

Nanofios em CMC obtidos da pirólise de compósitos poliméricos de silicena

Evandro M. Alexandrino¹(IC)*, Alfredo T. N. Pires (PQ), Inez Valéria P. Yoshida ¹ (PQ)

*e-mail: g032518@iqm.unicamp.br

¹ Instituto de Química – UNICAMP, CP 6154, 13094-971 – Campinas – SP, Brasil

Palavras Chave: Nanofios, polissiloxano, cerâmica

Introdução

Diversos trabalhos da literatura têm recentemente relatado a ação de níquel como catalisador no crescimento de nanoestruturas de silício¹. O mecanismo de crescimento dessas estruturas é proposto na literatura, podendo ser atribuído a um mecanismo sólido-líquido-sólido (SLS) ou a um vapor-líquido-sólido (VLS).

Neste trabalho foram preparados compósitos de matriz cerâmica (CMC) por pirólise controlada de compósitos poliméricos, em atmosfera de Ar, utilizando como matriz polimérica um poli(metilsilsesquioxano-co-fenilsilsesquioxano), denominado RESINA, e carga fibras curtas de sílica biogênica, modificada (FCSNi) ou não (FCS) com acetato de níquel na sua superfície. Os CMC obtidos por pirólise a 1000, 1300 e 1500°C foram caracterizados por espectroscopia infravermelho (IV), espectro Raman, difratometria de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e Discussão

Os compósitos com e sem níquel apresentaram espectros infravermelho semelhantes a 1000, 1300 e 1500°C. São observadas bandas relativas ao $\nu_s(\text{Si-O})$ em $\sim 1100\text{cm}^{-1}$, $\nu_{as}(\text{Si-O})$ em $\sim 810\text{cm}^{-1}$ e $\nu(\text{Si-C})$ em $\sim 790\text{cm}^{-1}$ e $\delta(\text{Si-O})$ em $\sim 465\text{cm}^{-1}$ em todos os espectros. Nos espectros dos compósitos pirolisados a 1500°C é observada uma banda em $\sim 620\text{cm}^{-1}$, característica de cristobalita ($c\text{-SiO}_2$). É observado um ombro em alguns espectros na região de $\sim 950\text{cm}^{-1}$, atribuído ao $\nu(\text{Si-O-C})$ de oxicarbeto de silício. Para os compósitos com Ni pirolisados a 1300 e 1500°C é observada uma intensidade relativa menor da banda de $\nu_s(\text{Si-O})$ em relação a banda de $\nu(\text{Si-C})$, indicando a presença de $\beta\text{-SiC}$ em maior quantidade nesses compósitos.

Os difratogramas dos compósitos obtidos a 1000°C apresentaram para ambas composições um halo amorfo na região de 2θ 22°. Esse halo é atribuído a sílica opalina que compõe as fibras e ao oxicarbeto de silício da matriz. A 1300°C, foi observado novamente um halo amorfo para ambas composições, mas também um início de cristalização de $c\text{SiO}_2$ para FCS:RESINA e de $\beta\text{-SiC}$ para FCSNi:RESINA. A 1500°C, ambos apresentam picos

característicos de cristobalita, porém foi observado para FCSNi:RESINA uma assimetria no pico em 2θ 36°, atribuída ao $\beta\text{-SiC}$.

A análise por MEV demonstrou que foram obtidos corpos consolidados e macroporosos a 1000, 1300 e 1500°C. Foi observado para o compósito FCSNi:RESINA a 1300°C a presença de estruturas na forma de nanofios na superfície das fibras, catalisadas por uma liga de Ni_2Si , e estruturas na forma de um feltro branco na superfície dos corpos de prova, que podem ser observados na Figura 1. A 1500°C são observados aglomerados moleculares provenientes do amolecimento dos nanofios.

O feltro obtido foi analisado por IV e espectro Raman. No espectro infravermelho são observadas bandas características de Si-O (ν_s , ν_{as} e δ). Já o espectro Raman apresenta as bandas D e G de carbono, em $\sim 1350\text{cm}^{-1}$ e $\sim 1580\text{cm}^{-1}$ respectivamente, características de carbono vítreo (sp^3) e carbono sp^2 , sugerindo uma estrutura do tipo grafeno. Esse feltro seria constituído de clusters de SiO_4 , seguidos por uma interface de SiC_xO_y e, finalmente, por uma camada de grafeno².

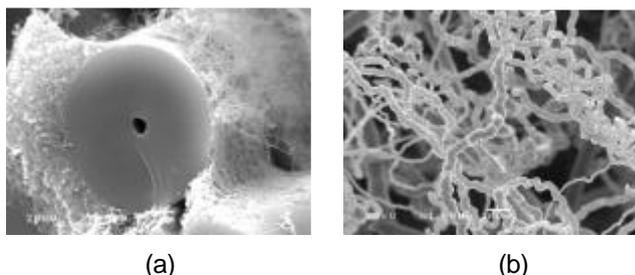


Figura 1. Micrografias: (a) FCSNi:RESINAx2k; (b) Feltro na superfície de FCSNi:RESINAx1k.

Conclusões

Níquel catalisou a formação de nanofios na superfície das fibras a 1300°C. A natureza desses fios está sendo estudada. Foi produzido um feltro na superfície dos compósitos, composto de sílica, uma camada de grafeno e outra de SiC_xO_y .

Agradecimentos

CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
Prof. Dr. Alfredo T. N. Pires

¹ Hsu, J.; Huang, B. *Thin Solid Films*, **2006**, 514, 23.

² Saha, A.; Raj, R.; Williamson, D.L. *J. Am. Ceram. Soc.*, **2006**, 89, 2188.