SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES AUTOSSUSTENTÁVEIS DE MXENO DE NIÓBIO COM POTENCIAL APLICAÇÃO EM ARMAZENADORES DE ENERGIA

Autores: Lucas Cardoso[1], Emanuel Oliveira[2], Emerson Gonçalves[3,4], Bianca Palley[4].

[1]Instituto Federal de São Paulo, Rod. Pres. Dutra, km 145 - s/n - Jardim Diamante, São José dos Campos - SP, 12223-201, Brasil, lucascardosogomesoficial25@gmail.com.
[2]Universidade do Vale do Paraíba/Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, Avenida Shishima Hifumi, 2911, Urbanova, São José dos Campos-SP, 12244-000, Brasil, eso414921@gmail.com.
[3]Instituto Tecnológico da Aeronáutica, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acacias, São José dos Campos - SP, 12228-900, Brasil, emerson.goncalves@gp.ita.br.
[4]Instituto de Aeronáutica e Espaço, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acacias, São José dos Campos - SP, 12228-904, Brasil, emerson.goncalves@gp.ita.br, fortes.bianca@yahoo.com.br.

Resumo

Os MXenos são materiais bidimensionais que apresentam propriedades físico-químicas promissoras para aplicações tecnológicas, especialmente em sistemas de armazenamento de energia. Neste trabalho, foi realizada a síntese do MXeno de nióbio (Nb_2CT_x) a partir da fase MAX comercial Nb_2AlC, utilizando um processo de ataque químico para a remoção seletiva da camada de alumínio. O material obtido foi processado por filtração a vácuo para a produção de filmes autossustentáveis de Nb_2CT_x. A caracterização estrutural e morfológica foi realizada por Difração de Raios X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), permitindo avaliar a formação da estrutura característica do MXeno e a morfologia dos filmes obtidos. Os resultados demonstraram a obtenção bem-sucedida do Nb_2CT_x e a formação de filmes contínuos e autossustentáveis, evidenciando a viabilidade da metodologia empregada. Os resultados obtidos são promissores e fornecem uma base para a continuidade dos estudos, especialmente por meio da caracterização eletroquímica dos filmes, visando avaliar seu desempenho e potencial de aplicação em sistemas de armazenamento de energia.

Palavras-chave: MXenos. Nióbio. Síntese de Materiais. Armazenamento de Energia. Eletroquímica.

Área do Conhecimento: Química

Introdução

O rápido desenvolvimento de novas tecnologias e a crescente demanda por sistemas que demandam energia elétrica portáteis, veículos elétricos e sistemas de armazenamento de energia têm impulsionado o avanço de dispositivos eletroquímicos, como baterias e supercapacitores (Ahmad et al., 2024). O funcionamento eficiente desses dispositivos está relacionado diretamente aos seus componentes, como os eletrodos, eletrólitos e separadores. O desenvolvimento de eletrodos para dispositivos de armazenamento de energia depende da formação de uma interface estável e de baixa resistência elétrica entre o material ativo e o coletor de corrente. Nesse contexto, os Mxenos de nióbio se destacam, pois apresentam propriedades como elevada condutividade elétrica, alta área superficial e elevada reatividade superficial devido à abundância de grupos funcionais terminais (Shekhirev et al., 2021; Thomas; Cherusseri, 2023).

O processo de síntese desses materiais envolve etapas de ataque químico da fase MAX, seguido da delaminação, onde as folhas de MXeno podem ser separadas em poucas camadas ou até em monocamadas por processos de intercalação obtendo-se folhas bidimensionais com elevada área superficial (Thomas; Cherusseri, 2023). O objetivo deste trabalho foi realizar a síntese e a caracterização morfológica e estrutural de filmes de MXeno de nióbio (Nb_2CT_x), utilizando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX).

Metodologia

Na Figura 1 encontra-se detalhada as etapas de síntese e obtenção dos filmes de Mxeno de nióbio. A síntese foi realizada utilizando a fase MAX comercial Nb_2AlC, adquirida da Sigma-Aldrich. O ataque químico da fase MAX foi conduzido com solução de HF a 40%, durante 48 horas, sob agitação e à temperatura de 50 °C, com o objetivo de remover seletivamente o alumínio presente na estrutura.

Após o ataque químico, o material foi lavado por centrifugação com água deionizada até atingir pH neutro. Em seguida, foi realizada a etapa de delaminação utilizando hidróxido de tetrametilamônio (TMAOH) a 25% como agente intercalante, durante 24 horas, sob agitação. Posteriormente, o material foi novamente lavado com água deionizada até atingir pH neutro e, então, utilizado nas etapas subsequentes de formação dos filmes autossustentáveis.

