



AEROGEL À BASE DE NANOCELULOSE CARBONIZADA PARA POTENCIAL APLICAÇÃO COMO ELETRODOS EM SISTEMAS DE ARMAZENAMENTO DE ENERGIA: COMPARATIVA NO USO DE COBALTO E NIÓBIO

Aznar, P.R.D.*; Zattera, A.J. e Beltrami, L.V.R.

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias (PGEPROTEC) –
Universidade de Caxias do Sul (UCS)

[*prdaznar@ucs.br](mailto:prdaznar@ucs.br)

Resumo: Neste estudo, foram investigadas a síntese e caracterização de aerogéis de nanocelulose dopados com cobalto e nióbio. Foi utilizada polpa de nanocelulose branqueada de *Eucalyptus sp.*, acetato de cobalto $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e pentóxido de nióbio Nb_2O_5 , além de agentes dispersantes e técnicas de sonificação, gelificação, troca de solvente e liofilização para a preparação das amostras. A análise microscópica eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG) e a espectroscopia de dispersão de energia (EDS) foram empregadas para caracterizar a morfologia e a distribuição dos metais nas amostras. Os resultados mostraram que a adição de cobalto e nióbio influencia a conformação estrutural das fibras de nanocelulose, impactando diretamente as propriedades físicas e eletroquímicas dos aerogéis. A presença de cobalto levou à formação de uma rede tridimensional mais densa e interconectada, melhorando a robustez mecânica e a porosidade do material. As partículas de cobalto foram distribuídas de forma homogênea, criando pontos de ancoragem que aumentaram a transferência iônica e a estabilidade cíclica. Para o nióbio, foi observada a formação de uma estrutura porosa e tridimensional, com a interação entre as nanofibras de celulose e os íons de nióbio resultando em um arranjo microestrutural que aumentou a área de contato e melhorou as propriedades eletroquímicas. No entanto, a aglomeração de partículas de nióbio foi um desafio, sugerindo a necessidade de otimizar a metodologia de dispersão e utilizar partículas de Nb_2O_5 menores.

Palavras-chave: aerogel, nanocelulose, nióbio, cobalto, supercapacitores.

INTRODUÇÃO

À medida que a humanidade continua a evoluir, torna-se cada vez mais essencial fornecer energia de maneira sustentável e limpa. Para alcançar esse objetivo, é crucial acelerar o avanço tecnológico no processamento e desenvolvimento de materiais que possam significativamente melhorar a eficácia e eficiência na transmissão e armazenamento de energia ⁽¹⁾.

Os dispositivos de armazenamento de energia, especialmente os supercapacitores, têm ganhado destaque devido ao desempenho aprimorado ao longo dos anos. Isso se deve às melhorias na composição e no processamento de

seus componentes. Esses dispositivos se destacam pela alta capacidade de armazenamento e pela produção segura e rápida conversão de energia, com a alta capacidade de armazenamento sendo a característica mais notável, pois é o principal objetivo funcional desses dispositivos ⁽²⁾.

Os supercapacitores oferecem uma capacidade notável de gerar energia rapidamente, enquanto as células a combustível se destacam por armazenar energia por períodos prolongados. Existem duas categorias principais de supercapacitores, baseadas na forma como armazenam carga: capacitores de dupla camada elétrica (EDLCs) e pseudo capacitores (PCs) ⁽³⁾. Dependendo das propriedades do material dos eletrodos, os supercapacitores podem, em algumas situações, armazenar energia de maneira semelhante aos EDLCs, oferecendo uma combinação excelente de alta densidade de energia, alta densidade de potência e durabilidade a longo prazo ⁽⁴⁾.

Materiais derivados de carbono, são, pela sua alta porosidade, alta área superficial e excelente condutividade e estabilidade, um material atraente para produção de eletrodos ⁽⁵⁾, sendo possível incrementar a performance destes derivados, através de adição de polímeros condutores ⁽⁶⁾ e metais ⁽⁷⁻⁸⁾ com o propósito de atribuir melhor desempenho de oxirredução e maior capacitância específica. Assim também, é possível estabilizar e fortificar certas características a través do emprego de técnicas como pirólise e pré-tratamentos estabilizantes e de dopagem ⁽⁹⁾.

Aerogéis fabricados a partir de nanocelulose (AeroNC), apresentam-se como uma opção interessante para a produção de eletrodos e membranas oxirredutoras, pela sua relativamente simples fabricação e as características intrínsecas fornecidas pela mesma, como alta porosidade, grande área superficial, baixa densidade, baixa condutividade térmica, baixa constante dielétrica e uma estrutura única em rede tridimensional ⁽¹⁰⁾, fazendo da mesma, uma plataforma com características intrínsecas favoráveis, sendo passível de exposição a processos que forneçam estabilidade para as mencionadas características e a adição de outras características complementares ⁽¹¹⁾.

