

SÍNTESE DE NANOESFERAS DE SÍLICA

SILVA, Edyla Brunnyely¹; ROCHA, Alexsandro²;

RESUMO

O relatório descreve a síntese e caracterização de nanoesferas de sílica realizadas no LABMADE, com foco em aprimorar a produção de colóides monodispersos para uso em sensores e dispositivos eletrônicos. Utilizou-se o método de Stöber, com centrifugação e controle de temperatura para garantir uniformidade das partículas. As esferas obtidas apresentaram diâmetro médio de cerca de 300 nm. A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostrou inicialmente superfícies irregulares, atribuídas a variações no processo de síntese, mas ajustes como o controle térmico e a troca do agitador magnético melhoraram significativamente a padronização. Também se verificou que a resistividade da água e a temperatura influenciam a qualidade dos colóides. Conclui-se que a metodologia foi eficaz na obtenção de nanoesferas uniformes e controladas, essenciais para cristais coloidais, e que agitação e temperatura são fatores determinantes na morfologia das partículas.

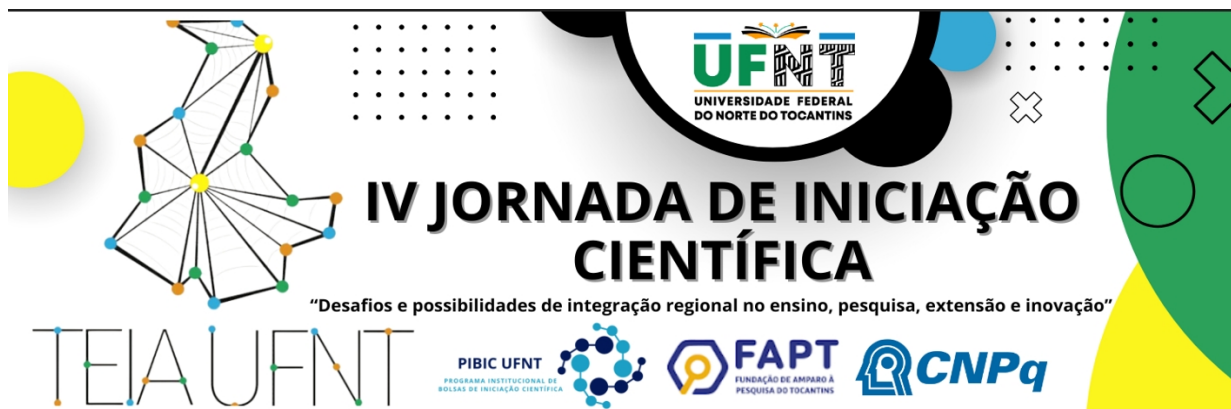
Palavras-chave: Sílica; Nanoesferas; Colóides; Microscopia Eletrônica de Varredura; Método de Stöber; Resistividade Elétrica

I. INTRODUÇÃO/JUSTIFICATIVA

A nanotecnologia, entendida como a capacidade de fabricar e controlar estruturas em escala nanométrica, constitui um dos campos mais promissores da ciência moderna. Essa área apresenta potencial de aplicação em diversos setores, como fotônica,

1 Bolsista do Programa de Iniciação Científica (PIBIC/PIBITI). Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT), Centro de XXXX. e-mail.

