

Sistematização da Deposição de Dynasylan SC Concentrated para a Obtenção de Filmes Superhidrofóbicos de Alumina

SAMANTHA CARDOSO ALVES¹; CAROLINE SCHMECHEL SCHIAVON²;
RAMON DADALTO CARVALHO³; PEDRO LOVATO GOMES JARDIM⁴

¹*Universidade Federal de Pelotas – samantha.academico@gmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – carol_schmechel@hotmail.com*

³*Universidade Federal de São Carlos – ramondadaltocarvalho@gmail.com*

⁴*Universidade Federal de Pelotas – pedro.lovato@ufpel.edu.br*

1. INTRODUÇÃO

A molhabilidade é caracterizada pela capacidade que uma superfície tem de espalhar ou não um líquido. Para quantificá-la, é necessário medir o ângulo de contato (θ) no ponto em que as superfícies ar, água e sólido se encontram. Quando temos um ângulo entre $0 \leq \theta < 90^\circ$, consideramos a superfície hidrofílica. Quando o ângulo se encontra entre $90^\circ \leq \theta < 150^\circ$, consideramos a superfície hidrofóbica. Uma vez que o ângulo se encontra entre $150^\circ \leq \theta \leq 180^\circ$, e a histerese, que é a diferença do ângulo de avanço e do ângulo de recesso, é menor do que 10° , podemos considerar a superfície super-hidrofóbica (CASSIE, 1948). O ângulo de avanço e o ângulo de recesso podem ser compreendidos a partir da observação de uma gota na iminência do movimento em um plano inclinado, sob a influência do campo gravitacional. O maior ângulo, no sentido do deslocamento, é denominado ângulo de avanço. Já o menor ângulo, no sentido oposto ao deslocamento, é denominado ângulo de recesso. A diferença entre eles é denominada histerese (GENNES; BROCHARD-WYART; QUÉRÉ, 2013).

A produção de uma superfície super-hidrofóbica exige a combinação de fatores físicos e químicos. O fator químico está relacionado à baixa energia superficial, a qual pode ser alcançada por meio do uso de surfactantes, que conferem ou intensificam a hidrofobicidade às superfícies (ZHANG et al., 2015). Já o fator físico se refere à topografia da superfície, especificamente as declividades das estruturas presentes nela, elemento que já teve sua correlação com a super-hidrofobicidade comprovada, bem como um critério topográfico para a obtenção do ângulo de contato estático necessário para a super-hidrofobicidade ($150^\circ \leq \theta$) (SCHIAVON, 2023).

Esses fatores apresentam sensibilidade às condições atmosféricas, como temperatura, umidade e pressão, bem como aos parâmetros de deposição. Para o desenvolvimento do presente estudo, faz-se necessária a fabricação de superfícies hidrofóbicas e super-hidrofóbicas a partir de filmes de alumina (Al_2O_3), com rugosidades graduadas. Para isso, a funcionalização dessas superfícies é indispensável para a obtenção da hidrofobicidade. Neste trabalho, serão apresentados resultados relacionados ao processo da funcionalização, visando uma deposição uniforme do surfactante, capaz de reduzir a energia superficial sem suavizar as estruturas, uma vez que é a declividade destas a responsável pela obtenção da super-hidrofobicidade (SCHIAVON, 2023).

2. METODOLOGIA

Os filmes de alumina foram produzidos em quatro etapas, sendo elas síntese, deposição, texturização e funcionalização. O método estabelecido para a síntese de alumina foi o método sol-gel (TADANAGA; KATATA; MINAMI, 1997),

que é amplamente utilizado há décadas, uma vez que essa rota é significativamente mais simples e econômica quando comparada a outros métodos (CHOUDHURY, S. et al. R, 2021). Além disso, essa rota de síntese de alumina resulta em superfícies nanoestruturadas que não espalham luz e ainda aumentam sua transmitância (CARVALHO et al., 2025).

A síntese foi depositada através do método recobrimento por imersão, com o equipamento *dip coater*, construído artesanalmente e controlado a partir de uma plataforma Arduino. Os parâmetros de deposição da síntese de alumina foram estabelecidos por SCHIAVON (2023): 1,0 mm/s de velocidade de imersão, 10,0 s de tempo imersão e, por fim, 2,0 mm/s de velocidade de emersão, que define a espessura do filme. Após a deposição, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico no forno Mufla, à 400°C, durante 10 minutos. A texturização das amostras, com o objetivo de conferir rugosidade graduada, foi realizada no tempo de 512 segundos, com o objetivo de fabricar superfícies super-hidrofóbicas.