Para a produção dos filmes, foram utilizados 10 mL de uma suspensão aquosa de MXeno, com concentração de 30 mg mL^{-1}. A suspensão foi filtrada a vácuo em um sistema de Kitassato acoplado a uma bomba de vácuo, utilizando-se um filtro de politetrafluoretileno (PTFE) com tamanho de poro de 0,22 µm.

Após a filtração, os filmes depositados sobre o filtro foram secos à temperatura ambiente até a completa evaporação do solvente. Após aproximadamente 24 horas de secagem, os filmes foram cuidadosamente removidos do filtro, obtendo-se filmes autossustentáveis de MXeno de nióbio.

Os filmes de MXeno de nióbio obtidos foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para avaliação da morfologia, e por difração de raios X (DRX), para confirmação da estrutura cristalina do material.

Figura 1 – Detalhamento das etapas de síntese e obtenção de filmes de Mxeno de nióbio.



Fonte: Elaborado pelos autores utilizando IA.

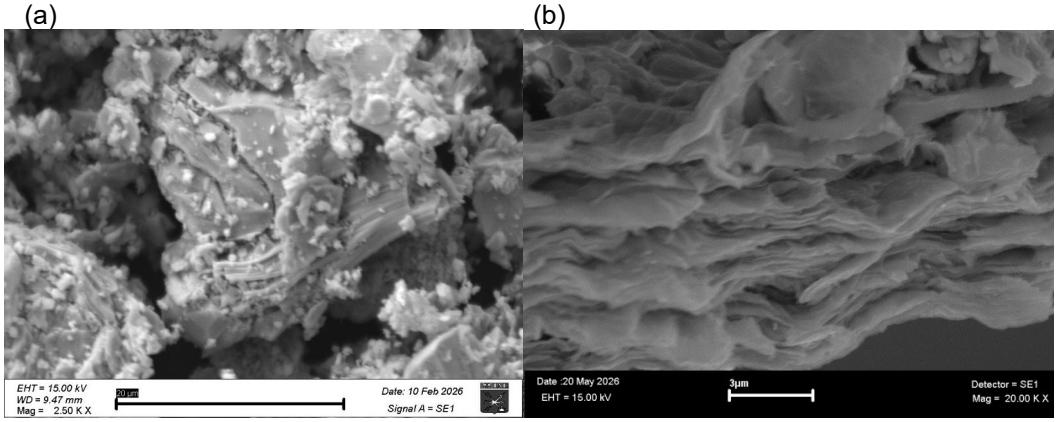
Resultados

As imagens obtidas por MEV (Figura 2) mostram uma diferença morfológica bastante evidente entre a fase MAX (Nb_2AlC) e o MXeno de nióbio (Nb_2CT_x) após o tratamento químico e a delaminação. A Figura 2(a) apresenta uma morfologia formada por aglomerados de partículas com aspecto compacto e irregular. Observam-se regiões com estruturas lamelares, porém as camadas encontram-se relativamente densamente empilhadas e pouco separadas. Essa morfologia é característica da fase MAX precursora, na qual as camadas de Nb–C estão intercaladas com átomos

de Al, formando uma estrutura mais compacta. A Figura 2(b) apresenta uma morfologia significativamente diferente. É possível observar diversas camadas finas sobrepostas e parcialmente separadas. A maior separação entre as lamelas sugere a expansão do espaçamento interlamelar decorrente da remoção seletiva do Al durante o ataque químico e dos processos posteriores de lavagem e delaminação. A presença dessas estruturas abertas é compatível com a formação de folhas de MXeno.

Figura 2 – Micrografias da (a) fase MAX com magnificação de 2,50 kX e do (b) Mxeno de nióbio com magnificação de 20 kX.

