



Título da Pesquisa: Preparação e caracterização de filmes porosos poliméricos

Palavras-chave: filmes poliméricos, sensores bioquímicos, AFM

Campus: Ouro Preto

Tipo de Bolsa: PIBITI

Financiador: CNPq

Bolsista: Adriana Madalena de Araújo Faria

Professor Orientador: Elisângela Silva Pinto

Área de Conhecimento: Física - Física da Matéria Condensada

Resumo:

Atualmente materiais porosos com estruturas organizadas têm recebido muita atenção e vários estudos tem se iniciado, afinal é uma área que tem grandes aplicações principalmente nos campos da eletrônica, fotônica e engenharia de tecidos [1,2]. Para tanto, este projeto visa otimizar o processo de preparação dos filmes poliméricos porosos, determinando as condições ideais no qual se obtêm a maior organização dos poros. Para preparar esses filmes é utilizado um método simples, conhecido como método de Figuras de Respiração (FR), através do qual as estruturas porosas ordenadas são formadas pela evaporação da solução de um simples polímero dissolvido em um solvente volátil, na presença de um fluxo de umidade sobre a superfície do filme. Os filmes foram depositados sobre o vidro pelo método *spin coating*, e caracterizados pelas técnicas de Microscopia Óptica e Microscopia de Varredura por Sonda (SPM). Em trabalhos anteriores já observamos a variação dos poros a medida em que variamos a rotação do *spinner* e a concentração de água na solução, quando utilizado a solução de Poliestireno e THF. Entretanto, novos testes foram realizados como a variação do polímero utilizado (Poliestireno (PS) e Ecoflex), e dos solventes (THF e o Clorofórmio) além da concentração da solução de PS em THF. Após a análise dos melhores parâmetros foi depositado sobre os filmes uma camada de silicone e observado a formação de “nanopostes” na superfície em contato com o PS.

INTRODUÇÃO:

Entre os vários métodos de preparação de filmes porosos o método de Figuras de Respiração (FR) é conhecido pela simplicidade, velocidade e baixo custo de fabricação [3-6], podendo produzir grandes áreas de materiais porosos, o que o torna um método muito atrativo para aplicações industriais.

Dentro desse contexto, o presente trabalho tem como objetivo a produção de filmes porosos de Poliestireno (PS) através do método de Figuras de Respiração. Para alcançar esse objetivo, o projeto foi dividido em várias etapas de realização, sendo: 1) preparação de soluções de PS em solventes voláteis; 2) clivagem e limpeza de substratos; 4) preparação e otimização do processo de produção de filmes poliméricos de Poliestireno através da técnica de *spin coating*; 5) caracterização por Microscopia Óptica e Microscopia de Varredura por Sonda (do inglês Scanning Probe Microscopy - SPM) das estruturas porosas formadas na amostra.

A utilização de técnicas de baixo custo e simplicidade torna este trabalho ainda mais atrativo e se os resultados forem significativos as amostras podem ser facilmente reproduzidas necessitando de pouca infraestrutura para a sua realização. A simplicidade e eficiência da técnica podem atrair ainda mais o interesse da utilização desse processo de preparação de amostra para a produção de dispositivos ópticos eletrônicos alternativos em larga escala [1].

Além das aplicações em dispositivos ópticos eletrônicos, outras aplicações interessantes estão sendo analisadas com as estruturas porosas formadas nos filmes de PS. Entre essas aplicações, pode-se citar a utilização dos filmes porosos como molde para a produção de estruturas porosas de outros polímeros; melhoria da eficiência de sensores através da produção de filmes porosos ocasionada pelo aumento da área superficial dos filmes; peneiras nanométricas; mudança na hidrofobicidade da superfície dos filmes ocasionada pela presença dos poros.

Portanto, este trabalho pretende otimizar o processo de produção de filmes porosos variando o polímero, o solvente e condições de preparação das amostras, observando a interferência desses parâmetros na configuração das amostras e dos poros formados. As amostras produzidas foram caracterizadas por Microscopia de Força Atômica (AFM). Esses primeiros testes não se tratam apenas de um esforço para o desenvolvimento de uma técnica, mas é a base para suas aplicações em sistemas, inicialmente simples, que vislumbrem uma aplicabilidade, num futuro próximo, na confecção de dispositivos baseados em filmes finos orgânicos.

