtidos para as amostras, após o tratamento térmico, constam na Tabela 5.

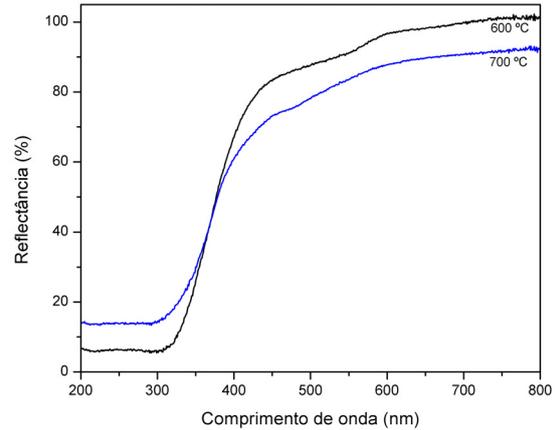


Figure 6. Espectro de reflectância difusa das fibras de Nb₂O₅ tratadas termicamente a 600 e 700°C.
Figure 6. Diffuse reflectance spectrum of the Nb₂O₅ fibers thermally treated at 600 and 700°C.

O *band gap* das fibras variou entre 3,52 e 3,57 eV. Esses valores estão de acordo com a literatura, que atribui *gaps* entre 3 e 3,6 eV para o Nb₂O₅ (Hale *et al.*, 2005). A variação da temperatura de tratamento térmico praticamente não alterou o *gap* de energia das fibras.

O pentóxido de nióbio tem apresentado resultados promissores como fotocatalisador e vem sendo estudado como alternativa para substituir o TiO₂ por apresentar valores de *gap* próximos ao óxido de titânio, muito utilizado em fotocatalise, com a vantagem de ser facilmente recuperado e reciclado ao final do processo. O *gap* maior que 3,5 eV mostra que as fibras obtidas podem ser utilizadas para substituir o TiO₂ que apresenta valores de *gap* mais próximos a 3,0 eV (Lazaro *et al.*, 2012; Silva e Lansarin, 2013; Bernardes *et al.*, 2011), apresentando, inclusive, maior capacidade de oxidação que as fibras de TiO₂.

Um valor de *band gap* maior significa uma maior absorção de energia para fazer com que os elétrons deixem a banda de condução e retornem à banda de valência. As fibras produzidas apresentaram *gaps* maiores que as obtidas por Qi *et al.* (2013), que produziram fibras de Nb₂O₅ utilizando patamar de três horas no tratamento térmico. Dessa forma, conclui-se que as fibras produzidas neste trabalho são de boa qualidade, não sendo necessário aumentar o tempo de patamar durante o tratamento térmico.

Os resultados obtidos de *band gap* nas fibras nanoestruturadas de Nb₂O₅ são similares a de um fotocatalisador. Além do mais, os valores de *band gap* largos podem fornecer forte capacidade

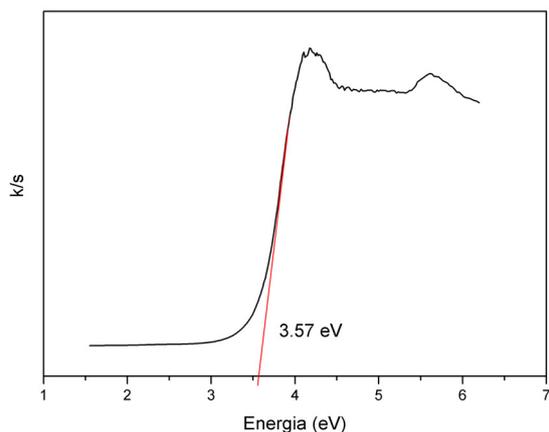


Figura 7. Plot de K/S em função da energia de excitação do fóton emitido da fibra TT-Nb₂O₅ obtida com tensão de 14 kV.

Figure 7. Plot of K/S as a function of the excitation energy of the emitted photon fiber TT-Nb₂O₅ obtained with 14 kV voltage.

