



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102014005348-4 A2

(22) Data do Depósito: 07/03/2014

(43) Data da Publicação: 10/04/2018



* B R 1 0 2 0 1 4 0 0 5 3 4 8 A

(54) Título: PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS UTILIZANDO NANOPARTÍCULAS FUNCIONALIZADAS

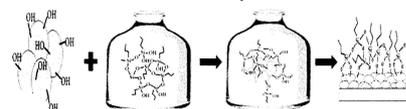
(51) Int. Cl.: B01J 19/00; B01J 20/28; C09D 127/12; D01D 5/00; B81B 1/00; (...)

(52) CPC: B01J 19/00, B01J 20/28, C09D 127/12, D01D 5/00, B81B 1/00, B81C 1/00, C07F 7/08, C07F 7/28, D01D 5/0007

(73) Titular(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

(72) Inventor(es): DANIEL EDUARDO WEIBEL; RAJAJEYAGANTHAN RAMANATHAN

(57) Resumo: PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS UTILIZANDO NANOPARTÍCULAS FUNCIONALIZADAS. O presente invento consiste num processo para produzir superfícies repelentes à água utilizando nanopartículas funcionalizadas, permitindo que as gotas de água rolem e propiciem a auto-limpeza da superfície, além disso, o presente invento permite também controlar o grau de auto-limpeza, mantendo as condições superhidrofóbicas da superfície.



PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS UTILIZANDO
NANOPARTÍCULAS FUNCIONALIZADAS

Campo da invenção

001 O presente invento consiste num processo para produzir superfícies repelentes à água, permitindo assim que as gotas de água rolem e propiciem a auto-limpeza da superfície, além disso, o presente invento permite também controlar o grau de auto-limpeza, mantendo as condições superhidrofóbicas da superfície.

Estado da técnica

002 As tecnologias geralmente utilizadas para conferir propriedades hidrofóbicas, superhidrofóbicas, anticorrosivas, etc. a diversos materiais utilizam basicamente duas metodologias:

- a) Cromado, amplamente utilizado no caso dos metais, esse processo vem sendo evitado em função da sua toxicidade e natureza cancerígena do Cr (VI);
- b) Tratamento com compostos químicos que combinam varias camadas de compostos organometálicos dando ao material uma reatividade química baixa ou extremamente baixa (no caso de utilizar flúor), baixo coeficiente de atrito e impermeabilidade, essa metodologia de amplo uso para produzir superfícies com baixa energia livre em painéis, frigideiras e diversos utensílios da vida diária baseia-se em gerar uma camada externa fluorada que dá proteção ao material metálico. Uma fina camada de um ou vários compostos químicos ligados covalentemente ao metal dá aos materiais propriedades que impedem a adesão de uma ampla gama de compostos químicos com a superfície de uma panela funcionalizada, por exemplo, inclusive a temperaturas suficientemente altas para cozinhar os alimentos. Nesses casos, a superfície do metal é funcionalizada com um material composto de multicamadas baseadas em um fluoropolímero. O mais comumente utilizado é o

Politetrafluoretileno (PTFE). Para conseguir o resultado que é possível ver nesses produtos comerciais, o composto final é aplicado em três etapas [M. Q. Zhang, K. Friedrich, K. Batar, P. Thomas, Abrasive wear mechanisms of fluoropolymer based composite coatings on aluminum substrates, *Wear*, 200 (1996) 122.]: uma primeira (primer) que maximiza a adesão e resistência mecânica, minimizando simultaneamente a porosidade; uma camada intermediária que deve maximizar tanto a adesão entre as camadas inferior e superior, como manter elasticidade e capacidade de recuperação mecânica; e finalmente a camada superior deve ter propriedades anti-aderentes e simultaneamente estar ligada à camada intermediária.

003 Comercialmente, esses tipos de recobrimentos de multicamadas estão compostos por uma mistura (blend) de PTFE, um copolímero fluorado propileno-etileno ou uma resina perfluoro alcóxida. Em alguns casos, adicionam-se partículas inorgânicas que conferem resistência mecânica ao filme.