2 Professor Doutor da Universidade Federal do Norte do Tocantins (UFNT), Centro de XXXX. e-mail.

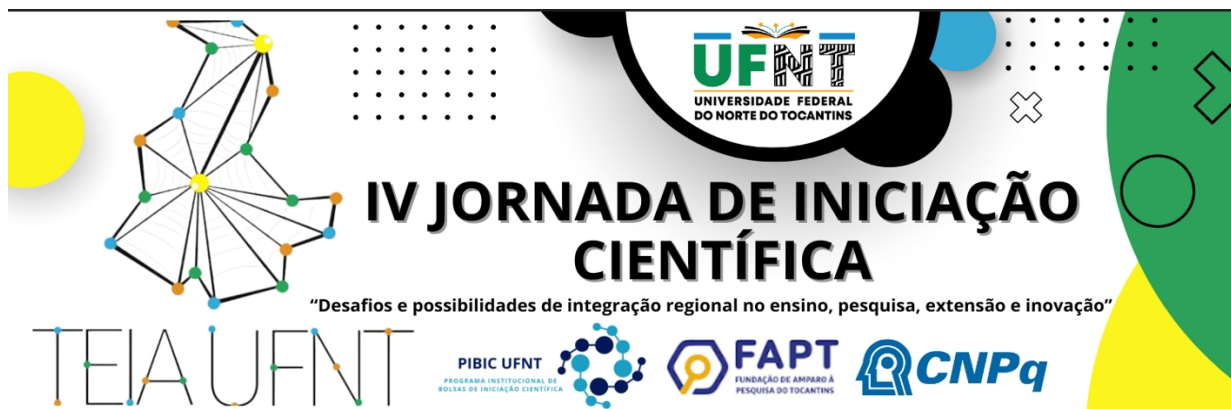


spintrônica, mídia magnética, catálise, supercondutividade e bioengenharia, impulsionando o desenvolvimento de dispositivos com alto desempenho e novas funcionalidades. As técnicas tradicionais de nanoestruturação, como a litografia de elétrons e a deposição seletiva por epitaxia molecular, embora altamente precisas, exigem equipamentos sofisticados e de alto custo, acessíveis apenas a laboratórios especializados.

Nesse contexto, a exploração de processos auto-organizados surge como uma alternativa eficiente e economicamente viável para a produção de nanoestruturas de interesse tecnológico. Inspirada em fenômenos naturais, a auto-organização permite a formação espontânea de estruturas ordenadas, como membranas, proteínas e ácidos nucleicos. No LABMADE, essa abordagem é explorada por meio da eletrodeposição associada à litografia de nanoesferas, técnica que utiliza esferas coloidais auto-organizadas como máscaras para a formação de padrões periódicos. Essa metodologia possibilita a obtenção de redes de nanoporos e nanoesferas ordenadas, ampliando as possibilidades de aplicação em sensores, dispositivos fotônicos e materiais funcionais. Além de promover inovação científica, a pesquisa busca consolidar o uso de métodos acessíveis para a fabricação de materiais nanoestruturados, fortalecendo o papel do laboratório no avanço tecnológico e na formação acadêmica dos estudantes envolvidos.

II. BASE TEÓRICA

A nanotecnologia compreende o estudo e manipulação de materiais em escala nanométrica, permitindo o controle de propriedades ópticas, elétricas e magnéticas. Essa área apresenta amplo potencial de aplicação em setores como fotônica, spintrônica, mídia magnética, catálise e bioengenharia (YABLONOVITCH, 2001; ROSS et al., 1999; BATRA et al., 2005). As técnicas tradicionais de nanoestruturação, como a litografia de elétrons e a deposição por epitaxia molecular, exigem



equipamentos sofisticados e de alto custo, o que restringe seu uso a centros especializados (KEMMLER et al., 2006).

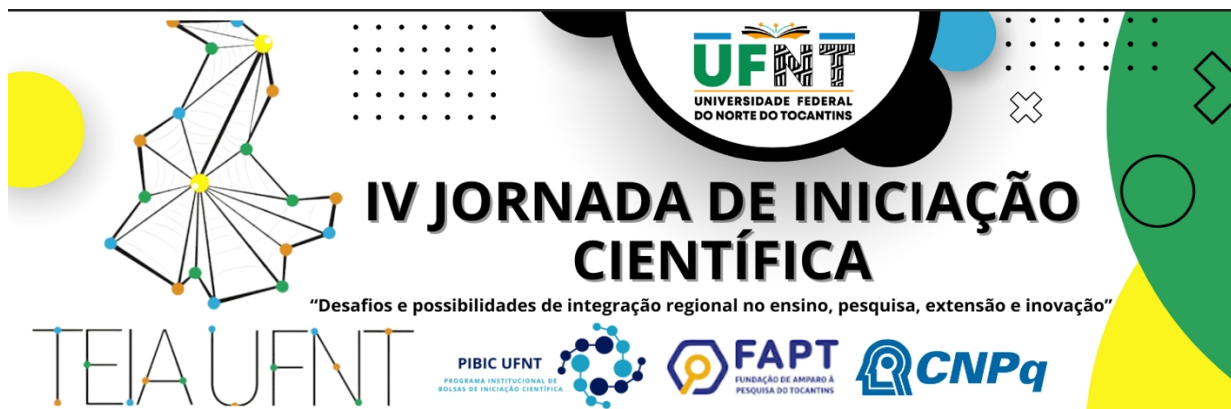
Como alternativa, os processos auto-organizados surgem como métodos eficientes e acessíveis, inspirados em fenômenos naturais presentes em sistemas biológicos (WHITESIDES; BONCHEVA, 2002). Entre essas abordagens, destaca-se a litografia de nanoesferas, que utiliza esferas de sílica ou polímero auto-organizadas para formar redes ordenadas bi ou tridimensionais (BARTLETT et al., 2002). Associada à eletrodeposição, essa técnica tem sido aplicada no LABMADE para a produção de materiais nanoestruturados de alta qualidade e baixo custo, com potencial uso em sensores e dispositivos tecnológicos (HICKS et al., 2005).