Tabela 5. Valores de *band gap* das nanofibras de Nb₂O₅ após tratamento térmico.

Table 5. Values of band gap of Nb₂O₅ nanofibers after heat treatment.

Tensão (kV)	Band gap (eV)	
	600°C	700°C
14	3,56	3,57
16	3,52	3,53

de de oxidação para as fibras e, consequentemente, maior eficiência de degradação durante uma reação fotocatalítica (Lazaro *et al.*, 2012).

A obtenção de fibras de Nb₂O₅ é um processo que ainda não foi muito explorado. São raros os artigos científicos publicados que produziram fibras desse material. Até a conclusão deste trabalho, não foram encontrados relatos na literatura de fibras de Nb₂O₅ produzidas por outras técnicas para podermos comparar com os resultados das fibras obtidas por *electrospinning*.

Conclusões

Através da análise dos resultados obtidos, conclui-se que é possível obter fibras de pentóxido de nióbio através da técnica de *electrospinning*. Neste trabalho, foram produzidas fibras cerâmicas de Nb₂O₅ com diâmetro médio variando entre 0,09 e 0,18 μm .

Observou-se que o aumento da tensão aplicada durante processo de produção das fibras provoca uma redução no diâmetro. Após o tratamento térmico, a estrutura das fibras foi mantida, porém, seu diâmetro foi reduzido a aproximadamente metade do apresentado pelas fibras como sintetizadas, formando fibras com aspecto quebradiço.

O tratamento térmico promoveu a cristalização da fase hexagonal do pentóxido de nióbio (TT-Nb₂O₅). A área superficial específica das fibras diminuiu com o aumento da temperatura de calcinação, passando de 43,6 para 31,3 m²/g para as temperaturas 600 e 700°C, respectivamente.

A variação da temperatura de tratamento térmico praticamente não alterou o *gap* de energia das fibras, que variou entre 3,52 e 3,57 eV.

As fibras apresentaram excelente qualidade quanto à morfologia, pois apresentaram aparência lisa e diâmetros reduzidos. As propriedades ópticas medidas foram similares às das fibras obtidas por Qi *et al.* (2013). Esses autores mostraram que a fase TT-Nb₂O₅ apresentou melhores resultados em experimentos de fotocatalise, quando comparada à fase ortorrômbica, indicando que as fibras TT-Nb₂O₅ produzidas neste trabalho podem ser utilizadas como um fotocatalisador promissor.

Referências

- AZAD, A.M. 2006. Fabrication of yttria-stabilized zirconia nanofibers by electrospinning. *Materials Letters*, **60**(1):67-72.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2005.07.085>
- BERNARDES, A.A.; BULHOSA, M.C.S.; GONÇALVES, F.F.; D'OCA, M.G.M.; WOLKE, S.I. 2011. Materiais SiO₂-TiO₂ para a degradação fotocatalítica de diuron. *Química Nova*, **34**(8):1343-1348.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422011000800009>
- CULLITY, B.D.; STOCK, S.R. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3ª ed., Foxboro, Prentice Hall, 664 p.
- GEORGAKILAS, V.; PELLARINI, F.; PRATO, M.; GULDI, D.M.; MELLE-FRANCO, M.; ZERBETTO, F. 2002. Supramolecular self-assembled fullerene nanostructures. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, **99**(8):5075-5080.
<http://dx.doi.org/10.1073/pnas.072006599>
- GONZALEZ, W.A. 1990. *Propriedades físico-químicas e catalíticas do Nb₂O₅ preparado por diferentes métodos*. Rio de Janeiro, RJ. Tese de Doutorado. Instituto Militar de Engenharia, 115 p.
- HALE, P.S.; MADDOX, L.M.; SHAPTER, J.G.; VOELCKER, N.H.; FORD, M.J.; WACLAWIK, E.R. 2005. Growth Kinetics and Modeling of ZnO Nanoparticles. *Journal of Chemical Education*, **82**(5):775-778.
<http://dx.doi.org/10.1021/ed082p775>

