

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES DE POLIESTIRENO COM POROS ALTAMENTE ORDENADOS

Guilherme Milagres Viana ¹; Mariana de Castro Prado ²; Ana Paula Barboza ³; Bernardo Ruegger Almeida ⁴; Elisângela Silva Pinto ⁵.

1 Guilherme Milagres Viana, Bolsista CNPq, Licenciatura em Física, IFMG Campus Ouro Preto, Ouro Preto - MG; milagresguilherme@yahoo.com.br

2 Mariana de Castro Prado, Física, UFOP, Ouro Preto – MG

3 Ana Paula Barboza, Física, UFOP, Ouro Preto – MG

4 Bernardo Ruegger Almeida, Física, UFMG, Belo Horizonte - MG

5 Elisângela Silva Pinto: Pesquisadora do IFMG, Campus Ouro Preto; elisangela.pinto@ifmg.edu.br

RESUMO

O projeto apresentado se fundamenta em extensas pesquisas sobre materiais nanométricos, uma área que tem experimentado um crescimento exponencial nos últimos anos. Esses materiais têm se tornado cada vez mais relevantes na comunidade científica e estão se tornando cada vez mais presentes em nosso dia a dia, mesmo que muitas vezes não nos demos conta disso. A proposta central é o estudo e a produção de filmes de Poliestireno com poros ordenados, os quais podem ser utilizados para medir a resistividade de materiais de grande importância na produção de energia e na indústria eletrônica, entre outros setores que estão cada vez mais dependentes de tecnologias inovadoras. A escolha do Poliestireno como material para a produção dos filmes se baseia em sua disponibilidade, baixo custo e eficácia. Essa abordagem torna a pesquisa mais acessível, permitindo que a produção dos filmes e seu estudo sejam amplamente difundidos dentro da comunidade científica. Além disso, a utilização do Microscópio de Força Atômica (AFM) foi essencial para a análise das amostras produzidas durante a pesquisa. Essa técnica nos permitiu uma análise minuciosa das propriedades das amostras, buscando alcançar resultados que fossem o mais próximo possível do desejado, a fim de que os filmes fossem úteis para a aplicação de outros materiais nanométricos em suas superfícies. Ao promover a pesquisa e produção de filmes de Poliestireno com poros ordenados, estamos contribuindo para o avanço do conhecimento científico em relação aos materiais nanométricos e suas aplicações. Além disso, ao utilizar uma linguagem acessível e apresentar um material de fácil obtenção, estamos incentivando a disseminação dessas pesquisas e possibilitando que mais cientistas e profissionais de diversas áreas possam se beneficiar dessas descobertas. Portanto, é fundamental continuar explorando e aprimorando as técnicas de estudo e produção de materiais nanométricos, a fim de impulsionar a inovação tecnológica e atender às demandas crescentes de diversos setores.

Palavras-Chave: Nanométricos, Poliestireno, Filmes, AFM

INTRODUÇÃO:

O uso de filmes com poros altamente ordenados para aplicação de materiais nanométricos tem crescido muito nos últimos anos, principalmente quando falamos de tecnologias e principalmente dispositivos eletrônicos. Quando levamos em consideração os materiais mais promissores para essa função, os polímeros se destacam, devido ao seu baixo custo, fácil aquisição e produção dos mesmos em grande escala. A partir disso, temos a produção de vários tipos de polímeros com características distintas uns dos outros (FARIA et al 2019).

Um dos métodos mais simples e de menor custo para poder produzir estruturas ordenadas de filmes porosos é o método de Figuras Respiratórias (FR). Este método consiste em utilizar gotículas de água condensada por cima do filme que é feito pelo polímero utilizado na solução para que a partir disso se formem estruturas organizadas e porosas por meio da evaporação do polímero em meio a solvente volátil, mediante a presença de um fluxo de umidade incidente na superfície do filme (FARIA et al, 2012).

Podemos ver a partir do esquema da Figura 1 como funciona de forma mais visual todo o processo de FR.

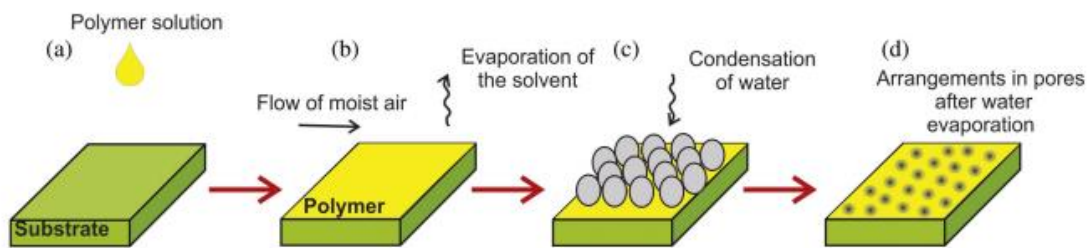


Figura 1: Processo de FR ilustrado

Fonte: A.M.A. Faria, M.A. Miranda, G.E. Gonçalves, R.F. Bianchi, A.G.C. Bianchi, C. Cuba, B.R.A. Neves, E.S. Pinto, et al. 2019, p. 2

