

# DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE ESTÁGIO A QUENTE PARA ANÁLISE DE MICROESTRUTURA DE POLÍMEROS SEMICRISTALINOS

Vitor Alves da Cruz<sup>1</sup>, Patrícia Shmid Calvão <sup>2</sup>  
<sup>1,2</sup> Centro Universitário FEI  
vitoralves\_12@hotmail.com; patycalvao@fei.edu.br

**Resumo:** Este projeto tem como objetivo o desenvolvimento de um sistema de estágio a quente que será acoplado a um microscópio de luz polarizada já disponível no Centro Universitário FEI. Esse sistema será responsável por controlar a temperatura de amostras em trabalhos posteriores de caracterização da microestrutura cristalina de polímeros. O projeto final foi simulado para se obter as taxas de resfriamento que serão utilizadas na comparação com outros dispositivos já existentes.

## 1. Introdução

Polímeros são materiais formados pela repetição de pequenas unidades (meros) que se repetem sucessivamente formando cadeias longas, ou macromoléculas. O termo mero origina-se da palavra grega meros, que significa “parte”, logo o termo polímero foi criado para significar “muitos meros”[1]. A estrutura do estado sólido em polímeros depende no modo como as cadeias moleculares estão empacotadas formando a massa sólida. Este empacotamento pode ser desordenado formando a fase amorfa ou ordenado, regular e repetitivo: definindo a fase cristalina. Assim, a cristalinidade em polímeros consiste no alinhamento de segmentos de cadeias em um arranjo tridimensionalmente perfeito[2].

A morfologia de um polímero encontra-se na escala microscópica e pode ser caracterizada por quatro técnicas principais. As metodologias optico-microscópicas mais importantes são: Microscopia Óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Microscopia de Força Atômica (AFM)[2].

Dispositivos de hot stage fazem parte de um método poderoso que é amplamente utilizado para examinar visualmente todos os tipos de transições térmicas quando a amostra é aquecida ou resfriada.

Quando um polímero cristalizável fundido é resfriado, a cristalização se inicia em núcleos individuais e se desenvolve radialmente, formando os esferulitos. Esse processo pode ser visto através da Microscopia Óptica e necessita de um controle térmico proporcionado pelo estágio a quente acoplado no mesmo.

O objetivo do projeto é desenvolver um dispositivo hot stage que será acoplado à um microscópio de luz polarizada já existente no Centro Universitário FEI.

## 2. Metodologia

O primeiro passo para a realização do projeto foi o estudo de dispositivos de estágio a quente para polímeros, já desenvolvidos e publicados na literatura. A partir do estudo desses trabalhos, foram

usadas referências em relação ao modo de controle de temperatura (aquecimento e resfriamento) e também algumas taxas de resfriamento que funcionaram como parâmetros do projeto.

Uma das intersecções em projetos de estágio a quente é a utilização de um fluido refrigerante o qual é muito difícil de ser controlado. Como alternativa a esse fator foi designada a pastilha Peltier para atuar na área de resfriamento da amostra. Módulos Peltier, também conhecidos como pastilhas termoelétricas, são pequenas unidades de que utilizam tecnologia de matéria condensada para operarem como bombas de calor. Esses módulos são essencialmente um sanduíche de placas cerâmicas recheado com pequenos cubos de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ . Sua operação é baseada no “Efeito Peltier”, que foi descoberto em 1834. Quando uma corrente é aplicada, o calor move de um lado ao outro.

Para realizar o estudo dos materiais mais adequados para cada componente do projeto foi utilizado o software CES Edupack 2019.

O desenho, modelamento e montagens foram realizadas através do software de CAD Siemens NX. Com eles as simulações e modelamentos teóricos seriam os passos seguintes.

O conceito envolvido na modelagem teórica e na simulação é o método dos elementos finitos (MEF). Esse método é um procedimento numérico para determinar soluções aproximadas de problemas de valores sobre o contorno de equações diferenciais. O MEF subdivide o domínio de um problema em partes menores e é a base do programa de simulação utilizado: Ansys Discovery AIM

## 3. Resultados

Serão necessários materiais de alta condutibilidade e, para algumas situações, materiais com transparência. O uso de prata e ouro não é viável para o projeto pois estes são metais muito caros. Poderia-se neste caso, utilizar o cobre ou o alumínio.

A outra definição de material diz respeito a transparência, uma vez que a aplicação deste será para compor os assentamentos da amostra. O material que possui as propriedades ópticas e de condução desejadas, e que foi escolhido para a aplicação foi o quartzo fundido. Extraiu-se da base de dados do programa os valores de coeficiente de condutividade de cada material, sendo que o do cobre foi de 389 W/mK; o do quartzo fundido foi de 1,5 W/mK e os dos polímeros em geral são de 0,3 W/mK.

A figura 1 apresenta as vistas do dispositivo montado com seus devidos componentes. A amostra (azul) será posicionada em seu centro, onde também ocorrerá o aquecimento, e as pastilhas Peltier podem ser vistas em branco (responsáveis pelo resfriamento da amostra).