- HUCZKO, A. 2000. Template-based synthesis of nanomaterials. *Materials Science & Processing*, **70**(4):365-376.
<http://dx.doi.org/10.1007/s003390051050>
- INABA, H.; TAGAWA, H. 1996. Review, Ceria-based solid electrolyte. *Solid State Ionics*, **83**(1-2):1-16.
[http://dx.doi.org/10.1016/0167-2738\(95\)00229-4](http://dx.doi.org/10.1016/0167-2738(95)00229-4)
- KLEIN, L. 1991. Sol-Gel Process. Engineered Materials Handbook, Ceramics and Glasses. *ASM International*, **4**:209-213.
- KUBELKA P.; MUNK F. 1931. Ein Beitrag Zur Optik der Farbanstriche. *Zeitschrift fur technische Physik*, **12**:593-601.
- LAZARO, S.; PENTEADO, R.F.; TEBCHERANI, S.M. 2012. Energia de superfície para nanossuperfícies de TiO₂ na direção (001). *Química Nova*, **35**(5):920-923.
- NIETO, J.R.C. 2006. *Produção de Heterojunções de Polianilina/Silício e Nanofibras de Polianilina para aplicações em dispositivos híbridos*. Recife, PE. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, 112 p.
- NUNZI, J.M.C.R. 2002. Organic photovoltaic materials and devices. *Physique*, **3**(4):523-542.
[http://dx.doi.org/10.1016/S1631-0705\(02\)01335-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1631-0705(02)01335-X)
- PAWLICKA, A.; ATIK, M.; AEGERTER, M.A. 1997. Synthesis of multicolor Nb₂O₅ coatings for electrochromic devices. *Thin Solid Films*, **301**(1-2):236-241.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090\(96\)09583-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6090(96)09583-1)
- QI, S.; ZUO, R.; LIU, Y.; WANG, Y. 2013. Synthesis and photocatalytic activity of electrospun niobium oxide nanofibers. *Materials Research Bulletin*, **48**(3):213-217.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.materresbull.2012.11.074>
- SHAO, C.; GUAN, H.; LIU, Y.; GONG, J.; YU, N.; YANG, X. 2004. A Novel method for making ZrO₂ nanofibers via an electrospinning technique. *Journal of Crystal Growth*, **267**(1-2):380-384.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2004.03.065>
- SIGMUND, W.; YUH, J.; PARK, H.; MANEERATANA, V.; PYRGIOTAKIS, G.; DAGA, A.; TAYLOR, J.; NINO, J.C. 2006. Processing and Structure Relationships in Electrospinning of Ceramic Fiber Systems. *Journal of the American Ceramic Society*, **89**(2):395-407.
<http://dx.doi.org/10.1111/j.1551-2916.2005.00807.x>
- SILVA, W.L.; LANSARIN, M.L. 2013. Síntese, caracterização e atividade fotocatalítica de catalisadores nanoestruturados de TiO₂ dopados com metais. *Química Nova*, **36**(3):382-386.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422013000300006>
- VISWANATHAMURTHI, P. 2003. Preparation and morphology of niobium oxide fibres by electrospinning. *Chemical Physics Letters*, **374**(1-2):79-84.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0009-2614\(03\)00702-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0009-2614(03)00702-4)
- XING, X.; WANG, Y.; LI, B. 2008. Nanofiber drawing and nanodevice assembly in poly (trimethylene terephthalate). *Optical Society of America*, **16**:10815-10822.
- YANG, F.; MURUGAN, R.; RAMAKRISHNA, S.; WANG, X.; MA, Y.; WANG, S. 2004. Fabrication of nano-structured porous PLLA scaffold intended for nerve tissue engineering. *Materials Research*, **25**:1891-1900.
- ZIOLEK, M. 2003. Niobium-containing catalysts – the state of art. *Catalysis Today*, **78**(1-4):47-64.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0920-5861\(02\)00340-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0920-5861(02)00340-1)

Submetido: 20/11/2013
Aceito: 05/12/2013