

Caracterização de látex contendo compostos de coordenação de íons lantanídeos por microscopia ambiental e tomografia de elétrons

Viviane de A. Cardoso¹ (PQ), Severino Alves-Jr² (PQ), Eduardo P. Hernandez³ (PQ) e André Galembeck^{*2,3} (PQ). andre@ufpe.br

¹Departamento de Química, UFRR – Campus do Paricana, CEP 69304-000, Boa Vista, RR, Brasil.

¹Departamento de Química Fundamental - CCEN, UFPE, CEP 50670-901, Recife, PE, Brasil.

²Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste, Av. Prof. Luiz Freire, 01, CDU, CEP 50670-901, Recife, PE, Brasil.

Palavras Chave: látex, poliestireno, tomografia de elétrons, microscopia ambiental.

Introdução

A incorporação de compostos de coordenação de íons lantanídeos em látex possibilita a obtenção de materiais luminescentes para dispositivos emissores de luz ou fluoroimunoensaios. Esses materiais apresentam estrutura hierárquica em três níveis nas quais o íon lantanídeo emissor está coordenado a ligantes que absorvem luz UV e que, a seu turno, são inseridos em partículas de látex. A funcionalidade de cada componente e suas interações determinam as propriedades resultantes. Neste trabalho, complexos de coordenação de íons lantanídeos do tipo $\text{Eu}(\text{btfa})_3\cdot\text{L}$ (btfa: 4,4,4-trifluoro-1-fenil-1,3-butanodiona e; L: H_2O , fenantrolina, bipyridina) foram incorporados em látex de poli(hidróxi-etil-metacrilato-co-estireno) P(S-HEMA) sintetizados por polimerização em emulsão livre de surfactante, a 70-80°C, sob fluxo de nitrogênio.

Resultados e Discussão

O latex de PS-HEMA apresenta morfologia esférica do tipo “framboesa”. A adição de $\text{Ln}(\text{btfa})_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ao látex causa alterações na morfologia com a ocorrência de indentações, a depender do tipo e quantidade do complexo adicionado.

A incorporação dos complexos no látex foi confirmada utilizando microscopia eletrônica de transmissão (TEM), pela técnica de EELS (*electron energy loss spectroscopy*), onde o mapeamento de európio mostra distribuição homogênea deste elemento nas partículas, que apresentam não-homogeneidades na densidade do co-polímero, por EFTEM (*energy filtered TEM*), em 80 kV.

A MEV em modo ambiental permite investigar a secagem do látex, acompanhando a evaporação da água, como apresentado na Figura 1. As imagens foram obtidas com intervalo de 4 minutos e mostram que, mesmo quando o filme ainda apresenta água nos interstícios entre as partículas (azul) e um menisco pode ser observado em uma trinca do filme (vermelho), já se observam indentações nas partículas (*inset*, amarelo) mostrando que estas não resultam do processamento das amostras para a análise de MEV.

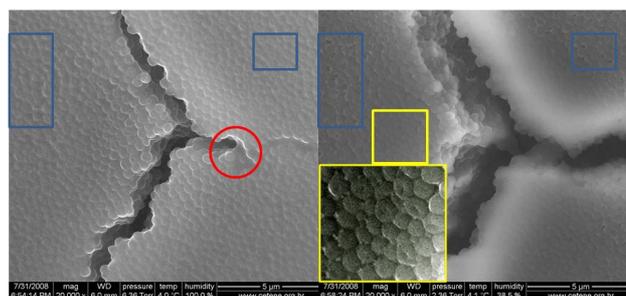
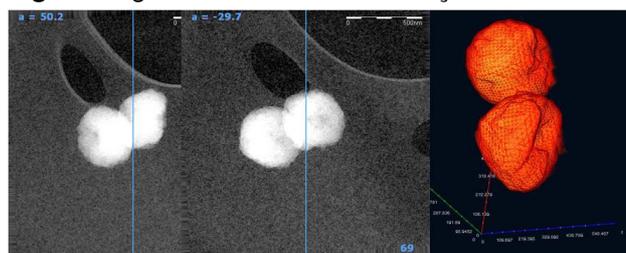


Fig. 1. MEV em modo ambiental de secagem de látex.

A Fig. 2 mostra imagens de microscopia eletrônica de transmissão (TEM) adquiridas para a obtenção de tomografia de elétrons. A amostra é inclinada de -70 a +70°, em intervalos de 10° e possibilitam a reconstrução das partículas em 3D.

Após a reconstrução as amostras podem ser analisadas em camadas nos planos xy, yz ou xz, que possibilitaram visualizar a existência de mais de uma indentação nas partículas. Este resultado é corroborado por imagens obtidas em cortes das amostras por ultramicrotomo.

Fig.2. Imagens de TEM com inclinação 50° e -30° e



reconstrução 3D de látex de P(S-HEMA).

Conclusões

Um panorama completo da morfologia das partículas foi possível pela utilização de técnicas complementares de microscopia eletrônica: MEV em modo ambiental, EELS, EFTEM e tomografia de elétrons.

Agradecimentos

PROCAD/CAPES, Laboratório Multiusuário de Nanotecnologia – CETENE.