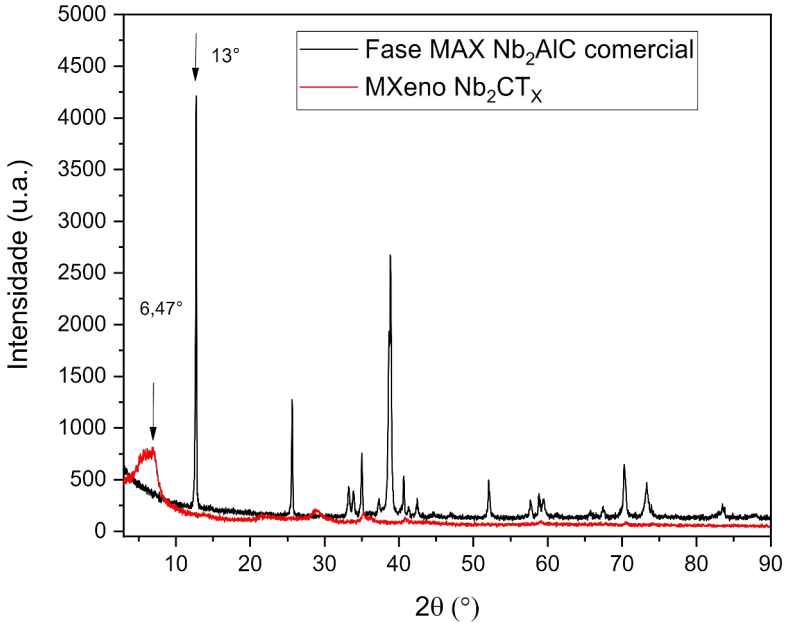
(a) (b)



Fonte: elaborado pelos autores

A Figura 3 apresenta os difratogramas de raios X da fase MAX Nb_2AlC comercial e do MXeno de nióbio Nb_2CT_x obtido após o ataque químico e posterior delaminação. Para a fase MAX, observa-se um pico intenso em aproximadamente 13° (2θ), associado ao plano (002). Após o tratamento químico, verifica-se o deslocamento dessa reflexão para aproximadamente 6,47° (2θ), indicando aumento significativo do espaçamento interlamelar. Esse comportamento está relacionado à remoção seletiva do Al da estrutura Nb_2AlC e à intercalação de espécies durante as etapas de lavagem e delaminação. A redução e/ou desaparecimento de outras reflexões características da fase MAX também evidencia a transformação estrutural da fase precursora para o MXeno Nb_2CT_x.

Figura 3 – Comparação do raio X da fase MAX comercial e do filme de MXeno de nióbio obtido.



Fonte: elaborado pelos autores

Discussão

Os resultados de DRX, em conjunto com as alterações morfológicas observadas por MEV, corroboram a formação do MXeno de nióbio. As micrografias de MEV evidenciam a transformação da morfologia compacta da fase MAX Nb_2AlC para uma estrutura lamelar e mais aberta, característica associada à remoção seletiva do Al e à delaminação. Complementarmente, o DRX apresenta o deslocamento do pico em aproximadamente 13° para 6,47° (2θ), indicando aumento do espaçamento interlamelar. Esses resultados confirmam a ocorrência de modificações estruturais e morfológicas esperadas durante a conversão da fase MAX em Nb_2CT_x. Além disso, a obtenção dos filmes autossustentáveis após a filtração e secagem demonstra que o material sintetizado apresentou capacidade de formação de uma estrutura contínua e coesa. Como etapa subsequente, os filmes obtidos serão avaliados eletroquimicamente, visando investigar seu desempenho e potencial de aplicação em dispositivos de armazenamento de energia.

Conclusão

Neste trabalho, foi realizada com sucesso a síntese do MXeno de nióbio (Nb_2CT_x) a partir da fase MAX comercial Nb_2AlC, seguida da produção de filmes autossustentáveis por meio de filtração a vácuo. A obtenção dos filmes evidencia a viabilidade da metodologia empregada para a preparação de estruturas contínuas de Nb_2CT_x, demonstrando seu potencial para o desenvolvimento de materiais na forma de filmes.

Os resultados obtidos até o momento são promissores e estabelecem uma base para a continuidade dos estudos, especialmente por meio da caracterização eletroquímica dos filmes. Essa etapa permitirá avaliar seu desempenho, estabilidade e propriedades eletroquímicas, contribuindo para a investigação do potencial de aplicação do Nb_2CT_x em sistemas de armazenamento de energia.

Referências

AHMAD, F. et al. Revolutionizing energy storage: A critical appraisal of MXene-based composites for material designing and efficient performance. Journal of Energy Storage, v. 84, p. 110757, abr. 2024.

SHEKHIREV, M. et al. Characterization of MXenes at every step, from their precursors to single flakes and assembled films. Progress in Materials Science, v. 120, p. 100757, jul. 2021.

THOMAS, S. A.; CHERUSSERI, J. A Review of Nb2 CT x MXene as an Emerging 2D Material: Synthesis, Applications in Rechargeable Batteries and Supercapacitors, Progress, and Outlook. Energy & Fuels, v. 37, n. 11, p. 7555–7576, 1 jun. 2023.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica (PIBIC) n° 186109/2025-3, a FAPESP pela concessão da Bolsa TT-V n° 2026/03509-1 e ao Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) pela infraestrutura, e ao Instituto Federal de São Paulo (IFSP) pelo apoio à pesquisa.