MATERIAIS E METODOS:

As soluções poliméricas utilizadas foram uma mistura de Poliestireno de marcas diferentes e do Ecoflex dissolvidos em Clorofórmio e Tetraidrofurano (THF). A concentração da solução inicialmente utilizada foi de 10 % wt. As amostras foram depositadas sobre o vidro pela técnica de *spin coating* onde a evaporação rápida de um solvente volátil e a presença de água no ambiente permitem a formação de poros na superfície dos filmes poliméricos [5].

Com o objetivo de produzir “nanomoldes” para ampliar a variedade de materiais que podem ser produzidas por essa técnica, depositou-se sobre as amostras de PS porosas, silicone (Sylgard® 184 Silicone Elastomer) com uma proporção de 1:10. Posteriormente, o silicone é retirado, transferindo os padrões do PS para o mesmo.

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

Na Figura 1 encontram-se imagens das amostras porosas de Ecoflex dissolvido em THF (figura 1-a) e em clorofórmio (figura 1-b). Podemos observar que as soluções não formam poros, apesar de suas superfícies estarem bem rugosas. Como o resultado final não é uma solução porosa, está não se faz tão interessante em nossos estudos apesar de o Ecoflex ser bem útil, afinal ele é um material de fácil remoção do substrato.

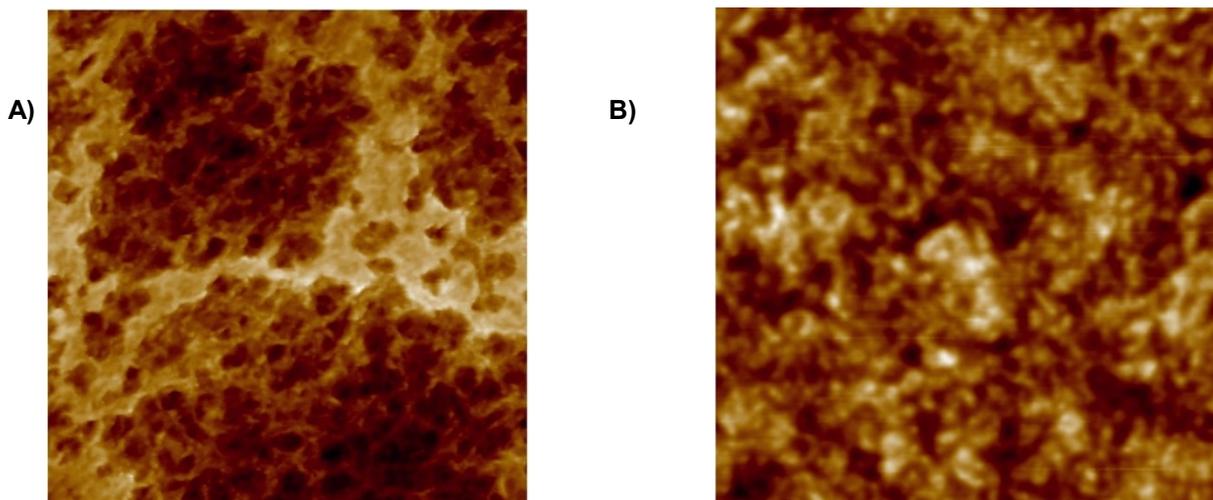


Figura 1: Imagens de AFM 10 x 10 μm , solução a) Ecoflex dissolvido em THF b) Ecoflex dissolvido em clorofórmio

Durante o trabalho usamos dois tipos de Poliestireno. No primeiro observamos a formação de poros e conseguimos otimizar o processo variando alguns parâmetros de interferência na formação dos poros. Um segundo Poliestireno é o da marca Inova no qual fizemos duas soluções: uma dissolvida em clorofórmio (figura 2 a) e outra em THF (figura 2-b). Observamos que quando utilizado o solvente THF é observado a formação de poros na superfície da amostra o que não ocorre com o clorofórmio.