No atual trabalho utilizamos do processo FR para produção e caracterização de estruturas porosas auto-organizadas em filmes de Poliestireno. Todos esses filmes posteriormente depositados em plaquetas foram preparados utilizando como soluto o Poliestireno e como solvente o Tetraidrofurano. Soluções essas que foram depositadas sobre o vidro e submetidas ao processo de spin coating utilizando de um cooler de computador para fazer essa rotação. Por último foram analisadas e caracterizadas pelas técnicas de Microscopia Óptica e Microscopia de Varredura por Sonda (SPM).

METODOLOGIA:

Para iniciar os trabalhos foram analisadas algumas amostras com a ajuda do Microscópio de força atômica (AFM), amostras essas que já estavam prontas devido ao trabalho de outra estudante (Adriana), que anteriormente participou de um projeto de cunho similar, para que não precisássemos preparar logo de imediato outras plaquetas.

Amostra 1 (Analisada dia 09/08/2022)

Substrato utilizado: Poliestireno (PS).

Solvente: Tetraidrofurano (THF).

Características: 25000 [mol] de solução depositada a 4000 RPM.

Conclusão: Tanto na primeira quanto na segunda análise de região encontramos picos ao invés de vales, na segunda análise tivemos o mesmo resultado.

Amostra 2 (Analisada dia 09/08/2022)

Substrato utilizado: Poliestireno (PS).

Solvente: Tetraidrofurano (THF)

Características: 45000[mol] de solução depositada a 4000 RPM

Conclusão: Tanto na primeira quanto na segunda análise de região encontramos picos ao invés de vales, na segunda análise tivemos o mesmo resultado.

Amostra 3 (Analisada dia 09/08/2022)

Substrato utilizado: Poliestireno (PS).

Solvente: Tetraidrofurano (THF)

Características: 280000 [mol] de solução depositada a 4000 RPM

Conclusão: Na primeira análise foram identificadas partículas irregulares que não sabemos o que exatamente são, mas supõe-se ser cola residual da fita dupla face.

Amostra 4 (Analisada dia 16/08/2022)

Substrato utilizado: Poliestireno (PS).

Solvente: Tetraidrofurano (THF)

Características: Não haviam anotações sobre (inconclusivo).

Conclusão: A amostra se mostrou funcional para o objetivo das mesmas, que é aplicação de outros matérias por cima para que possa se medir a resistência destes. Amostra apresentou poros grandes e organizados.

Amostra 5 (Analisada dia 16/08/2022)

Substrato utilizado: Poliestireno (PS).

Solvente: Tetraidrofurano (THF)

Características: Não haviam anotações sobre (inconclusivo).

Conclusão: Apresentou poros rasos e sem muita amplitude.

Com a análise das amostras antigas chegamos à conclusão de que seria sim necessário produzir nossas amostras, pois somente uma dessas amostras se mostrou funcional, o que não seria suficiente para atender a demanda do projeto. Com isso começamos a etapa de produção de novas amostras.

São utilizados dois principais materiais para produção do composto que é aplicado por cima do vidro, materiais estes que são o Poliestireno (PS) que é um homopolímero resultante da polimerização do monômero de estireno. Em outras palavras, é uma resina do grupo dos termoplásticos, assim como o polipropileno e o polietileno. É um material atóxico, transparente e sólido, tendo como das principais propriedades ser moldável a partir do calor, mas rígido e resistente quando no produto acabado (Revista Plástico Moderno et. al, 2021). Já o solvente utilizado é o Tetraidrofurano (THF), um composto orgânico heterocíclico usado como solvente obtido pela hidrogenação do furano (Quimesp, [s.d]). Esses materiais são submetidos as seguintes etapas para que possamos chegar ao resultado desejado:

Primeiro é feita a pesagem do PS com uma balança de precisão (Figura 2), buscando obter 1,2 g.



Figura 2: Balança de precisão

Fonte: Autores

A segunda etapa do processo consiste em colocar 12,3 mL de THF em um becker, para que posteriormente se misture os 12,3 mL de THF e as 1,2 g de PS nesse mesmo becker.

A terceira etapa constitui-se em colocar essa solução para aquecer a uma temperatura de 65°C durante 50 min (Figura 3). Todo esse processo é feito com o composto em agitação, é colocado um stirrer magnético dentro da solução para ajudar a misturar os materiais ali presentes, stirrer magnético este que depois é retirado.