A funcionalização das amostras, etapa responsável por reduzir a energia superficial, foi realizada com o uso do surfactante *Dynasylan SC Concentrate*, doado pela empresa Evonik. Os parâmetros de deposição foram definidos a partir de testes de sistematização, uma vez que, na literatura, não há parâmetros para a deposição utilizando esse surfactante. Moléculas surfactantes possuem uma cabeça hidrofílica, que interage com substâncias polares, e uma cauda hidrofóbica que interage com substâncias apolares. As moléculas do surfactante podem se associar, originando micelas que modificam a topografia da superfície. Esse processo de aglomeração micelar pode ser evitado mediante o controle adequado da concentração da solução do surfactante e a espessura do filme a partir dos parâmetros de deposição, a fim de preservar as estruturas formadas pelo desbastamento e garantir um recobrimento uniforme e homogêneo (MYERS, 2020).

Os testes de funcionalização foram iniciados a partir dos parâmetros estabelecidos na literatura por SCHIAVON (2023), para o surfactante Dynasylan F88-15: 1% de concentração do volume de água destilada, 1,0 mm/s de velocidade de imersão, 10,0 s de tempo imersão e, por fim, 2,0 mm/s de velocidade de emersão. Uma vez que os resultados não atingiram os resultados desejados, testaram-se diferentes velocidades de retirada (0,5 a 5,0 mm/s), mantendo-se a concentração em 1%. Os resultados mostraram piora na uniformidade e no ângulo de contato, mesmo com as condições atmosféricas controladas. Também foram avaliadas concentrações menores (0,5% e 0,75%), combinadas a velocidades de retirada de 0,5 a 3,0 mm/s. Entretanto, os resultados não foram promissores.

Diante disso, optou-se por aumentar a concentração para 2% e repetir os testes com velocidades de 0,5 a 3,0 mm/s. Além disso, avaliou-se a deposição em dupla camada, que apresentou uma melhora na uniformidade. A velocidade de emersão de 3,0 mm/s destacou-se como a mais promissora.

A falta de uniformidade nos filmes nos mostrou que a concentração utilizada ainda estava baixa, por isso decidiu-se aumentar a concentração para 5% e 10%. Os testes iniciaram em 10%, utilizando as mesmas velocidades de retirada. Todas apresentaram uniformidade satisfatória; entretanto, o melhor ângulo de contato obtido foi com a velocidade de 1,5 mm/s, alcançando o valor característico de uma superfície super-hidrofóbica (153,120°). Dessa forma, não houve necessidade de testar a concentração intermediária de 5%. A Tabela 1 apresenta

os resultados em relação a concentração, camadas de deposição, velocidade média de retirada, ângulo de contato médio e erro médio.

Tabela 1: Resultados de alguns dos parâmetros de deposição testados para o surfactante *Dynasylan SC Concentrated*.

Concentração (%)	Velocidade de retirada (mm/s)	Camadas	Ângulo de contato médio (°)	Erro (±)
2	3	1	129,290	1,89
2	3	2	139,730	0,25
10	1.5	1	153,120	1,02

Fonte: Elaborado pelo autor.

