

COMPOSITOS ELASTOMERICOS CON NANOPARTICULAS PIEZOELECTRICAS INTERCONECTADAS 3D

Levy Ivana K.^{1*}, Owusu Francis², Larralde Ana³, Povse Vicente¹, López Fernández M. Paula⁴, Opris Dorina², Negri Martín¹

¹ INQUIMAE- DQIAQF-CONICET-UBA, CABA, Argentina.

² EMPA, Dubendorf, Suiza.

³ Laboratorio de Cristalografía Aplicada, ECyT, UNSAM, Bs. As., Argentina.

⁴ IBBEA-DBBE-CONICET-UBA, CABA, Argentina.

*ivanaklevy@gmail.com.ar

Objetivo General

Preparar y caracterizar compositos flexibles de nanopartículas (nps), en una matriz elastomérica, utilizando moldes de celulosa para la formación de esqueletos 3D de nanopartículas, comerciales y sintetizadas en el laboratorio.

Hipótesis: La interconexión 3D de nps, en la matriz flexible de elastómero, permitiría una mayor eficiencia en la transferencia del estrés mecánico, aumentando así la respuesta piezoeléctrica, en comparación con los compositos tradicionales¹.

Objetivos específicos

- Síntesis y caracterización de cerámicos piezo y ferroeléctricos: óxidos de Zn, ferritas de Co, ferritas de Bi y ferritas de Bi dopadas con Y.
- Preparación de compositos de estructuras 3D de los piezocerámicos infiltrados con un elastómero (PDMS).
- Preparación de compositos tradicionales en la misma matriz elastomérica.
- Caracterización de los compositos infiltrados y tradicionales.

Trabajo experimental

1. Síntesis de nanopartículas y caracterización

La síntesis de nanopartículas de ZnO, BiFe y BiFeY, se realizó por métodos de coprecipitación.

2. Preparación de los compositos. Estrategia para la formación del esqueleto de nps *in situ* utilizando celulosa como molde 3D



3. Caracterización de los compositos infiltrados y tradicionales

SEM, TEM, DRX, TGA en cada etapa y caracterización eléctrica mediante espectroscopia de impedancia y polarización dieléctrica del composito final.

Resultados y discusión

Síntesis de nanopartículas de ZnO y ferritas de bismuto

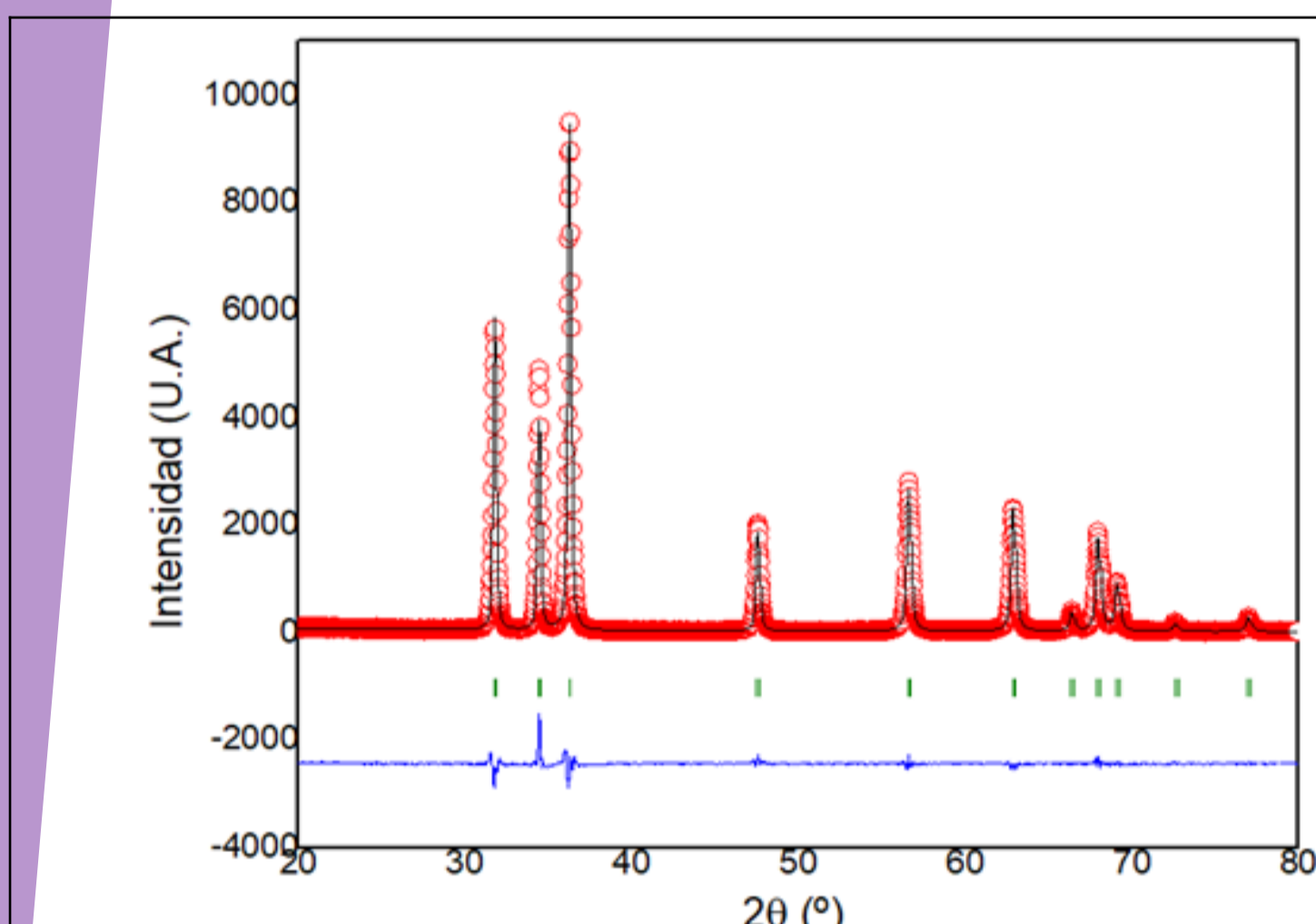
La síntesis de nps de ZnO se realizó siguiendo un método de coprecipitación², obteniéndose un polvo muy fino de alta cristalinidad, analizado por DRX con refinamiento por el método de Rietveld (Figura 1).