004 Esse processo também gera subprodutos de alta toxicidade e/ou utilizam processos sequenciais de funcionalização de maior complexidade utilizando formulações químicas muito específicas e conhecidas somente por poucas empresas químicas.

005 Um dos aspectos mais relevantes no que se refere ao comportamento de superfícies superhidrofóbicas é a facilidade de deslizamento das gotas de água. Tal característica é quantificada pela histerese angular, que é definida como sendo a diferença entre o ângulo de avanço e o ângulo de recesso da gota na iminência desta rolar sobre a superfície inclinada.

006 Existem sistemas naturais com propriedades de molhabilidade diferenciadas, os quais têm servido de inspiração para o desenvolvimento de análogos artificiais. O exemplo mais famoso é a folha da planta de Lotus (*Nelumbo Nucifera*). Esta folha apresenta um comportamento superhidrofóbico onde as gotas de água rolam facilmente carregando impurezas depositadas

sobre a superfície, originando assim um efeito auto-limpante. W. Barthlott, C. Neinhuis, *Planta* 1997 (202), 1-8 realizaram um estudo estrutural da superfície da folha, mostrando que esta apresenta uma microtextura revestida com nanocristais de uma cera hidrofóbica. Assim sendo, o fenômeno da superhidrofobicidade envolve a conjugação de um fator químico (uma baixa energia livre de superfície) e de um fator físico, associado a uma dada textura da superfície.

007 Apesar dos estudos dos sistemas de alta hidrofobicidade ter se intensificado a partir do final da década de 90, só recentemente tem-se feito um estudo mais aprofundado do papel da nanoestrutura na superhidrofobicidade, dada a vasta evidência do papel crucial da rugosidade neste fenômeno. Devido a dificuldades experimentais de produção controlada de superfícies com nanopadrões, a investigação do fator nano na molhabilidade tem-se revelado um desafio.

008 Em um recente trabalho, B. Bhushan, K. Koch, Y. C. Jung, *Soft Matter*, 2008 (4), 1799-1804 criaram superfícies com um micropadrão de rugosidade replicadas a partir de um molde, sob as quais se depositou nanocristais de n-hexatriacontano ($C_{36}H_{74}$) a partir da técnica PVD (physical vapor deposition). Experimentos feitos por Z. J. Cheng, J. Gao and L. Jiang, *Langmuir* 2010 (26), 8233-8238, mostraram a viabilidade do emprego desta técnica de deposição na obtenção de filmes hidrofóbicos usando este hidrocarboneto de cadeia longa. Mediante o controle das condições de deposição, é possível obter nanocristais com diferentes densidades de empacotamento, o que afeta a superhidrofobicidade resultante. Bhushan verificou que as superfícies que apresentavam somente um padrão de rugosidade micrométrico (sem deposição de n-hexatriacontano) exibiam um ângulo de contato estático de 154° . Entretanto, a histerese angular se revelou alta, na faixa de 36° , bem como o ângulo de inclinação para a rolagem da gota, que foi de 51° . As superfícies microestruturadas que foram recobertas com diferentes densidades de nanocristais de n-hexatriacontano (0,12 , 0,2 e 0,4 $\mu\text{g}/\text{mm}^2$) mostraram uma

melhoria dos parâmetros medidos. O melhor resultado obtido foi com a superfície recoberta com uma densidade de $0,2 \mu\text{g}/\text{mm}^2$, exibindo um ângulo de contato estático de 169° e uma histerese angular de 2° .

009 A patente WO 2005/021843 relata o uso do processo de eletrospray envolvendo uma composição com silano perfluorado de base polimérica. Após o processo de deposição por eletrospray, o filme depositado é submetido a um aquecimento para formação de ligações cruzadas e conseqüente reticulação do polímero. Já a patente WO 2008/066828 explora o uso de uma técnica de deposição de uma camada hidrofóbica sobre uma superfície na qual se utiliza um fluido supercrítico. Um soluto hidrofóbico (o qual pode englobar ceras, substâncias contendo longas cadeias hidrocarbônicas saturadas, polímeros como polietileno e mesmo polímeros perfluorados) é solubilizado em fluido supercrítico sob alta pressão. Em uma câmara de despressurização, a solução é injetada de forma que o fluido vaporize rapidamente precipitando as partículas de soluto sobre a superfície a ser modificada. O espaço de possibilidades a ser explorado no desenvolvimento de técnicas de produção de superfícies superhidrofóbicas é muito amplo, dados os vários métodos de modificação de superfícies descritos na literatura.

