

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FIBRAS DE TITANATO DE BÁRIO-ESTRÔNCIO ATRAVÉS DA TÉCNICA DE ELECTROSPINNING

Adriana Both Engel; Biana Souza Faraco; Annelise Kopp Alves; Carlos Pérez Bergmann

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia – Departamento de Materiais – Laboratório de Materiais Cerâmicos – LACER
Av. Osvaldo Aranha, 99, sala 705 c, Centro, 90035-190, Porto Alegre – RS, Brasil



Síntese das Fibras por Electrospinning

Electrospinning é um método simples e conveniente para a preparação de fibras poliméricas e cerâmicas, tanto fibras ocas como maciças. No presente trabalho as fibras preparadas são maciças. Este método possibilita a produção de fibras longas e com diâmetro uniforme.

É uma técnica vantajosa em relação a outros métodos de produção de fibras, como por exemplo a separação de fases e a extrusão, pois pode ser feito o aumento para escalas maiores, é um método de ótima reprodutibilidade, e pode-se controlar as dimensões das fibras através das mudanças de parâmetros do processo, além de que requer somente um simples aparato laboratorial para produzir fibras em escala nanométrica.

Na Figura 1A e 1B apresentam-se esquemas do processo. Uma seringa (A) contendo a solução polimérica precursora é posicionada perpendicularmente ao eixo de um cilindro giratório (E), sobre o qual serão depositadas as fibras (D). Entre a agulha capilar de metal (B) da seringa e o cilindro metálico será estabelecida uma diferença de potencial (C), sendo ao capilar conectado o eletrodo positivo, e ao cilindro coletor o eletrodo negativo ou terra do sistema.

Na Figura 2 tem-se um detalhe da formação do jato, no momento em que a solução, eletricamente carregada, é atraída para o eletrodo coletor.

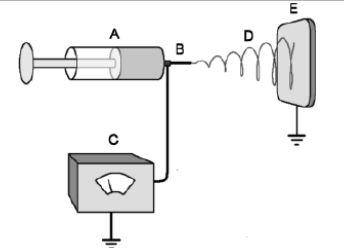


Figura 1A. Esquematização da síntese de fibras por electrospinning.

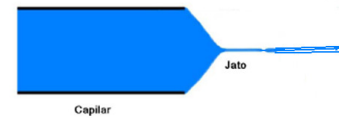


Figura 2. Ejeção de um jato de solução carregada eletricamente formando uma fibra.

Introdução

•O titanato de bário-estrôncio (BST) vem se tornando uma alternativa muito promissora no ramo das cerâmicas piezoelétricas, devido às suas vantagens em relação à tradicional cerâmica de titanato zirconato de chumbo (PZT).

•A cerâmica PZT libera óxido de chumbo para a atmosfera durante o seu processo de sinterização, o que pode contribuir para poluição ambiental, já que o óxido de chumbo é muito tóxico para organismos aquáticos, contamina cursos de água, esgotos, solo e animais.

•Apesar de o PZT possuir piezoelectricidade maior do que o BST, o último vem sendo mais atrativo para aplicações como em sensores e atuadores.

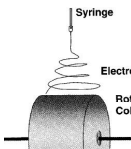


Figura 1B. Representação do sistema de electrospinning com detalhe para o cilindro rotatório coletor de fibras, idêntico ao empregado na realização deste trabalho.

Procedimento Experimental

Metodologia

Para a síntese das fibras fez-se necessário o preparo de uma solução polimérica cujos precursores são:

- Propóxido de titânio,
- Acetato de estrôncio
- Acetato de bário
- Solução alcoólica contendo 10% de polivinilpirrolidona (PVP)

Além destes, empregou-se água deionizada para solubilizar os sais, ácido acético para promover o ajuste de pH do meio.

A viscosidade das soluções ficou em torno de 200 cp.

A condutividade elétrica das mesmas ficou em torno de 700 μ S.

Etapas do procedimento experimental:

- 1) Preparo da solução polimérica;
- 2) Síntese das fibras por electrospinning;
- 3) Tratamento térmico das fibras;
- 4) Caracterização.

Amostras de BST a serem analisadas:

Ba75%Sr25%TiO3
Ba90%Sr10%TiO3
BaTiO3

Parâmetros a serem avaliados:

- Variação da voltagem de processamento do electrospinning,
- Variação do teor de bário na amostra,
- Variação da temperatura de tratamento térmico.

Caracterização e Resultados

Através da análise termogravimétrica pode-se inferir a respeito da perda da massa de compostos orgânicos com o aumento da temperatura, ao longo de um tratamento térmico.

Os compostos orgânicos presentes nas amostras de BST são, basicamente:

- Polímero PVP,
- Acetatos de Ba e Sr,
- Ácido acético,
- Álcool.

O diagrama de TGA pode, dessa forma, definir a taxa de aquecimento e a temperatura ideais para o tratamento térmico da amostra.

A Figura 3 superior mostra que a amostra BaTiO₃ perde 40% de sua massa até atingir 600°C. Já abaixo vê-se que a Ba75%Sr25% perde em torno de 44% de sua massa até cerca de 900°C, mas a partir da temperatura de 700°C já não há mais significativa variação de massa.

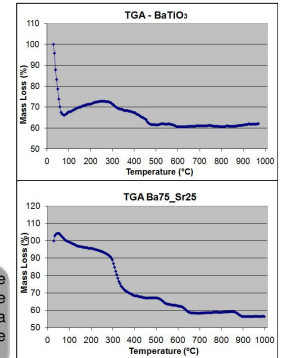


Figura 3. Diagramas de TGA das amostras BaTiO₃ e Ba75%Sr25%.