Especificamente, o processo de carbonização por pirólise oferece às plataformas de AeroNC a possibilidade de dopagem com elementos como nitrogênio, para ancoragem de metais como Cobalto ⁽¹²⁻¹⁴⁾, Rutênio ⁽¹⁵⁻¹⁶⁾ e Nióbio ⁽¹⁷⁻¹⁸⁾ assim como melhoria na condutividade ⁽¹⁹⁾.

O cobalto, pelas suas propriedades eletroquímicas, como alta capacitância específica, boa capacidade de retenção e alta reatividade redox, torna-se um material adequado para armazenamento eficiente de energia ⁽¹²⁾. Assim também, a presença de cobalto em compostos de carbono ativado contribui significativamente para melhorar a condutividade elétrica, a área de superfície específica, os sítios eletroativos e a estabilidade química dos eletrodos ⁽¹³⁾. Com tudo, a presença de cobalto como metal predileto não radica unicamente nas suas características, também na sua abundância na crosta terrestre, seu custo relativamente baixo e sua baixa toxicidade em comparação com metais preciosos ⁽²⁰⁾.

O nióbio é um metal abundante no território brasileiro, porém o seu estudo como pentóxido de nióbio (Nb_2O_5), ainda é escasso, comparado com outros óxidos

metálicos ⁽²¹⁾. O Nb₂O₅ tem sido amplamente utilizado em diversas áreas, incluindo detecção de umidade, gases e substâncias químicas, dispositivos eletrocromáticos e catálise, graças à sua estabilidade termodinâmica e a sua resistência à corrosão ⁽²¹⁾. A sua adição em forma de óxido oferece alta capacidade específica, porém enfrenta desafios de baixa condutividade pela propensão à aglomeração ⁽¹⁸⁾. Para mitigar esta dificuldade, a incorporação de Nb₂O₅ em aerogéis de nanocelulose apresenta-se como uma opção, devido à estrutura porosa que aumenta a sua área de reação, agindo como um suporte flexível e condutor, o que influencia a melhora na transferência de carga ⁽¹⁷⁾.

Neste trabalho, aponta-se à avaliação de uma metodologia utilizada para a conformação de amostras de AeroNC sintetizadas com cobalto e nióbio, apontando à avaliação da influência dos tipos de metal, dispersão, tamanho e partícula e processamento do aerogel no possível desempenho físico-químico e eletroquímico dos AeroNC antes do processo de carbonização.

METODOLOGIA

Materiais

A nanocelulose de polpa de nanocelulose branqueada de *Eucalyptus sp.* (aproximadamente 2,2% m/m) foi fornecida pela Companhia Celulose Riograndense, Guaíba/RS, Brasil.

O Acetato de Cobalto II OSO 4H₂O PA 100g foi fornecido pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda (Indiatuba, SP, Brasil). O Pentóxido de Nióbio (Nb₂O₅) High Purity Submicron D50 1,0 - 3,0 µm foi fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração CBMM (Araxá, MG, Brasil).

O Dodecil Sulfato de Sódio 95% Puro foi fornecido pela NEON (Suzano, SP, Brasil). O Álcool Butílico Terciário PA 3-Butanol foi fornecido pela Êxodo Científica (Sumaré, SP, Brasil).

Métodos

Sonificação

Foram pesadas oito amostras de 30 g de polpa de nanocelulose branqueada de *Eucalyptus sp.* (aproximadamente 2,2% m/m). À continuação, foram colocadas num recipiente dentro de outro recipiente com gelo e foi adicionado 100 mL de água deonizada no recipiente das amostras, para finalmente colocar o recipiente no Processador Ultrasônico VCX 750 por 30 minutos.

Gelificação e Adição de Metais

Após a sonificação, a amostra foi separada em 8 recipientes. À continuação, foi lentamente injetado 0,05 mmol de Acetato de Cobalto II (CH₃COO)₂·4H₂O e de

diluído em 5 mL água deonizada com 0,01% de Dodecil Sulfato de Sódio 95% puro em quatro amostras. Da mesma maneira, nas outras quatro amostras, foi injetado 0,05 mmol de Pentóxido de Nióbio (Nb_2O_5) *High Purity* Submicron D_{50} diluído em água deonizada com 0,01% Dodecil Sulfato de Sódio 95% puro. Finalmente, as amostras foram reservadas para gelificar, introduzidas numa câmara de vácuo por 24 horas para a retirada do ar que as amostras possam conter.

Figura 1 - Injeção dos metais.



Troca de Solvente

Uma vez finalizado o período de gelificação, foi realizada a troca de solvente por imersão em Álcool Butílico Terciário PA 3-Butanol por aproximadamente 5 vezes, até substituir a água pelo solvente. Após este passo, as amostras foram colocadas novamente nos seus moldes.

