

INTRODUÇÃO

O óxido de titânio tem sido utilizado em aplicações como catalisador, membrana cerâmica porosa, célula solar, e sensor de umidade. Também é bem conhecido por sua atividade fotocatalítica.

O mecanismo de superfícies autolimpantes contendo óxido de titânio baseia-se em duas principais propriedades: a atividade fotocatalítica do TiO₂ que envolve uma reação com radicais livres iniciada por luz UV, e o caráter hidrofílico que o TiO₂ apresenta.

A técnica de *electrospinning* tem sido reconhecida como um método versátil e efetivo para a produção de fibras com diâmetros muito pequenos e alta relação superfície-volume. A morfologia e as propriedades das fibras dependem das características do polímero e dos parâmetros de processo utilizados, por exemplo, peso molecular médio do polímero, solventes, viscosidade e condutividade das soluções, intensidade do campo elétrico aplicado e distância do coletor.



OBJETIVO

Os objetivos deste trabalho são obter um filme contendo fibras de TiO₂ sobre uma lâmina de vidro, e avaliar as suas propriedades de transparência, caráter hidrofílico e atividade fotocatalítica.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Fibras de óxido de titânio dopadas com silício (15%) foram obtidas utilizando-se o método *electrospinning*. Como precursores foram utilizados propóxido de titânio (TiP), tetrapropóxido de silício, polivinilpirrolidona (PVP 10% em álcool).

1) Electrospinning:

Em um processo de *electrospinning* típico, a solução do precursor é carregada em uma seringa de 5mL contendo uma agulha hipodérmica 12-Gauge. A agulha é conectada a uma fonte de alta tensão. A tensão utilizada foi de 12kV, aplicada a uma distância de 12cm de um contra-eletrodo cilíndrico recoberto com papel alumínio. A vazão do fluido é controlada por uma bomba de infusão, mantida constante a 2,5 mL/h.

Subseqüentemente, as fibras foram tratadas termicamente a temperatura de 650°C por 3h.

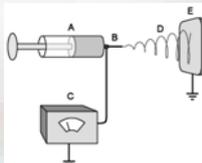


Figura 1. A) Seringa contendo solução polimérica, B) agulha, C) fonte de alta tensão, D) anteparo ou coletor.

2) Formação dos filmes:

Os filmes foram preparados pelo método de *dip-coating*.

As fibras de TiO₂ foram dispersas com auxílio de ultrassom em uma solução contendo álcool etílico, polivinilbutiral (PVB - como agente formador de filme) e um dispersante (DDSS-dodecil sulfato de sódio e/ou dietanolamina). As formulações contendo fibras estão descritas na Tabela 1.

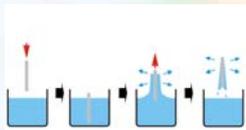


Figura 2. Processo de formação do filmes através da técnica *dip coating*.

Tabela 1. Formulações contendo fibras de TiO₂

Formulação	Fibra TiO ₂ (mg)	DDSS (mL)	Dietanolamina (mL)
A	100	0,5	0,5
B	165	1,0	0,5
C	150	0,5	0,5
D	200	0,5	0,5

Foram feitas formulações de acordo com a Tabela 1. Variou-se a quantidade de fibras presentes e as quantidades de agentes dispersantes.

Também foi feita uma formulação (E) contendo um sistema sol-gel composto por propóxido de titânio (TiP), ácido acético, solução alcoólica 10% em peso de PVB, álcool isopropílico e dietanolamina.

Imediatamente após a homogeneização da solução, lâminas de vidro foram mergulhadas na solução, mantidas mergulhadas por 1 minuto e removidas da solução com velocidade de 5,0 cm/min. Foram realizados três mergulhos consecutivos.

3) Tratamento térmico dos filmes

As lâminas de vidros contendo o filme foram tratadas termicamente a uma temperatura de 500°C, durante 3 horas com um patamar de 2,5°C/min.

4) Caracterização dos filmes:

- O caráter hidrofílico do filme foi caracterizado pelo ângulo de contato entre uma gota de água e o filme na superfície do vidro;

- A morfologia dos filmes produzido neste trabalho foi observada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Uma fina camada de ouro foi depositada na superfície da amostra para torná-la condutiva;

- A transmitância dos filmes na faixa do visível foi medida utilizando um espectrofotômetro de varredura (CARY Scan 5000) a fim de determinar a transparência dos filmes formados;

- A atividade fotocatalítica do filme foi medida através de um ensaio de fotocatalise. Neste ensaio a lâmina de vidro contendo o filme foi mergulhada em uma solução de azul de metileno (5ppm) e exposta a luz ultravioleta durante duas horas e trinta minutos. Foi acompanhada a degradação do corante através da análise de espectroscopia.