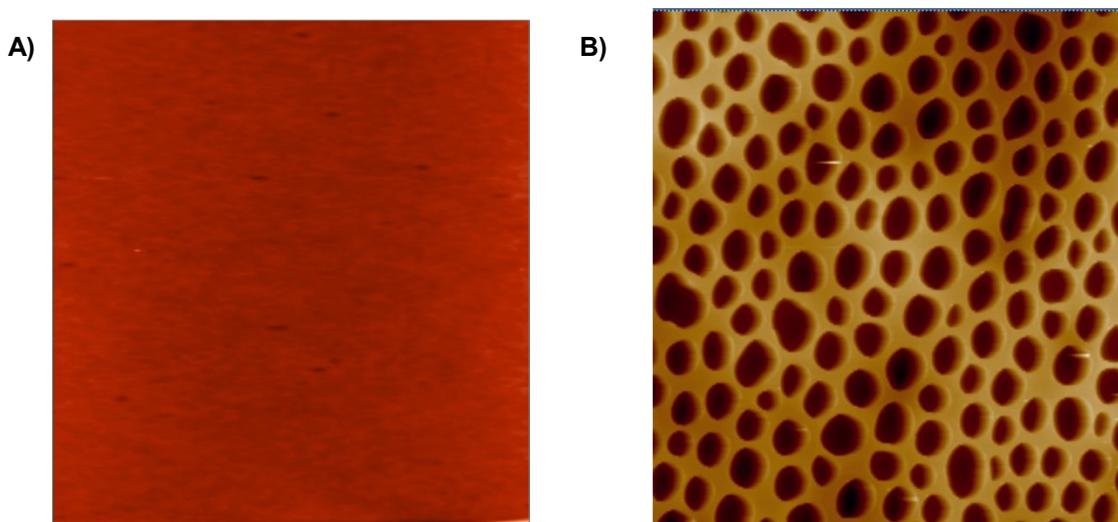


Figura 2: Imagens de AFM 10 x 10 μm , solução Poliestireno (Inova) a) dissolvido em clorofórmio b) dissolvido em THF.

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

Com o objetivo de formar poros utilizando o polímero Ecoflex adicionou-se à mesma, uma proporção da solução de PS, na qual já há testes que comprovam a formação de poros. A solução utilizada foi Ecoflex (figura 3-a) e PS da marca Inova (figura 3-b) dissolvidos em THF, sendo que na hora da deposição misturou-se a proporção de 1:1 das soluções acima com a solução de PS dissolvido em THF, em cima do substrato. Assim para cada gota de PS/THF depositou-se uma gota das novas soluções

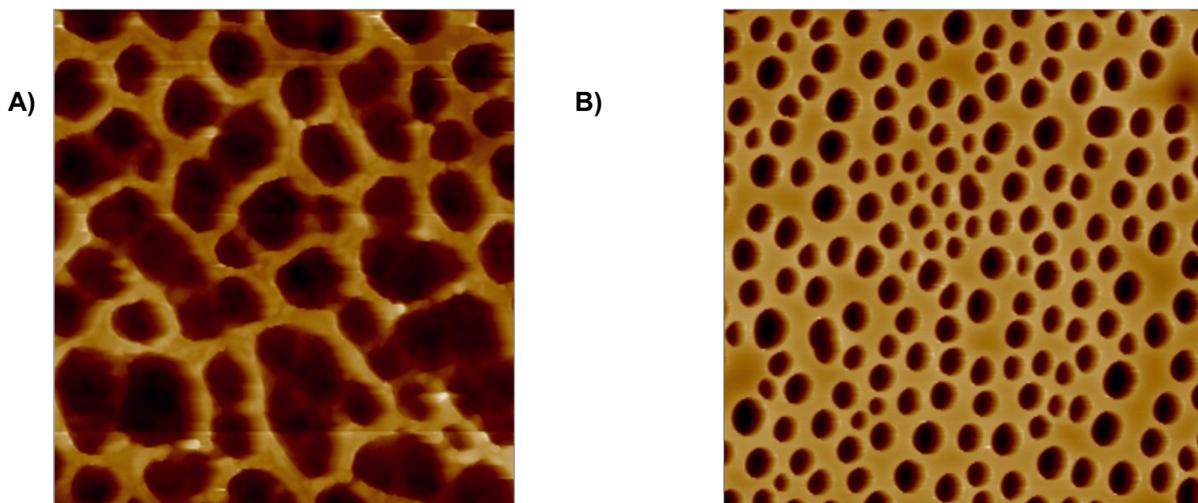


Figura 3: Imagens de AFM 10 x 10 μm , solução a) Ecoflex b) Poliestireno (Inova), dissolvidos em THF adicionados a mesma proporção de PS/THF, no substrato.

A verificação da periodicidade dos poros e o seu padrão hexagonal foi feita refletindo um laser vermelho sobre a amostra. Na figura 4 observa-se a imagem de AFM da amostra de PS/THF, no qual há poros com padrões (figura – 4a). Quando incidente o laser é possível observar o padrão formado (figura – 4b).