Figura 2 - Elementos para troca de solvente.



Liofilização

Antes de realizar a Liofilização, as amostras foram colocadas no *ultrafreezer* a -80°C por 24 horas. Uma vez retiradas do *ultrafreezer*, as amostras foram colocadas no liofilizador LioTop modelo L101 por 24 horas.

Figura 3 - Amostras no liofilizador e amostra após liofilização.



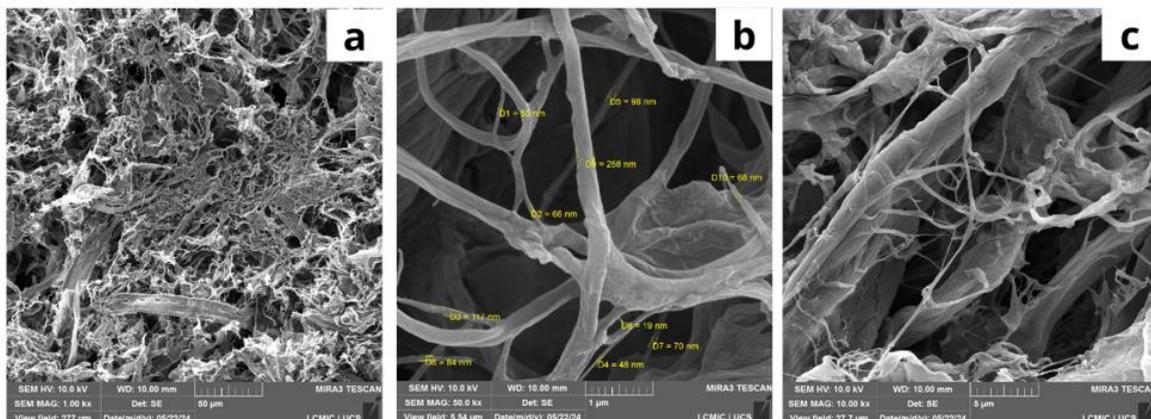
RESULTADOS E DISCUSSÃO

Aero NC sintetizado com Cobalto (Co)

A adição de acetato de cobalto ($(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) na formação de aerogéis de nanocelulose pode influenciar conformação estrutural das fibras nanométricas, impactando assim, conseqüentemente, as propriedades físicas e eletroquímicas no aerogel⁽⁸⁾. A presença de cobalto pode levar à agregação das fibras de nanocelulose durante a formação do aerogel, resultado na conformação de uma rede tridimensional mais densa e interconectada, o que pode melhorar as propriedades mecânicas e alterar a porosidade do material, entregando robustez, e resistência às deformações mecânicas do aerogel⁽¹⁾.

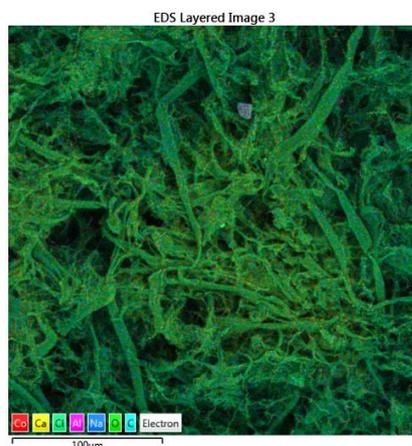
Na Figura 4, a análise MEV-FEG aponta à possibilidade de que o cobalto haja viabilizado a modificação da morfologia das fibras de nanocelulose. Observa-se a presença de fibras nanométricas, o influencia diretamente a interação do aerogel com o eletrólito, permitindo a facilidade do mesmo com o aerogel. Isto afeta diretamente ao aprimoramento da transferência e difusão iônica, que poderia se traduzir a uma alta densidade de energia e estabilidade cíclica^(8,14).

Figura 4 - Imagens da análise MEV-FEG da amostra de AeroNC sintetizado com Co (a) 50 μm (b) 1 μm (c) 5 μm



Conforme observado em (8), a distribuição homogênea de partículas de cobalto ao longo das fibras de nanocelulose permite a formação pontos de ancoragem ou incrustações ao longo das fibras, podendo afetar a uniformidade do aerogel em termos de propriedades eletroquímicas, potencialmente melhorando a performance global do material (1,8,14). Na análise EDS da amostra, ilustrada na Figura 5, pode-se observar a distribuição do cobalto por toda a superfície do material.