RESULTADOS & DISCUSSÕES

ÂNGULO DE CONTATO:

Para todas as soluções observou-se que o filme formado foi bastante hidrofílico.

A gota de água espalhou-se uniformemente por toda a superfície do vidro formando uma película homogênea.

A Figura 3a apresenta a o formato da gota diretamente sobre a superfície do vidro, sem filme.

A Figura 3b apresenta o aspecto da gota sobre a superfície do filme contendo TiO₂. Este filme é superhidrofílico.



Figura 3 (a) Ângulo de contato da gota de água sob a superfície de vidro sem filme. (b) Ângulo de contato da gota de água sob o filme.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA:

Os filmes A, B, C e D, contêm 100, 165, 150 e 200mg de fibras. O formulação E foi obtida através da deposição de um filme utilizando-se a técnica sol-gel. A Figura 4 mostra imagens de microscopia eletrônica obtidas a partir destes filmes.

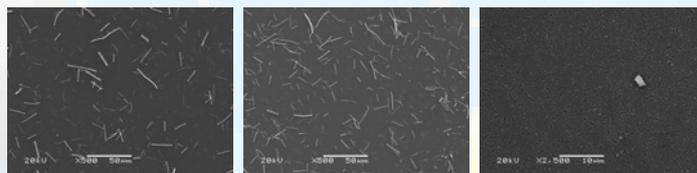
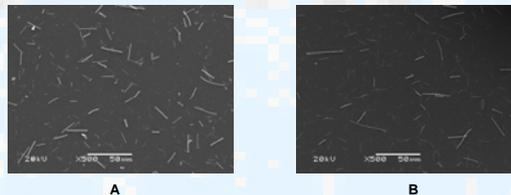
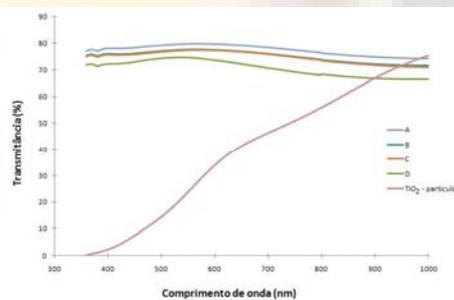


Figura 4. Imagens de microscopia eletrônica dos filmes obtidos pelo processo de *dip-coating*.

Observa-se que a solução D que possuía maior quantidade de fibras em sua composição formou também um filme com maior quantidade de fibras dispersas.

O filme obtido através da deposição do sistema sol-gel (E) se mostrou mais homogêneo, recobrendo de maneira mais uniforme a superfície do vidro.

ANÁLISE TRANSMITÂNCIA:



Os filmes das soluções A, B, C e D apresentam uma boa transmitância, da ordem de 70% a 80%, isto é, os filmes são bastante transparentes. O filme obtido utilizando-se a solução E se apresentou esbranquiçado e com certa iridescência a olho nu.

Figura 5. Medida da transmitância dos filmes obtidos a partir das soluções A, B, C, D e E.

FOTOCATALISE:

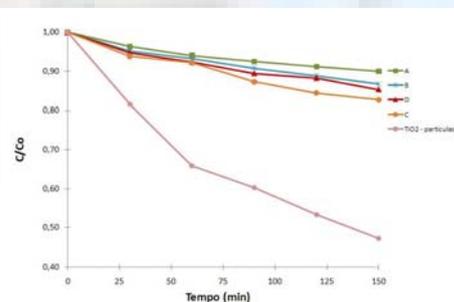


Figura 6. Degradação fotocatalítica de solução contendo azul de metileno sob radiação UV, em presença dos filmes A, B, C, D e E.

Os filmes das soluções A, B, C, D e E apresentaram atividade fotocatalítica crescente, alcançando redução da concentração inicial da solução de azul de metileno de até 50%, após 150 minutos de exposição à luz UV.

A crescente atividade fotocatalítica destes filmes está associada ao aumento da quantidade de fibras de TiO₂ na superfície do vidro, efeito especialmente observado para a formulação E que contém partículas de TiO₂.

CONCLUSÕES

A partir deste trabalho pode-se concluir que:

- Foi possível obter um filme contendo fibras de TiO₂ sobre uma lâmina de vidro a partir de fibras obtidas pelo processo *electrospinning*.
- Os filmes contendo fibras apresentaram-se transparentes, com transmitância de luz visível entre 80 a 70%.
- Todos os filmes apresentaram um excelente grau de hidrofiliicidade, sendo caracterizados como superhidrofílicos.
- Em relação a atividade fotocatalítica, os filmes contendo fibras apresentaram degradação de até 10% do composto corante após duas horas de iluminação UV.