III. OBJETIVOS

Dar continuidade ao LABMADE na autossuficiência da produção de colóides de sílica e dar continuidade as pesquisas em desenvolvimento no laboratório. Para atingir a meta principal, as seguintes etapas deverão ser cumpridas:

1 – Aprimoramento da técnica de síntese de colóides esféricos monodispersos de sílica. 2 – Continuidade na produção e caracterização dos colóides. 3 – Otimização dos parâmetros de síntese, como a retomada no estudo da dependência do diâmetro das esferas com a resistividade da água utilizada no processo de sintetização.

A síntese de solução coloidal monodispersa de sílica é um processo simples, bem documentado e em constante desenvolvimento no LABMADE, que possui infraestrutura química completa para sua realização. O domínio das rotas de síntese obtido neste projeto permitirá ao laboratório produzir continuamente matéria-prima em larga escala, viabilizando a exploração de novas aplicações, como a litografia de nanoesferas.



IV. METODOLOGIA

O projeto foi desenvolvido ao longo de um ano, com as seguintes etapas:

Aperfeiçoamento do aparato experimental; Síntese de sílica; Separação dos colóides; Monitoramento do tamanho das partículas; Otimização dos parâmetros de síntese.

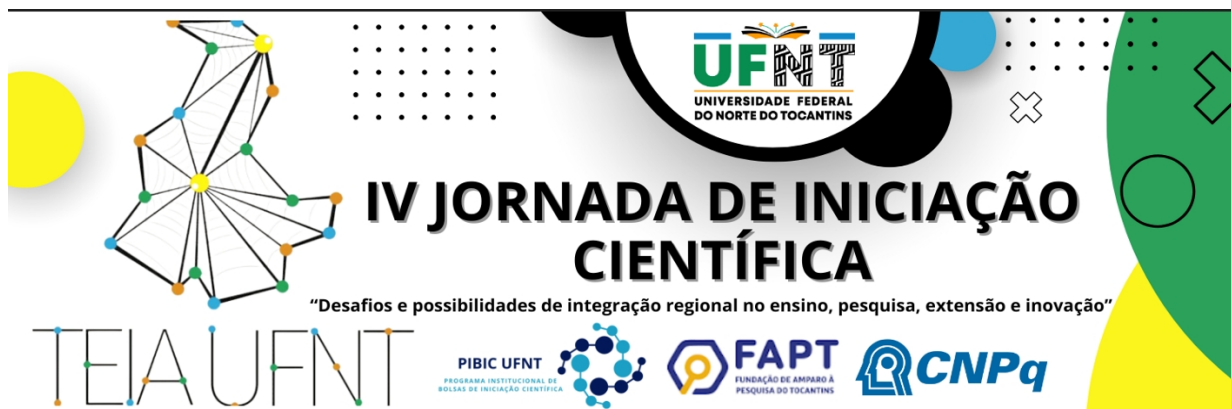
V. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Durante a primeira etapa da pesquisa, a discente foi orientada a realizar leituras de artigos científicos sobre o tema e recebeu treinamento laboratorial para o manuseio de equipamentos e reagentes químicos, fundamentais tanto para a operação dos dispositivos quanto para a segurança individual e coletiva.

Na sequência, iniciou-se o processo de síntese das nanoesferas de sílica utilizando o método de Stöber, com reagentes como álcool etílico (99,5%), água purificada, tetraetil ortosilicato (TEOS – 98%) e hidróxido de amônio (NH_3OH – 28%). As proporções dos reagentes foram calculadas estequiometricamente para alcançar o diâmetro desejado das esferas. O processo reacional, realizado sob agitação constante por até 24 horas, resultou em esferas com tamanhos entre 200 e 900 nm.