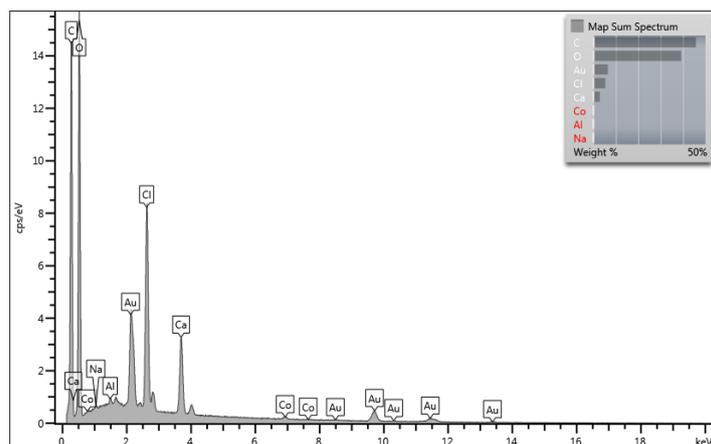
Figura 5 – Imagem obtida da análise EDS da amostra de AeroNC sintetizado com Co a uma escala de 100 μm



Esta distribuição homogênea do cobalto pode reagir com os grupos funcionais presentes nas fibras de nanocelulose, como os grupos hidroxila. Essas reações podem levar a mudanças na estrutura química e na conformação das fibras, influenciando a estabilidade térmica e a condutividade elétrica do aerogel, podendo impactar diretamente na estabilidade cíclica do material (8,13).

No mapeamento EDS da amostra, é possível verificar a existência de cobalto na superfície do material. Nas Figuras 6 e 7 é possível verificar que com metodologia proposta, embora se comprove a existência de cobalto e a sua dispersão na superfície, não é possível quantificá-la por esta análise.

Figura 6 – Quantificação de elementos por EDS na amostra de AeroNC sinterizado com Co.

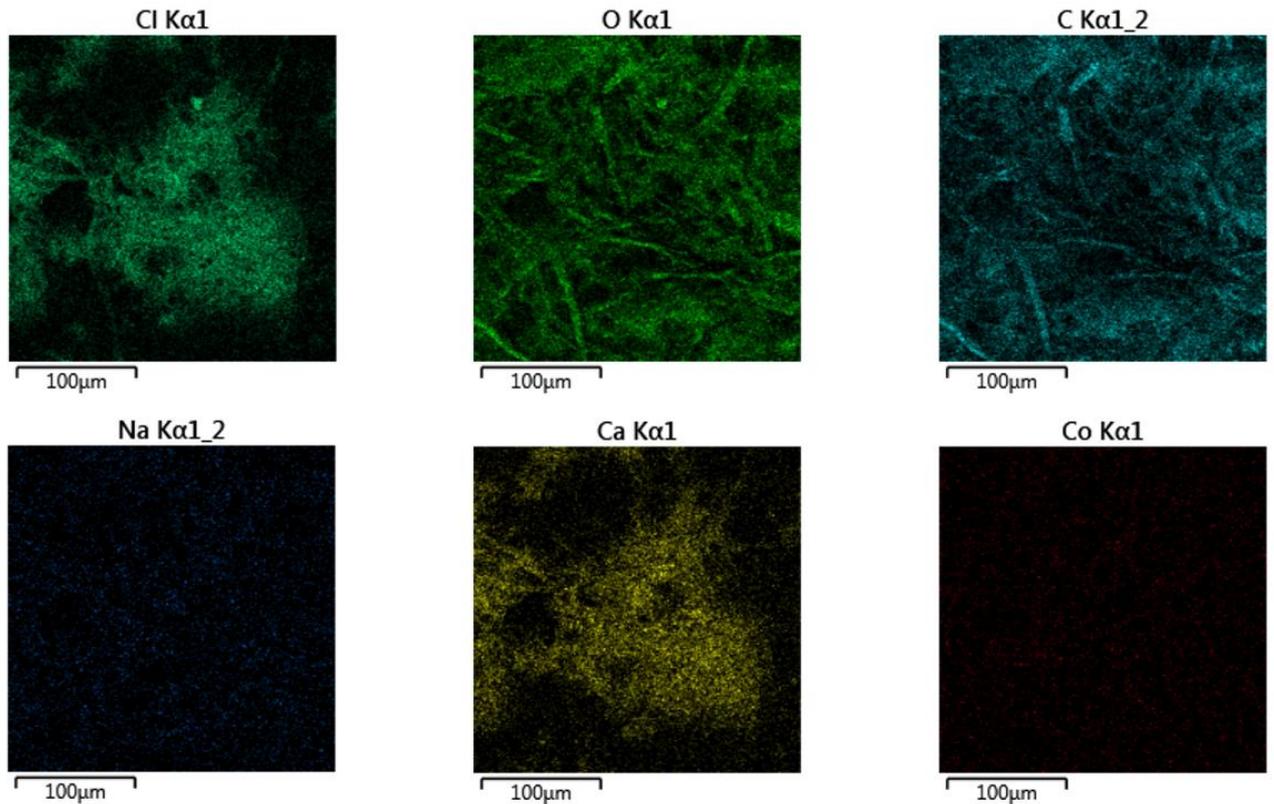


Partículas nanométricas de cobalto possuem uma maior área superficial específica, o que aumenta a interação com as fibras de nanocelulose e melhora a eficiência das reações eletroquímicas ^(1,13). Essa maior área de superfície facilitaria a difusão de íons e permitiria elevar a capacitância dos eletrodos ^(8,1,13).