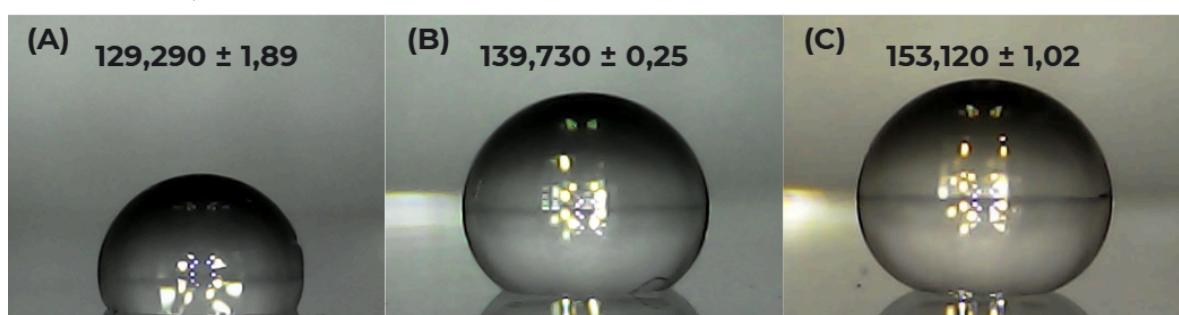
As medidas de molhabilidade estática foram realizadas no equipamento artesanal de caracterização construído no Grupo de Crescimento de Cristais Avançados e Fotônica (CCAF). As análises ocorreram após a remoção das amostras do forno Mufla, onde receberam tratamento térmico à 300°C, e posterior resfriamento, com o objetivo de aferir o ângulo de contato e, assim, avaliar o sucesso da sistematização da deposição do surfactante.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As condições descritas por SCHIAVON (2023) não puderam ser diretamente aplicadas no que se refere à etapa da funcionalização, uma vez que, no presente estudo, foi utilizado um surfactante distinto. Dessa forma, tornou-se necessária a sistematização de novos parâmetros de deposição para adequar o processo à nova solução empregada.

As primeiras tentativas com baixas concentrações (0,5% e 0,75%) resultaram em filmes pouco uniformes e com ângulos de contato reduzidos, insuficientes para caracterização como superfícies super-hidrofóbicas. A utilização de dupla camada chegou a apresentar reproduzibilidade, mas demonstrou baixa resistência mecânica, insuficiente para viabilizar boas medidas e confirmando que não eram os parâmetros adequados.

Figura 1: (A) Filme depositado com solução de concentração 2%, retirada de 3 mm/s em 1 camada. (B) Filme depositado com solução de concentração 2%, retirada de 3 mm/s em 2 camadas. (C) Filme depositado com concentração de 10%, retirada de 1,5 mm/s em uma camada.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O avanço mais significativo foi obtido ao ampliar o intervalo de concentrações, passando diretamente de 2% para 10%, como ilustra a Figura 1. Nessa condição, associada à velocidade de retirada de 1,5 mm/s, obtiveram-se filmes uniformes, com ângulo de contato superior a 150°, confirmando a super-hidrofobicidade da superfície, pelo critério estático. A otimização realizada neste trabalho demonstra que, mesmo com a alteração do surfactante, foi possível atingir a condição super-hidrofóbica por meio do ajuste sistemático da concentração e da velocidade de retirada.

4. CONCLUSÕES

A sistematização dos parâmetros de deposição mostrou-se essencial para a obtenção de superfícies super-hidrofóbicas de alumina com o surfactante Dynasylan SC Concentrate. A condição ótima foi alcançada com concentração de 10% e velocidade de retirada de 1,5 mm/s, resultando em filmes homogêneos e ângulos de contato superiores a 150°. Esse resultado evidencia a importância do ajuste entre concentração e parâmetros de deposição para garantir reprodutibilidade e eficiência do processo. Agradecemos à empresa Evonik pela doação do surfactante utilizado neste estudo.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CASSIE, A.; BAXTER, S. Wettability of porous surfaces. **Transactions of the Faraday Society, Royal Society of Chemistry**, v. 40, p. 546–551, 1944.

GENNES, P.-G. D.; BROCHARD-WYART, F.; QUÉRÉ, D. **Capillarity and wetting phenomena: drops, bubbles, pearls, waves.** [S.I.]: Springer Science & Business Media, 2013.

ZHANG, L. et al. **Recent advances in the mechanical and tribological properties of fluorine-containing dlc films.** RSC Advances, Royal Society of Chemistry, v. 5, n. 13, p. 9635–9649, 2015.

SCHIAVON, C. S. **Estudo Sobre a Influência da Topografia na Estática e Dinâmica da Molhabilidade de Superfícies Hidrofóbicas e Superhidrofóbicas.** 2023. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2023.

CHOUDHURY, S. et al. Recent trends and applications of sol-gel derived nanomaterials: a review. **International Engineering Research Journal (IERJ)**, v. 6, n. 4, p. 198–204, 2021.

MYERS, D. **Surfactant science and technology.** [S.I.]: John Wiley & Sons, 2020.

CARVALHO, R. D. et al. **High-performance Al₂O₃ sol–gel films: Improving solar cell efficiency through antireflective and superhydrophobic properties.** *Applied Surface Science*, v. 702, p. 163259, 2025.