En comparación con ZnO comercial Sigma ("patrón"), no hay diferencia significativa entre los parámetros de celda de ambos compuestos (Figura 2).

Mediante TEM se observaron partículas de tamaño ≤ 40 nm, en su mayoría cilíndricas y en menor cantidad esféricas.

Las nps de BiFe y BiFe con ytrio (en proporciones $Bi=1-n_Y, Y=n_Y$ con $n_Y=0,05, 0,10$ y $0,20$) fueron sintetizadas por un método de coprecipitación reportado anteriormente por el grupo³. Se caracterizaron por DRX, SEM y TEM. En el DRX se observó mayoritariamente BiFeO₃ con impurezas de Bi₂O₃.

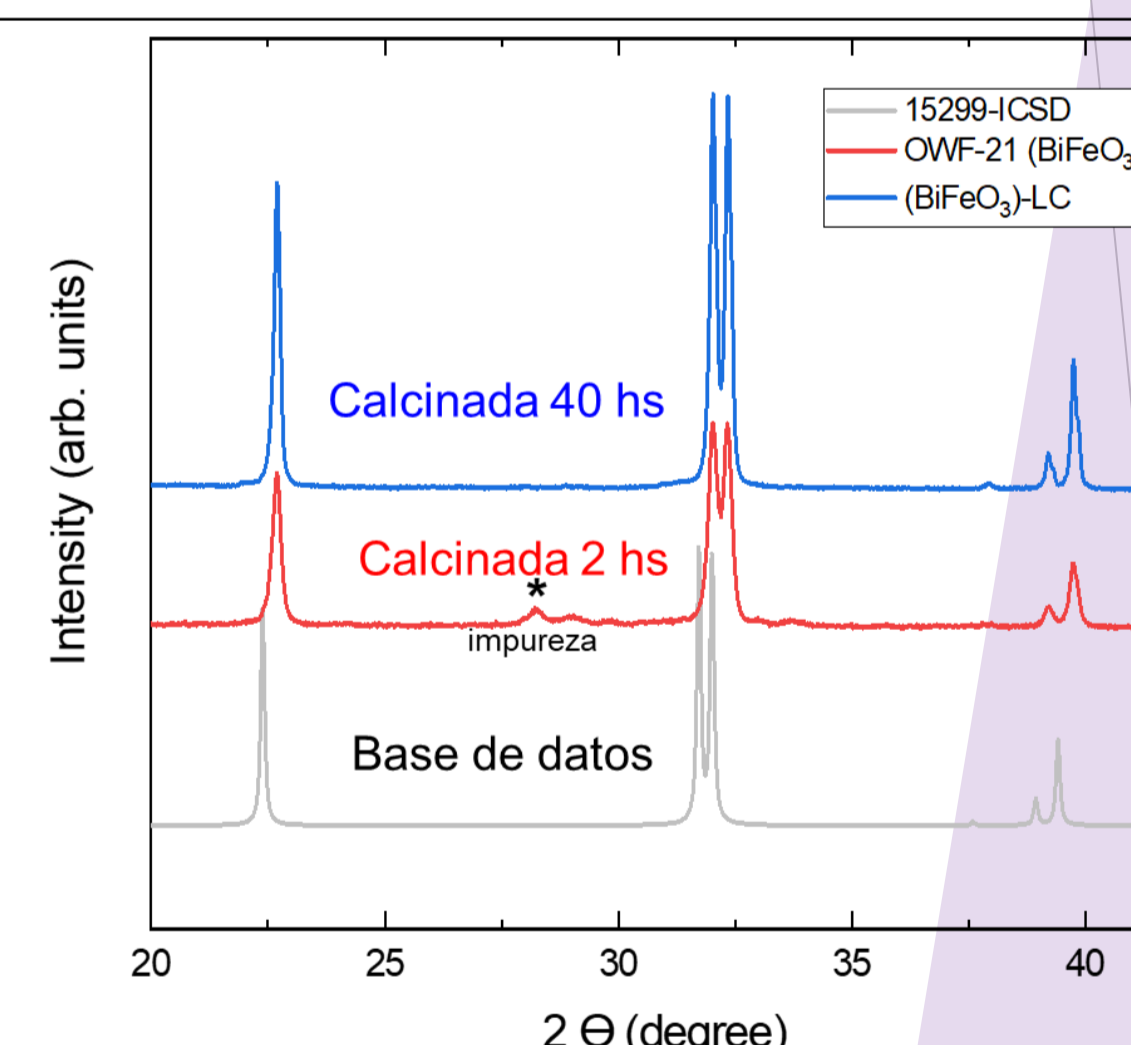
Se encuentran en estudio las condiciones para lograr ferritas de Bi más puras, ajustando los tiempos de calcinación (Figura 3).



En rojo: datos experimentales.
En negro: datos calculados mediante refinamiento de Rietveld.
En azul: diferencia entre el difractograma experimental y el calculado.
En verde: posiciones de los picos de Bragg.

Parámetros cristalográficos	ZnO patrón	ZnO preparado
a = b (Å)	3.2509 (9)	3.251 (7)
c (Å)	5.206 (1)	5.208 (1)
α (°)	90	90
β (°)	90	90
γ (°)	120	120
R _p	7.18	6.67
R _{wp}	10.0	9.67
R _{exp}	6.90	6.36
χ^2	2.11	2.31

Entre paréntesis: error en la última cifra decimal.
R_p, R_{wp}, R_{exp}, χ^2 : factores de acuerdo del refinamiento



Del análisis DRX, surge que la impureza sería Bi₂O₃

Figura 1. Difractograma de ZnO preparado en el laboratorio y datos calculados mediante refinamiento.

Figura 2. Refinamiento de Rietveld para ZnO comercial (Sigma Aldrich) y ZnO preparado en el laboratorio.

Figura 3. DRX de BiFeO₃ sintetizada en el laboratorio en distintas condiciones de tiempos de calcinación.

Preparación de los compositos

Mediante SEM se observaron las estructuras formadas en cada una de las etapas de elaboración de cada composito 3D elaborado (Figura 4).

La celulosa presenta adheridas las nps en su superficie luego de la etapa de liofilización, antes de la eliminación por calcinación (Figura 4 a).

La estructura de conexión 3D de nps se observó por SEM luego del proceso de calcinado y sinterización, comprobándose que fue conservada (Figura 4 b).

Luego, el material se infiltró con PDMS en estufa de vacío y fue curado, resultando el composito final con estructura 3D de nps en una matriz de elastómero, altamente flexible (Figura 4c).