Na Figura 7, pode-se observar que partículas menores tendem a se distribuir mais homogênea na matriz de nanocelulose, resultando em uma rede uniforme e consistente, o que contribui para uma melhor performance eletroquímica e maior estabilidade do aerogel ^(8,14). Essas partículas menores também exibem maior atividade catalítica, pois a quantidade maior de átomos de superfície participando das reações eletroquímicas melhora a eficiência dos supercapacitores ^(8,22).

A condutividade elétrica do aerogel pode ser significativamente aumentada com partículas menores, que formam uma rede condutiva mais eficiente. Também, a estabilidade térmica e mecânica do aerogel é aprimorada com partículas menores, que se integram melhor à matriz de nanocelulose, aumentando a resistência a deformações mecânicas e temperaturas elevadas ^(8,13).

Figura 7 – Mapeamento EDS de elementos contidos na superfície de amostra de AeroNc sintetizado com Co.



Durante o processo de carbonização, o acetato de cobalto poderá se decompor, formando novas fases, como cobalto metálico ou óxidos de cobalto. Essas novas fases poderão interagir com as fibras de nanocelulose, contribuindo para a formação de uma estrutura híbrida com propriedades eletroquímicas aprimoradas ^(8, 13).

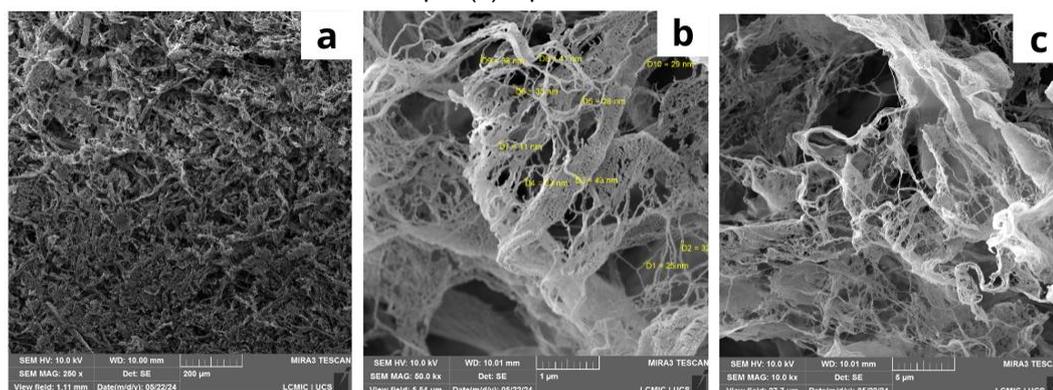
A adição de acetato de cobalto poderá impactar a porosidade do aerogel durante a carbonização, alterando a distribuição e o tamanho dos poros. Essa modificação na porosidade será essencial, pois influenciará a acessibilidade dos íons e a superfície específica disponível para reações eletroquímicas ^(8, 13, 22).

Aero NC sintetizado com Nióbio (Nb)

A inserção de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) nos hidrogéis de nanocelulose, permite a criação de uma estrutura porosa e tridimensional do aerogel obtido dele, onde pode-se observar a conformação de nanofibras menores que nas amostras de AeroNC-Nb ⁽¹⁷⁻¹⁸⁾.

Como observado na Figura 8, a interação entre as nanofibras e os íons de nióbio resulta em um arranjo microestrutural que imita o aspecto de tecidos delicados e enrugados, proporcionando não apenas uma maior área de contato, mas também possibilitando a melhora das propriedades eletroquímicas do material, como observado em ⁽¹⁷⁾.

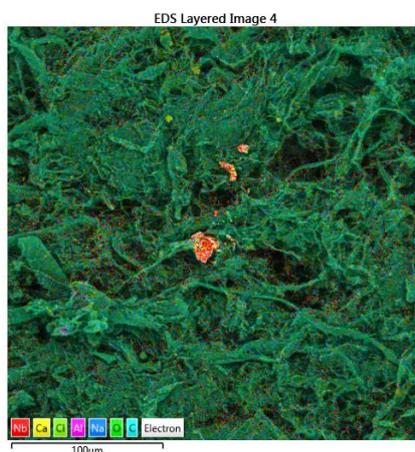
Figura 8 – Imagens da análise MEV-FEG da amostra de AeroNC sintetizado com Nb (a) 200 μm (b) 1 μm (c) 5 μm



Técnicas de síntese e processamento, como a adição do agente dispersante Dodecil Sulfato de Sódio 95% na metodologia de incorporação de Nb_2O_5 , foi utilizada para minimizar a aglomeração e promover uma distribuição mais homogênea das partículas.