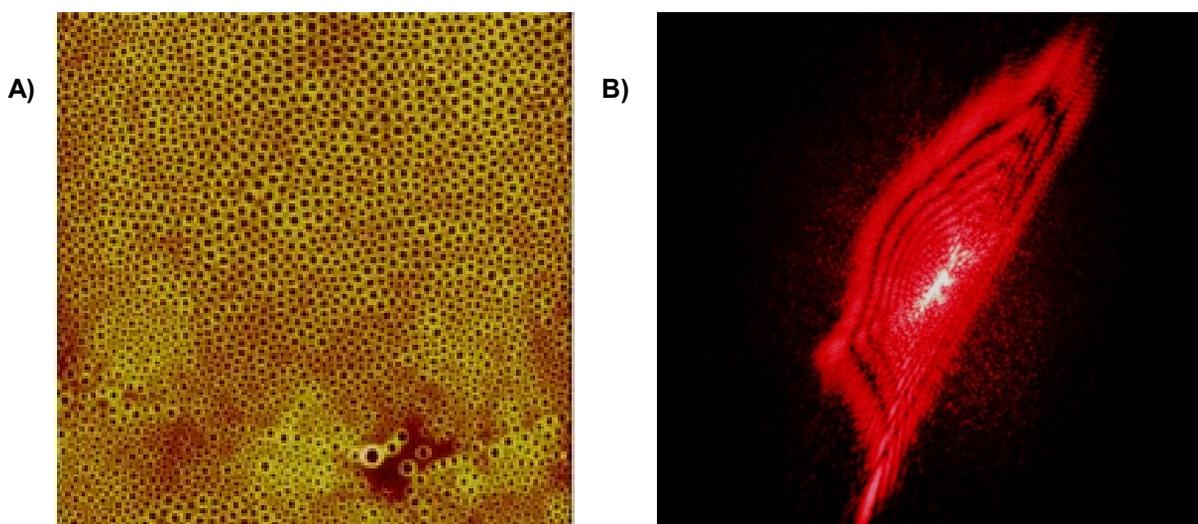


Figura 4: (A) Imagem AFM da amostra porosa de PS com velocidade 4000 rpm (B) Imagem do laser difratado pela amostra porosa de PS.

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

Verificada a efetivação da formação de poros na superfície da amostra e a sua periodicidade depositamos sobre a mesma uma solução de silicone. A solução é líquida, sendo assim ao adicioná-la sobre a amostra os poros seriam preenchidos, verificando a formação de postes ao retirar o silicone da amostra porosa. Na figura 5 observa-se a efetivação da formação dos poste de silicone (figura - 5c e d) sobre a amostra porosa de PS (figura – 5a e b).