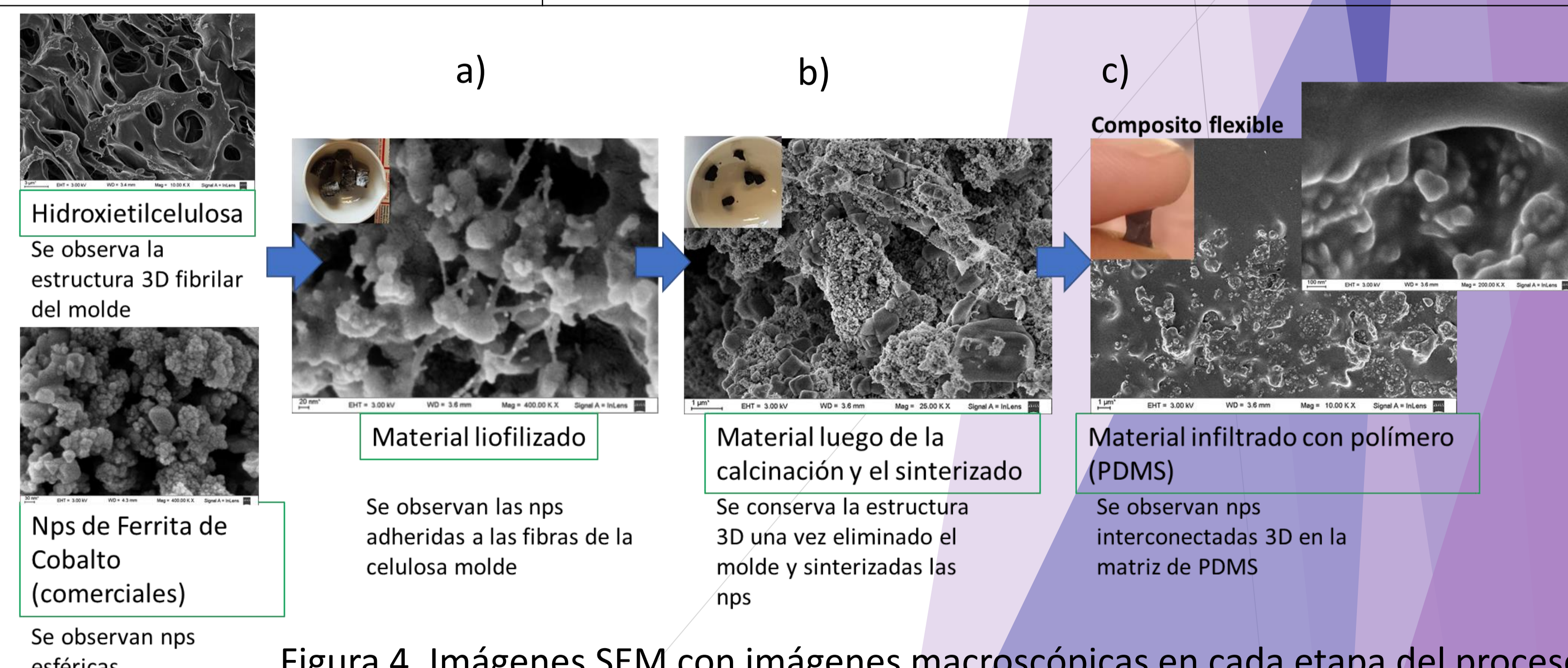


Figura 4. Imágenes SEM con imágenes macroscópicas en cada etapa del proceso

Paralelamente, por TGA se verificó la total eliminación del molde en la primera etapa del proceso térmico, el cual se optimizó en cada composito para lograr, luego de la eliminación del molde, la sinterización de las nps. El grado de infiltración en los compositos obtenidos fue estimado por TGA siendo cercano al 50 % nps/PDMS (en masa). Con esta información, se prepararon compositos tradicionales de nps dispersas en matrices de PDMS para comparación de sus propiedades.

Conclusiones.

Se logró exitosamente el proceso de liofilización, descomposición del molde de celulosa, sinterizado de nps e infiltración del elastómero conservando la estructura 3D en el composito final. Se comparará la respuesta eléctrica de estos compositos 3D con la de los compositos tradicionales.

Referencias

¹ Zhang et al. *Materials and Design*, 2018, 142, 106-113; ² Sharma et al, *Ceramics International*, 2015, 41, 1, Part B, 967-975; ³ Saleh Medina et al, *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 592, 306-312.