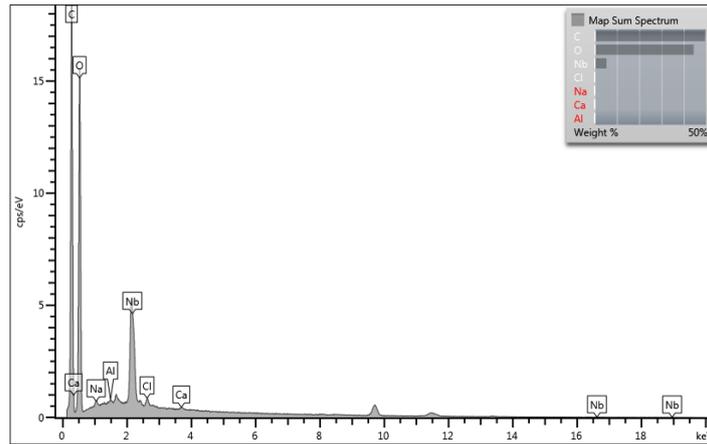
Na análise de mapeamento EDS da amostra AeroNC-Nb, é possível observar a presença de nióbio na superfície do material, com aglomerações causadas pelo tamanho de partícula micrométrica. Isto pode ser evidenciado nas Figuras 9 e 10. Este fenômeno pode dar brecha ao aprimoramento da técnica de adição do nióbio no aerogel, adicionando alguma etapa de agitação ultrassônica antes do congelamento⁽⁸⁾. Também podem ser empregados outros compostos de Nb_2O_5 com partículas em escala menor ou igual a 100 nm⁽²³⁾.

Figura 9 – Imagem obtida da análise EDS da amostra de AeroNC sintetizado com Nb a uma escala de 100 μm



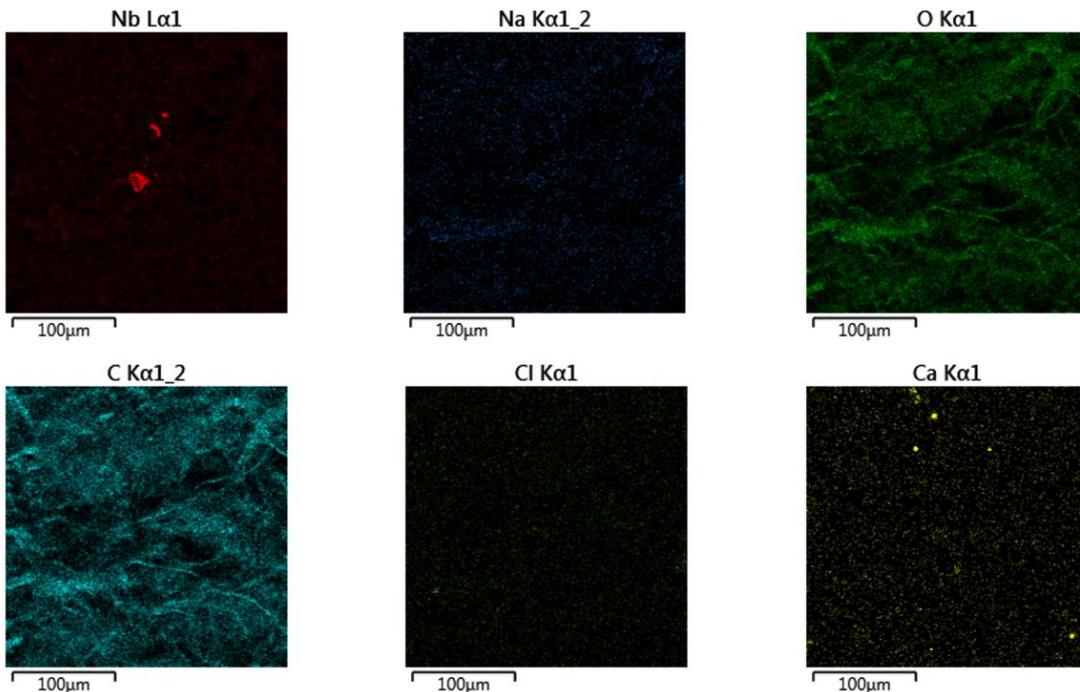
Partículas menores poderiam ser menos propensas a aglomerar em comparação com partículas maiores, melhorando as propriedades eletroquímicas e mecânicas do aerogel. A condutividade elétrica do aerogel também poderia ser melhorada com a incorporação de partículas menores de Nb_2O_5 ⁽²³⁻²⁴⁾.

Figura 10 – Quantificação de elementos por EDS na amostra de AeroNC sinterizado com Nb.