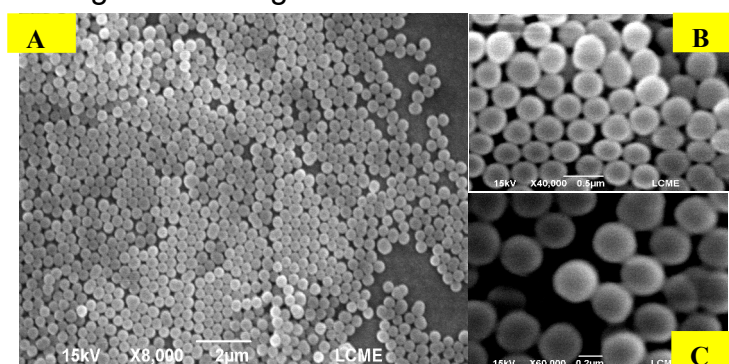
Após a síntese, procedeu-se à separação e purificação dos colóides, com centrifugação em velocidades de até 4000 rpm, seguida da redispersão das esferas em água purificada com auxílio de ultrassom. Esse processo, repetido diversas vezes, garantiu a remoção de impurezas e o controle da concentração da solução.

Para a análise topográfica, as amostras foram depositadas sobre substratos de vidro e deixadas secar naturalmente, protegidas de impurezas. As observações feitas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) — em parceria com o LabSiN-UFSC — mostraram esferas de aproximadamente 300 nm de diâmetro, com boa uniformidade e baixa dispersão de tamanhos, conforme esperado. As imagens de MEV apresentaram diferentes ampliações, permitindo observar desde superfícies



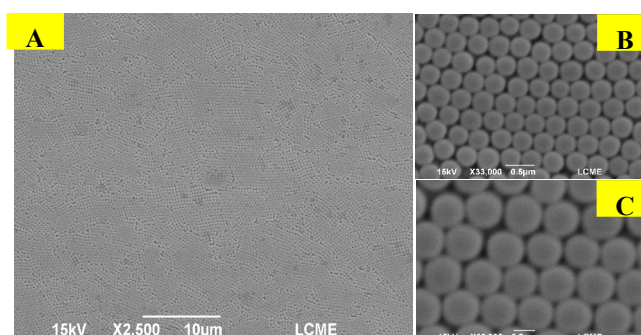
irregulares e fragmentadas até estruturas estratificadas e partículas compactas, dependendo do nível de aumento. Em maiores ampliações (até $\times 40.000$), foi possível identificar a morfologia esférica predominante, embora com superfícies levemente rugosas, possivelmente associadas ao processo de síntese. Maiores ampliações foram realizadas para análise topográfica (Figura 01), onde é possível observar algumas características dos coloides.

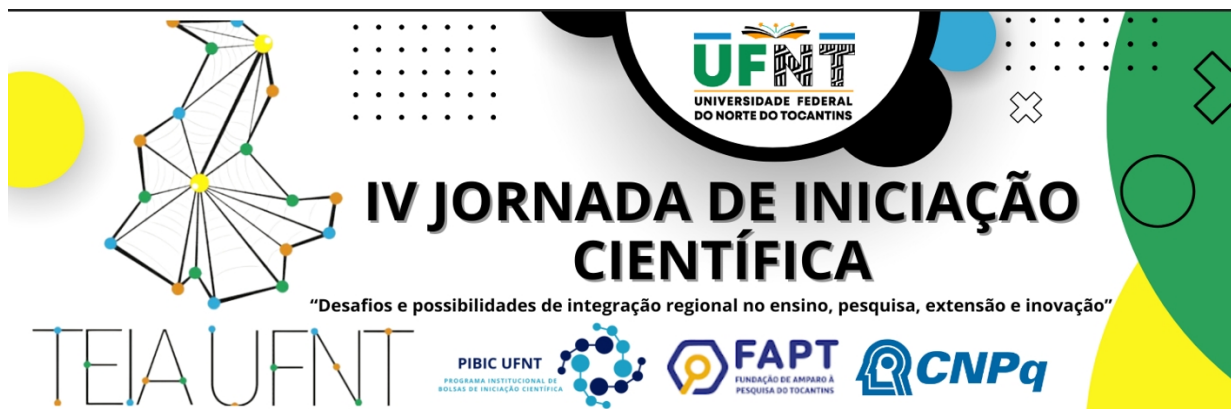
Figura 01: Imagens enfatizando os defeitos



A dispersão de tamanhos mostrou-se um fator crítico, pois influencia diretamente a formação dos cristais coloidais, podendo gerar defeitos indesejáveis. Após ajustes experimentais, como a substituição do agitador magnético — que possibilitou agitação constante durante toda a síntese —, observou-se uma melhora significativa na padronização das esferas, evidenciada nas novas imagens de MEV, que mostraram partículas mais homogêneas e de superfície lisa (Figura 02).