Figura 3: Processo de aquecimento e agitação da solução

Fonte: Autores

Depois de pronta a solução ela é colocada nas plaquetas de vidro (já limpas anteriormente para que não houvessem resquícios de sujeira ao analisarmos as amostras no AFM) com auxílio de uma seringa de vidro, pois o plástico derrete ao entrar em contato com o THF, posteriormente as amostras são submetidas a um processo de spin coating (Figura 4), que basicamente é um processo de rotação para que se possa espalhar a solução.

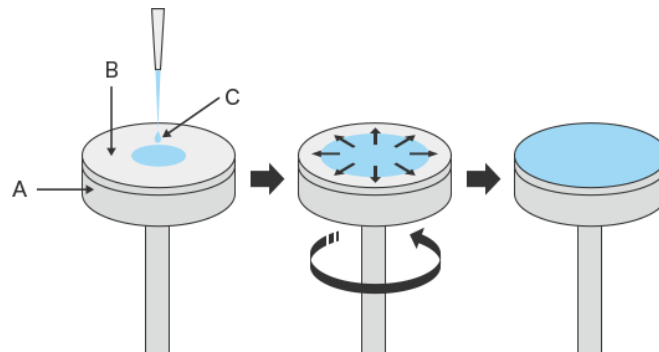


Figura 4: Processo de *spin coating*
Fonte: Keyence, [s.d]

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

Como dito anteriormente, foram analisadas algumas amostras (com o auxílio do AFM e posteriormente do programa de software Gwyddion para a análise das imagens) de outra estudante e também foram preparadas outras amostras com diferentes composições e quantidades de cada material utilizado. Podemos ver o resultado de algumas delas a partir das imagens a seguir (Figuras 5-10):

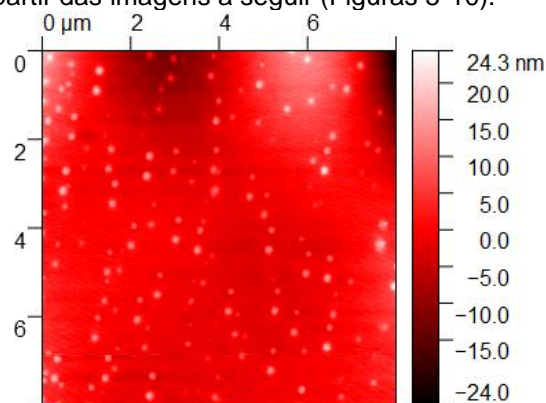


Figura 5: Amostra 1. Imagem com picos ao invés de vales, inconclusivo quanto ao motivo disso ter acontecido. Pico mais alto com 24,3 nm.

Fonte: Autores

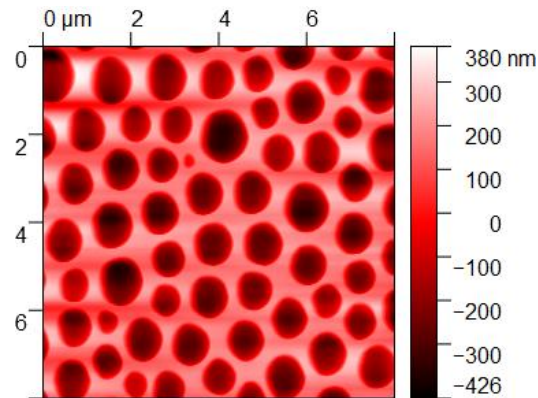


Figura 6: Amostra 4. De todas as amostras analisadas e feitas foi a que apresentou o melhor padrão de poros, mais organizados e com melhor amplitude. Poros com profundidade de até 426nm.

Fonte: Autores

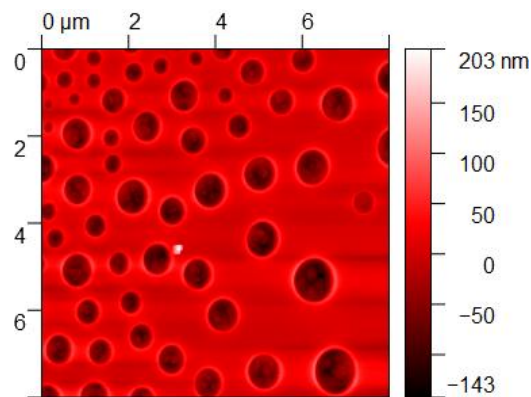


Figura 7: Amostra 5. Apresentou poros rasos e algumas sujeiras pela superfície da placa. Poros com profundidade de até 143nm.