010 Em relação à funcionalização de nanopartículas para recobrimentos hidrofóbicos somente uma patente 5,565,591; USA, 1996 utiliza compostos siliconados para uma aplicação hidrofóbica. Nesta patente são utilizados compostos alcooxi-siliconados para obter o TiO_2 hidrofóbico. Os autores mencionam que somente um pequeno conjunto destes compostos são eficientes para funcionalizar o TiO_2 . Na patente 5,562,897; USA, 1996 os mesmos autores utilizam seu processo de funcionalização do TiO_2 numa aplicação de proteção solar da pele dos raios ultravioletas. Já nas patentes: 7,338,995 B2, US, 2008; 6,616,746 B2, US, 2003 e 6,455,158 B1 US, 2002 são utilizados diferentes formulações combinando copolímeros, alcooxisilanos ou alquilsilanos para funcionalizar pigmentos brancos (nanopartículas) de TiO_2 . O foco destas aplicações é melhorar as propriedades óticas dos filmes

produzidos pelas funcionalizações dos pigmentos, assim como adicionar cor às superfícies dos produtos finais tratados.

011 A patente WO 01/07680 relata o uso de uma solução aquosa contendo silano, ácido bórico, ácido fosfórico, entre outros aditivos, para o tratamento anticorrosivo de substratos metálicos. A patente US 5292549 descreve o uso de uma solução para depositar um filme de silano sobre o aço, evitando ferrugem.

012 A patente US 2005/058843 emprega uma formulação baseada em silanos hidrolisados. Os compostos base são o vinil-silano e amino-silanos. O uso de solventes orgânicos é previsto nesta formulação, podendo-se citar o metanol, o etanol, o propanol e o isopropanol. Estes constituintes entram como agentes para melhorar a solubilidade dos silanos e aumentar a estabilidade da solução.

013 Os tratamentos baseados na deposição de filmes de silanos estão sendo alvo de muitos estudos. Variadas formulações são contempladas, tendo aplicabilidade a uma ampla gama de substratos. Deve-se ressaltar que o foco desses estudos que utilizam elaboradas formulações de silanos é a proteção anti-corrosiva, sendo o aspecto do comportamento hidrofóbico correntemente desconsiderado.

014 Existem varias patentes baseadas em propriedades auto-limpantes, tais como: US2010204037, SI 22807 (A) - 31/12/2009, CN 101440255 (A) - 27/05/2009, CN 101412892 (A)- 22/04/2009, WO 2008020014 (A1) - 21/02/2008 e KR 20020091604 (A) - 06/12/2002. Todas estas patentes baseiam se em processos auto-limpantes via fotólise incluindo também algumas delas, propriedades para produzir superfícies antibacterianas. Todas essas patentes que utilizam o TiO₂ aproveitam a alta atividade fotocatalítica de sua superfície para degradar contaminantes adsorvidos que posteriormente serão eliminados pela água da chuva. Nestes casos a superfície do TiO₂ tem propriedades hidrofílicas e superhidrofílicas, ou seja que a água molha

completamente a superfície. Primeiro os contaminantes são degradados e logo a superfície é limpa pela água que dissolverá os resíduos menores.

Sumário da Invenção

015 O presente invento consiste num processo para produzir superfícies repelentes à água, denominadas de superhidrofóbicas. Estas superfícies, devido a baixa molhabilidade, permitem que as gotas de água rolem e propiciem a auto-limpeza da superfície. O presente invento permite também controlar o grau de auto-limpeza, denominada histereses mantendo as condições superhidrofóbicas da superfície.