Caracterização

- 1) Tratamento térmico em atmosfera oxidante;
- 2) MEV (microscopia eletrônica de varredura);
- 3) Medidas da viscosidade da solução;
- 4) Medidas da condutividade elétrica da solução;
- 5) Análise por difração de raios X.

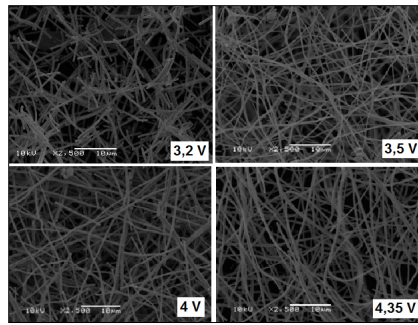


Figura 4. Microscopias eletrônicas de varredura da amostra Ba75%Sr25%TiO₃ com variação da voltagem na síntese das fibras.

A partir dos diagramas de Difração de Raios X, confirma-se a ocorrência da estrutura desejada. Vê-se nos picos assinalados em azul a presença de Titanato de Bário, e nos picos assinalados em vermelho a presença de Titanato de Bário-Estrôncio.

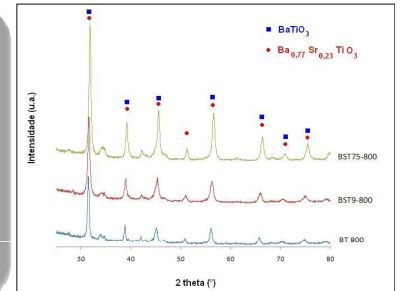


Figura 5. Análises de Difração de Raios X das amostras Ba75%Sr25%TiO₃, Ba90%Sr10%TiO₃ e BaTiO₃ tratadas termicamente a 800°C.

Análise

Espera-se que com o aumento da voltagem empregada na síntese das fibras diminua o diâmetro das fibras formadas, devido à maior força de atração, que provocaria maior estiramento da fibra no seu caminho da seringa até o cilindro coletor.

Porém, pode também ocorrer o efeito inverso, havendo maior sucção de solução que ocasionaria maior diâmetro das fibras. É isso que se observa neste caso. A amostra processada a 4,35V possui diâmetro de 0,5 μ m, enquanto que a processada a 3,2V, diâmetro de 0,37 μ m.

Conclui-se portanto que a melhor voltagem para a síntese de fibras BST é 3,5 ou 4V, devido ao menor diâmetro, maior abundância de fibras e também ao fato de maior parte das fibras estarem "inteiras". O contrário se observa no processamento em 3,2 V, onde grande parte das fibras estão "quebradas".

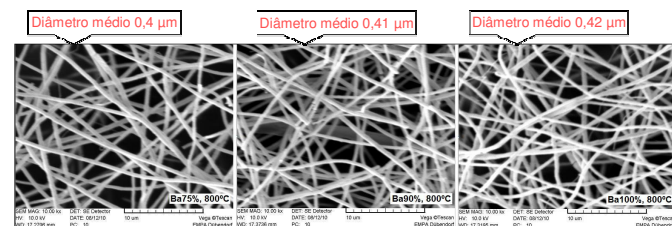


Figura 7. Comparação entre os MEV's das amostras Ba75%Sr25%TiO₃, Ba90%Sr10%TiO₃ e BaTiO₃ tratadas termicamente com a mesma temperatura de 800°C. Acima, os diâmetros médios das fibras de cada amostra.

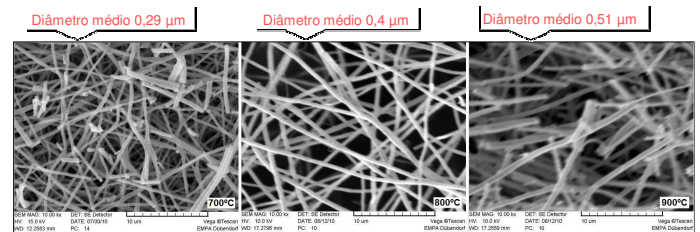


Figura 6. Diagramas de MEV da amostra Ba75%Sr25%TiO₃ com a comparação entre diversas temperatura de tratamento térmico (700, 800 e 900°C). Os diâmetros médios das fibras cada amostra, obtidos através do software Image Tool, variou entre 0,29 μ m e 0,51 μ m.

Da Figura 7, conclui-se que o diâmetro médio das fibras não foi alterado pelo aumento do teor de bário na amostra.

Já da Figura 6, vê-se que o aumento da temperatura de tratamento térmico também não influenciou significativamente no diâmetro médio da amostra, que manteve-se entre 0,29 μ m e 0,51 μ m.

BIBLIOGRAFIA

1. Ramakrishna, S.; Fujihara, K.; Teo, W. E.; Lim, T. C.; Ma, Z. An introduction to Electrospinning and Nanofibers. World Scientific Publishing Co. 1a. ed. 2005.
2. Cheng, J. G. Meng, X. J., Tang, J., Guo, S. L., Chu, J. H., Fabrication and Electrical Properties of Sol-Gel-derived Ba_{0,8}Sr_{0,2}TiO₃ Ferroelectric Films From a 0,05-M Spin-on Solution. Appl. Phys. A 70, 411-414 (2000).
3. Maensiri, S., Nuansing, W., Klinkaewnarong, J., Laokul, P., Khemprasit, J., Nanofibers of Barium Strontium Titanate (BST) by Sol-Gel processing and electrospinning. Journal of Colloid and Interface Science. 297 578-583. 2006.

AGRADECIMENTOS

À Fundação Luiz Englert e ao CNPq pelo apoio financeiro, e ao CME da UFRGS.