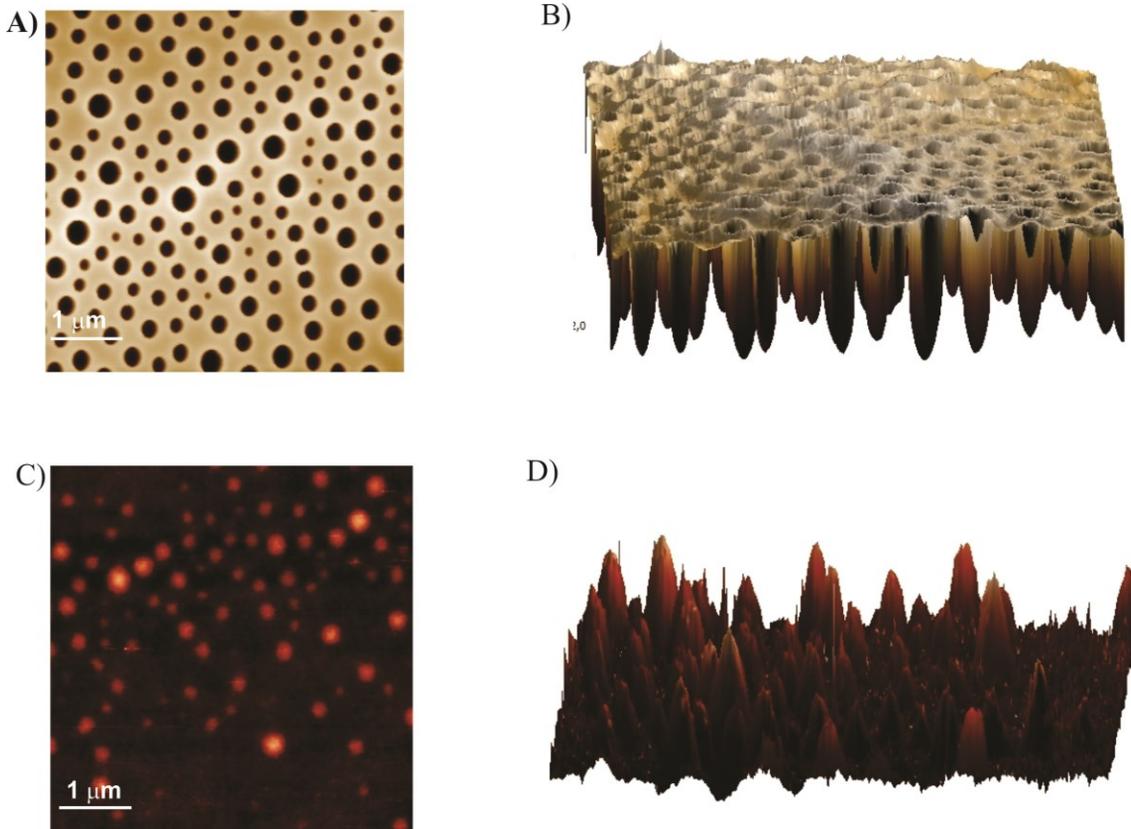


Figura 5: Imagem AFM 5 μm x 5 μm, a) solução de PS com THF e b) imagem 3D de (a); c) imagem da superfície do silicone que estava em contato com a amostra de PS d) imagem 3D de (c).

CONCLUSÕES:

Foram realizadas algumas amostras com diferentes soluções, variando tanto o polímero quanto o solvente, observando que quando usado o Clorofórmio é utilizado como solvente as amostras não formaram poros, independente do polímero. O polímero Ecoflex não produz poros nas amostras sendo possível sua obtenção apenas quando adicionado à solução de PS junto com a solução de Ecoflex/THF. Esse resultado se torna significativo pois o Ecoflex é polímero mais maleável de fácil remoção do substrato, sendo assim podemos obter uma amostra porosa e maleável o que gera uma aplicação em varias área como, por exemplo, em dispositivos eletrônicos.

Com o processo de produção dos poros otimizados, realizamos testes com a deposição de outros materiais sobre as amostras, verificando-se que ao depositar o silicone sobre os filmes de PS, o mesmo tem o formato da amostra formando assim nano-postes de silicone. Os postes formados no silicone não estão em sua totalidade como os poros, sendo assim ainda há necessidade de se melhorar os estudos.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA:

- [1] J. D. Joannopoulos; R. D. Meade; J. N. Winn. *Photonic crystals: molding the flow of light*, 1995.
- [2] E. Ostuni; C. S. Chen; D. E. Ingber; G. M. Whitesides. *Langmuir* 17 (9) 2828, 2001.
- [3] G. Widawski, M. Rawiso, B. François, *Nature* 369, 387 – 389, 1994.
- [4] B. Francois, O. Pitois, J. Francois, *Adv Mater* 7 (12),1041, 1995.
- [5] O. Pitois, B. Francois, *Colloid Polym Sci* 277 (6), 574, 1999.
- [6] O. Pitois, B. Francois, *Eur Phys J B Cond Matter Phys* 8 (2) 225, 1999.

Participação em Congressos, publicações e/ou pedidos de proteção intelectual:

Evento: VI Semana Nacional de Ciência e Tecnologia

Título do trabalho: Preparação e caracterização de filmes porosos de PAni-PVS para melhoria na eficiência de sensores bioquímicos

Data: 21 a 25 de Outubro de 2013

Local: Ouro Preto – MG

Evento: XII Encontro da SBPMat – XII Brazilian MRS Meeting

Título do trabalho: Polymeric porous films: production and characterization

Data: 29 de Setembro a 03 de Outubro de 2013

Local: Campus do Jordão – SP

Evento: 2012 MRS Fall Meeting

Título do trabalho: Preparation and Characterization of Polymeric Film with Ordered Pores

Data: 28 de Outubro a 01 de Novembro de 2012

Local: Boston – Estados Unidos

Evento: XII Encontro SBPMat

Título do trabalho: Polymeric porous films: production and Characterization

Data: 27 a 31 de Outubro de 2013

Local: Campos do Jordão – São Paulo;

Evento: Semana de Iniciação Científica (SIC) 2013

Título do trabalho: Preparação e caracterização de filmes porosos de PAni-PVS para melhoria na eficiência de sensores bioquímicos

Data: 12 de novembro de 2013

Local: Formiga – Minas Gerais