Fonte: Autores

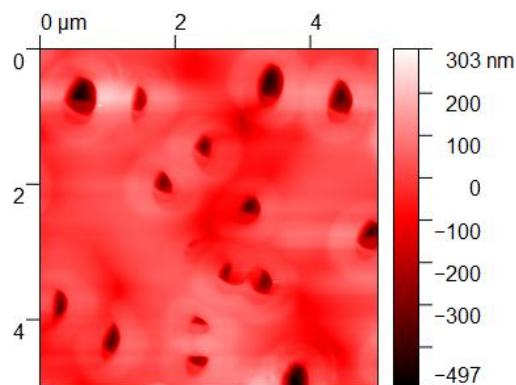


Figura 8: Imagem da primeira placa que eu produzi, apresenta poros, mas desorganizados e sem nenhum padrão. Poros com profundidade de até 497nm.

Fonte: Autores

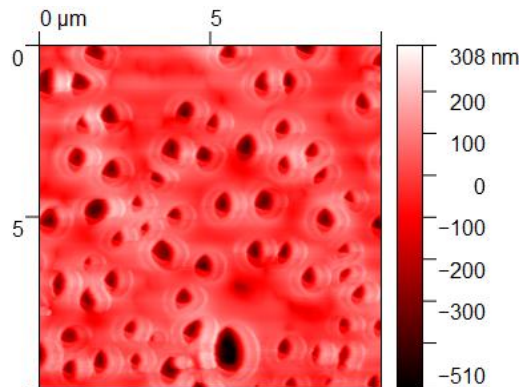


Figura 9: Imagem da terceira amostra que eu produzi, das amostras com a concentração citada durante a metodologia foi a que chegou mais perto do resultado esperado, com uma quantidade maior de poros e uma boa profundidade, porém ainda sim os poros se apresentavam muito desorganizados. Poros com profundidade de até 510nm.

Fonte: Autores

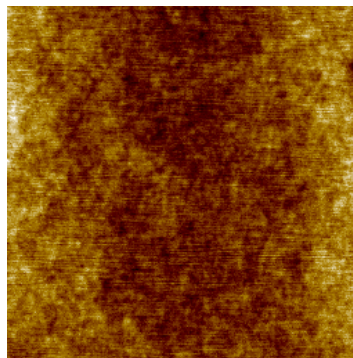


Figura 10: Placa submetida a muito tempo de rotação durante o processo de *spin coating*, fazendo com que perdesse todas suas características e ficasse apenas um “borrão”.

Fonte: Autores

Mediante a produção de amostras o maior obstáculo encontrado foi acertar a concentração de soluto e solvente que iria no composto, pois teorizamos que a estudante anterior a mim utilizava um PS com características diferentes do que tínhamos no laboratório, fazendo com que não conseguíssemos atingir os resultados desejados. Posteriormente fiz soluções com concentrações menores de PS, amostras essas que ainda devem ser analisadas de forma mais aprofundada, para que assim possamos chegar a uma conclusão sobre a problemática.

Tivemos também alguns problemas com equipamentos a muito tempo sem ser utilizados e até mesmo com a forma de secagem dos vidros para aplicação das amostras, mas mesmo com as adversidades todas foram contornadas para que pudéssemos produzir novas amostras e adquirir o conhecimento necessário para conclusão dos nossos estudos.

CONCLUSÕES:

Os processos adotados se mostraram eficientes quanto à formação de poros, porém a quantidade de cada componente para produção da solução ainda se dá como inconclusiva. É necessária a continuação dos testes para que os parâmetros de produção das soluções e do processo de deposição sejam otimizados.

Diferentes soluções foram analisadas, mostrando em sua maioria resultados positivos quanto ao processo de produção das mesmas.

Utilizamos durante nossos estudos o AFM e o programa Gwyddion para nos auxiliar nas análises das amostras

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

A.M.A. Faria, M.A. Miranda, G.E. Gonçalves, R.F. Bianchi, A.G.C. Bianchi, C. Cuba, B.R.A. Neves, E.S. Pinto. *Partially ordered porous structures on layer-by-layer polyaniline/poly (vinyl sulfate sodium) ultrathin films: Easy fabrication of robust submicroscopic patterning. Journal of Applied Polymer.* Publicado em: 18 de setembro de 2019.

FARIA, Adriana, 2012. Preparação e Caracterização de filmes de Poliestireno com poros altamente ordenados.

Keyence, [s.d]. Spin Coating. Disponível em: <https://www.keyence.com/ss/products/measure/sealing/coater-type/spin.jsp>. Acessado em: 20 de janeiro de 2023.

Plastico Moderno. Plástico.com.br, 2021. Poliestireno (PS): O que é e para que serve? Descubra os tipos, suas características e muito mais. Disponível em: <https://www.plastico.com.br/poliestireno-ps-o-que-e-e-para-que-serve-descubra-os-tipos-suas-caracteristicas-e-muito-mais/>. Acessado em: 13 de outubro de 2022.

Quimesp Química, [S.D]. Tetrahydrofurano. Disponível em: <https://www.quimesp.com.br/tetrahydrofurano.php>. Acessado em: 13 de outubro de 2022.