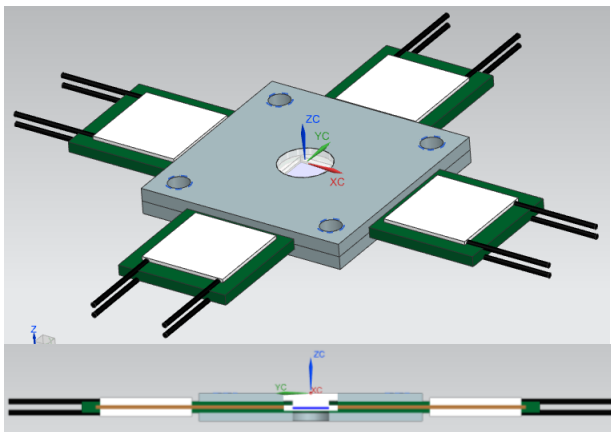


Figura 1 – Vistas do projeto do estágio a quente

As simulações por MEF foram feitas para: definir a distribuição de temperaturas do sistema e da amostra, a variação de temperatura no centro da amostra ao longo do tempo e sua taxa de variação em função do calor, tanto para o aquecimento quanto para o processo de resfriamento. A figura 2 mostra um exemplo dos resultados dessas simulações.

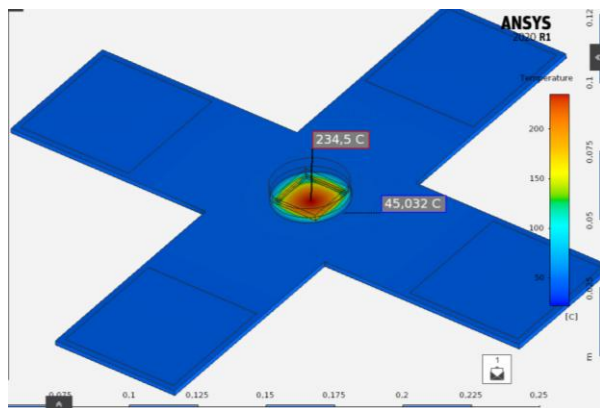


Figura 2 – Simulação por elementos finitos

Os gráficos da figura 3 apresentam as duas análises distintas já realizadas, o primeiro com a temperatura em função do tempo e o segundo com a taxa de variação da temperatura em função da quantidade de calor absorvida pela Peltier.

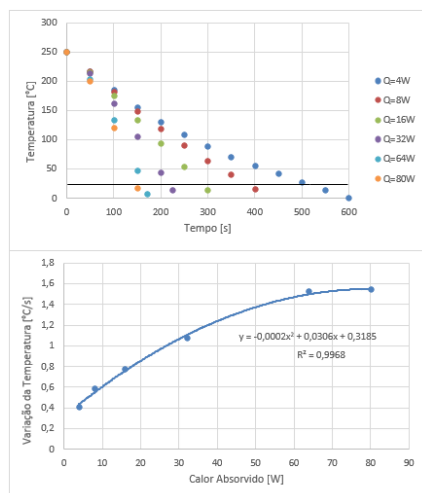


Figura 3 - Análise da distribuição da temperatura

A máxima taxa de variação da temperatura para o resfriamento que o dispositivo consegue alcançar é 1,57°C/s, fazendo com que ele consiga disputar com o hot-stage de Boyer (mínimo de 0,83°C/s) [3].

A segunda análise mostra uma função que correlaciona os dois fatores sendo possível assim estimar de maneira mais precisa a quantidade de calor que deve ser absorvida pela Peltier para obter-se uma dada variação de temperatura para o resfriamento.

#### 4. Conclusões

O presente trabalho visou o desenvolvimento de um sistema de estágio a quente para ser acoplado à um microscópio óptico de luz transmitida. Para tanto, alguns modelos foram estudados e avaliados, e um projeto desse sistema foi desenvolvido.

O dispositivo foi projetado utilizando-se células termoelétricas Peltier. Foi feito um estudo dos materiais mais adequados para a construção das placas de aquecimento (cobre ou alumínio) e da janela por onde passará a luz (quartzo). Ao final, foram realizadas simulações para definir a distribuição de temperaturas do sistema e da amostra, a variação de temperatura no centro da amostra ao longo do tempo e sua taxa de variação em função do calor.

Em termos de configuração do dispositivo, o projeto carrega uma grande carga de inovação por não utilizar fluxos refrigerantes os quais são difíceis de controlar.

#### 5. Referências

- [1] CALLISTER, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 5. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. cap. 19, p. 415-448.
- [2] CANEVAROLO Jr., Sebastião V. Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros. 2. ed. São Paulo: Artliber Editora, 2006.
- [3] BOYER, S.a.e; HAUDIN, J.-m. Crystallization of polymers at constant and high cooling rates: A new hot-stage microscopy set-up. Elsevier, Sophia Antipolis, 4 fev. 2010.

#### Agradecimentos

A Profa. Dra. Patricia Calvão, por toda paciência, apoio e conteúdo adquirido neste projeto. Ao Prof. Dr. Rodrigo Bernardello por ter impulsionado o projeto com a ideia central da pastilha. Ao Centro Universitário FEI, pelo apoio financeiro e toda infraestrutura disponibilizada.

<sup>1</sup> Aluno de Iniciação Científica do Centro Universitário FEI. Projeto finalizado em julho de 2020.