Partículas menores de Nb_2O_5 podem se integrar melhor na matriz de nanocelulose, resultando em maior coesão e integridade estrutural. Isso melhora a estabilidade térmica e mecânica do aerogel, tornando-o mais resistente a deformações e a temperaturas elevadas ^(18, 21). O tamanho das partículas também influencia a difusão de íons dentro do aerogel. Partículas menores podem criar uma rede de canais mais acessíveis para a movimentação de íons, melhorando a rapidez e a eficiência das reações de carga e descarga em supercapacitores ⁽²³⁻²⁴⁾.

Figura 11 – Mapeamento EDS de elementos contidos na superfície de amostra de AeroNc sintetizado com Nb.



Partículas menores de Nb_2O_5 geralmente exibem maior atividade catalítica devido à maior quantidade de átomos de superfície participando das reações eletroquímicas, aumentando a eficiência dos eletrodos e melhorando a performance

dos supercapacitores. A interação de partículas menores de Nb_2O_5 com as fibras de nanocelulose pode levar a uma modificação mais uniforme da morfologia das fibras, resultando em uma superfície mais consistente e potencialmente mais reativa ⁽¹⁷⁾.

CONCLUSÕES

A adição de compostos como Nb_2O_5 e $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ nas estruturas dos aerogéis, podem interferir na formação das suas fibras, o que pode impactar significativamente nos desempenhos eletroquímicos dos aerogéis utilizados como eletrodos em supercapacitores. A formação de nanofibras, pode impactar diretamente na transferência e na difusão iônica do material, além de fazer com que a condutividade do aerogel seja aumentada pela presença de cobalto e nióbio.

Este trabalho, trata-se de uma pré-avaliação das metodologias de sintetização de metais nos aerogéis antes da carbonização e a dopagem com nitrogênio dos aerogéis, pois, uma correta dispersão dos metais, além da seleção adequada do tamanho de partícula dos metais, pode-se traduzir num correto processamento final do material.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro e aos diferentes laboratórios da UCS, envolvidos na produção e avaliação das amostras.

REFERÊNCIAS

1. WANG, Mei-Xia et al. ZIF-67 Derived Co_3O_4 /Carbon Aerogels Composite for Supercapacitor Electrode. **New Journal of Chemistry**. v. 43, p. 5666-5669, 2019. <https://doi.org/10.1039/C8NJ05958F>
2. KUMAR, Rajesh et al. An overview of recent progress in nanostructured carbon-based supercapacitor electrodes: From zero to bi-dimensional materials. **Carbon**, v. 193, p. 298-338, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2022.03.023>.
3. GIGOT, Arnaud et al. Graphene/Ruthenium Active Species Aerogel as Electrode for Supercapacitor Applications. **Materials (BASEL)**. v. 11, 2018. <https://doi.org/10.3390%2Fma11010057>
4. JI, Seong Mi; KUMAR, Anuj. Cellulose-Derived Nanostructures as Sustainable Biomass for Supercapacitors: A Review. **Polymers**. v. 14, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14010169>.
5. JOSE, Jasmine, et al. Nanocellulose based functional materials for supercapacitor applications. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**. v. 4, p. 333-340, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2019.06.003>
6. JO, Eunmi et al. Preparation of well-controlled porous carbon nanofiber materials by varying the compatibility of polymer blends. **Polymer International**. v. 63, 2013. <https://doi.org/10.1002/pi.4645>
7. YAN, Su et al. Partially oxidized ruthenium aerogel as highly active bifunctional electrocatalyst for overall water splitting in both alkaline and acidic media. **Applied Catalysis B: Environmental**. v. 307, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2022.121199>.