Figura 02: Imagens nas nanoesferas após ajuste do processo.





Além disso, foram realizados monitoramentos térmicos do ambiente e da solução de síntese em intervalos de duas horas, variando a temperatura entre 18°C e 26°C, para avaliar o impacto das condições externas no processo. Observou-se que a condutividade elétrica da água apresentou um mínimo em torno de 20°C, seguido de um aumento quase linear até 25°C, comportamento associado à mobilidade iônica: à medida que a temperatura cresce, os íons ganham energia cinética, aumentando a condutividade.

Esse comportamento evidencia que temperatura e agitação são fatores determinantes na qualidade das nanoesferas de sílica, e que o controle cuidadoso desses parâmetros é essencial para a obtenção de coloides monodispersos e de alta qualidade, com potencial aplicação em cristais coloidais e dispositivos eletrônicos.

VI. CONCLUSÃO/CONSIDERAÇÕES FINAIS

A pesquisa demonstrou a síntese eficiente de nanoesferas de sílica com boa uniformidade e baixa dispersão, adequadas para cristais coloidais. A discente participou de todas as etapas do processo, da revisão teórica à execução experimental. Análises por MEV confirmaram a influência de parâmetros como agitação e temperatura na morfologia das partículas. Ajustes simples, como a troca do agitador magnético e o controle térmico, melhoraram a padronização das amostras. Os resultados validam a metodologia e contribuem para o avanço em síntese coloidal.

VII. REFERÊNCIAS

Bartlett, P. N.; Baumberg, J. J.; Birkin, P. R.; et al. **Highly ordered macroporous gold and platinum films formed by electrochemical deposition through templates assembled from submicron diameter monodisperse polystyrene spheres**, Chem. Mater. v.14 p.2199, 2002.



- Batra, D.; Vogt, S.; Laible, P. D.; Firestone, M. A. **Self-assembled mesoporous polymeric networks for patterned protein arrays**, Langmuir. v.21 p.10301, 2005.
- Yablonovitch, E. "Photonic crystal: semiconductors of light", Scientific American (dezembro 2001).
- Bogush, G. H.; Tracy, M.A.; Zukoski, C.F. **Preparation of monodisperse silica particles: control of size and mass fraction**, J. Non-Crystalline solids v.104 p. 95, 1988.
- Hicks, E. M.; Zhang, X.; Zou, S.; Lyandres, O.; Spears, K. G.; Schatz, C. G.; Duynes, R. P. V. **Plasmonic properties of film over nanowell surfaces fabricated by nanosphere lithography**, J. Phys. Chem. B. v.109 p.22351, 2005.
- Kemmler, M. ; Gurlich, C.; Sterck, A.; Pohler, H.; Neuhaus, M.; Siegel, M.; Kellner, R., and Koelle, D. **Commensurability effects in superconducting Nb films with quasiperiodic pinning arrays**. Arxiv: cond-mat/0605563.
- Ross, C. A.; Smith, H. I.; Savas, T.; et al. "Fabrication of patterned media for high density magnetic storage", J. Vac. Sci. Technol. B v.17 p.3168, 1999.
- STOBER, W.; FINK, A.; BOHN, E.. **Controlled Growth of Monodisperse Silica Spheres in Micron Size Range**. Journal Colloid and Interface Science.26, 62 (1968).
- Whitesides, G. M.; Boncheva, M. **Supramolecular chemistry and self-assembly beyond molecules: Self-assembly of mesoscopic and macroscopic components**, Proc. Natl. Acad. Sci. U S A. v.99 p. 4769, 2002.

VIII. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pelo apoio via Programa PIBIC e à UFNT pelo suporte institucional. Sou grata ao professor Dr. Alexandre Silvestre da Rocha pela orientação e incentivo ao longo do projeto. Reconheço também o LabMADE pela estrutura e aprendizado oferecidos. Este trabalho representou uma valiosa experiência de crescimento acadêmico e pessoal.