8. SHEN, Mengxia et al. Cellulose nanofibers carbon aerogel based single-cobalt-atom catalyst for high-efficiency oxygen reduction and zinc-air battery. **Journal Of Colloid and Interface Science**. v. 629, p. 778-785, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2022.09.035>
9. GAMINIAN, Hamdam et al. Capacitance performance boost of cellulose-derived carbon nanofibers via carbon and silver nanoparticles. **Cellulose**. v. 26, p. 2499-2512, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2219-z>.
10. WANG, Zhe et al. Fabrication and Characterization of Cellulose Nanofiber Aerogels Prepared via Two Different Drying Techniques. **Polymers**. v. 12, 2020. <https://doi.org/10.3390/polym12112583>.
11. ZHU, Luting et al. Polydopamine Doping and Pyrolysis of Cellulose Nanofiber Paper for Fabrication of Three-Dimensional Nanocarbon with Improved Yield and Capacitive Performances. **Nanomaterials**. v. 11, 2021. <https://doi.org/10.3390/nano11123249>.
12. XIE, Lijing, et al. Self-Assembled 3D Graphene-Based Aerogel with Co₃O₄ Nanoparticles as High-Performance Asymmetric Supercapacitor Electrode. **ChemSusChem**. v. 8, p. 2917-2926, 2015. <https://doi.org/10.1002/cssc.201500355>
13. ABDULLIN, Khabibulla A., et al. Symmetrical Composite Supercapacitor Based on Activated Carbon and Cobalt Nanoparticles with High Cyclic Stability and Current Load. **Energies**. v. 16, 2023. <https://doi.org/10.3390/en16114287>
14. GAO, Quiyue, et al. Synthesis of porous NiCo₂S₄ aerogel for supercapacitor electrode and oxygen evolution reaction electrocatalyst. **Chemical Engineering Journal**. v. 331, p. 185-193, 2019. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2017.08.067>
15. YAN, Su et al. Partially oxidized ruthenium aerogel as highly active bifunctional electrocatalyst for overall water splitting in both alkaline and acidic media. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 307, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2022.121199>.
16. KORKMAZ, Satiye, et al. The production of rGO/ RuO₂ aerogel supercapacitor and analysis of its electrochemical performances. **Ceramics International**. v. 47, p. 34514-34520, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.08.366>
17. LI, Yanni, et al. Design of Nb₂O₅/graphene hybrid aerogel as polymer binder-free electrodes for lithium-ion capacitors. **Materials Technology**. V. 35, p. 625-634, 2020. <https://doi.org/10.1080/10667857.2020.1734720>
18. LIM, Eunho, et al. Advanced Hybrid Supercapacitor Based on a Mesoporous Niobium Pentoxide/Carbon as HighPerformance Anode. **ACS Nano**. v. 8, p. 8968-8978, 2014. <https://doi.org/10.1021/nn501972w>
19. CHEN, Yiming et al. Recent Progress on Nanocellulose Aerogels: Preparation, Modification, Composite Fabrication, Applications. **Advanced Materials**, v. 33, 2021. <https://doi.org/10.1002/adma.202005569>.
20. LUDWIG, Jacob R., SCHINDLER, Corinna S. Catalyst: Sustainable Catalysis. **Chem**. v. 2, p. 313-316, 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chempr.2017.02.014>
21. KAMMOUN, Hela, et al. Investigating the in-Situ Doping Effect of Niobium Pentoxide Nanostructures on Their Electronic Surface Properties. v. MA2020-01, 2020. <https://doi.org/10.1149/MA2020-01231346mtgabs>
22. YIN, Qinwen, et al. The synthesis of Co₃O₄/C composite with aloe juice as the carbon aerogel substrate for asymmetric supercapacitors. **Carbon**. v. 155, p. 147-154, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2019.08.060>
23. BUTT, Rehman, et al. Niobium carbide/reduced graphene oxide hybrid porous aerogel as high capacity and long-life anode material for Li-ion batteries. **International Journal of Energy Research**. v. 43, 2019. <https://doi.org/10.1002/er.4598>
24. LEI, Hang, et al. 3D Porous Nb₂C MXene/Reduced Graphene Oxide Aerogel Coupled with NiFe Alloy Nanoparticles for Wearable Zn–Air Batteries. **Materials Chemistry Frontiers**. v. 5, 2021. <https://doi.org/10.1039/D1QM00885D>

CARBONIZED NANOCELLULOSE-BASED AEROGEL FOR POTENTIAL APPLICATION AS ELECTRODES IN ENERGY STORAGE SYSTEMS: A COMPARATIVE STUDY OF COBALT AND NIOBIUM

ABSTRACT: In this study, the synthesis and characterization of nanocellulose aerogels doped with cobalt and niobium were investigated. Bleached nanocellulose pulp from *Eucalyptus sp.*, cobalt acetate $(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, and niobium pentoxide Nb_2O_5 were used, along with dispersing agents and techniques such as sonication, gelation, solvent exchange, and lyophilization for sample preparation. Field emission scanning electron microscopy (FESEM) and energy-dispersive spectroscopy (EDS) were employed to characterize the morphology and metal distribution in the samples. The results showed that the addition of cobalt and niobium influences the structural conformation of the nanocellulose fibers, directly impacting the physical and electrochemical properties of the aerogels. The presence of cobalt led to the formation of a denser and more interconnected three-dimensional network, improving the mechanical robustness and porosity of the material. The cobalt particles were homogeneously distributed, creating anchoring points that increased ionic transfer and cyclic stability. For niobium, the formation of a porous and three-dimensional structure was observed, with the interaction between cellulose nanofibers and niobium ions resulting in a microstructural arrangement that increased the contact area and improved electrochemical properties. However, the agglomeration of niobium particles was a challenge, suggesting the need to optimize the dispersion methodology and use smaller Nb_2O_5 particles.

Keywords: aerogel, nanocellulose, niobium, cobalt, supercapacitors