Descrição das Figuras

016 Figura 1: Apresenta esquema do procedimento experimental para produzir uma superfície superhidrofóbica utilizando nanopartículas de TiO_2 funcionalizadas com compostos de silano, com a seguinte sequência:

- a. Nanopartículas de TiO_2
- b. Solução de Silano
- c. Agitação magnética
- d. Espalhamento sobre a superfície a $\sim 100^\circ\text{C}$

017 Figura 2: Apresenta Imagens típicas de microscopia eletrônica de varredura de uma superfície de vidro tratada conforme o procedimento descrito anteriormente. O aumento na magnificação se dá de esquerda a direita.

018 Figura 3: Espectro XPS do sinal de O 1s para TiO_2 sem funcionalizar e funcionalizados com silano em xileno (XTMPSi) e água (ATMPSi).

Descrição do Anexo

019 Anexo 1: Apresenta gota de $\sim 5 \mu\text{L}$ de água deionizada sobre uma superfície tratada de vidro com o procedimento descrito na secção do detalhamento do invento.

Descrição Detalhada da Invenção

020 A produção da superfície superhidrofóbica envolve basicamente duas etapas:

I) Uma primeira etapa que consiste da mistura de um composto silano diluído num solvente adequado com as nanopartículas de dióxido de titânio (TiO_2).

II) Na segunda etapa a dispersão anterior é espalhada na superfície a tratar (vidro, metal, polímero, etc.) seguida de uma cura a temperaturas moderadas para permitir a condensação de grupos hidroxilas e polimerização.

021 As ligações covalentes resultantes das reações químicas anteriores dão aos materiais assim tratados, propriedades superficiais físicas e químicas diferentes dos materiais iniciais. Modificações superficiais gerando hidrofobicidade, dureza ou concentração superficial de determinados grupos funcionais, por exemplo, podem ser facilmente obtidas dependendo das condições experimentais utilizadas. O molhamento de uma superfície sólida por um líquido é de óbvia importância em numerosas aplicações cotidianas, tais como pintura, coloração de tecidos, recobrimento anti-corrosivos em metais, recobrimento de vidros, lubrificação, tratamento de plantas, cosméticos, biotecnologia, etc. Na maioria dos casos o recobrimento do material tem que ser permanente e então deve ser pelo menos estabelecida uma ligação química entre uma espécie química do recobrimento e a superfície do material. Neste sentido, o procedimento descrito na presente invenção, satisfaz esta condição pela implementação da ligação covalente entre as interfaces. Nos casos de converter superfícies poliméricas hidrofóbicas a superhidrofóbicas, um tratamento prévio convencional para aumentar a molhabilidade da superfície polimérica pode ser necessário antes do tratamento descrito na presente invenção.

022 A nanotecnologia continua e continuará em forte expansão o que estimula o desenvolvimento de novas metodologias de produção. A combinação de micro-nano fabricação com funcionalização superficial será num futuro próximo necessária em muitas aplicações no dia a dia. A presente invenção pode ser aplicada em processos industriais facilmente e com grande diversidade de materiais: metálicos, óxidos semicondutores, polímeros, etc. O método descrito é extremadamente simples e utiliza nanopartículas de óxido de titânio de amplo uso industrial, baixo custo e ambientalmente corretas. O óxido de titânio tem propriedades adicionais devido a suas características fotoquímicas bem conhecidas, mas a presente invenção não está limitada a este material senão pelo contrario para todo tipo de nanopartículas, nanotubos, nanofibras, etc. que podem ser funcionalizadas com silanos.

023 O procedimento a seguir, corresponde a uma incorporação preferida do invento, entretanto, a presente invenção não está restrita a este metal e é somente um exemplo ilustrativo do procedimento detalhado da invenção. O processo de modificação superficial consiste basicamente das seguintes etapas:

- 1) Soluções diluídas de compostos de silano são preparadas utilizando diferentes solvente polares ou apolares ou mistura dos mesmos, como por exemplo, água, álcool, tolueno, xileno, etc. O controle na concentração da mistura permite controlar o grau de histerese final obtido na superfície tratada;
- 2) As nanopartículas de TiO_2 são misturadas com as soluções preparadas de compostos de silano formando uma solução coloidal que é mantida em agitação magnética por alguns minutos.
- 3) Finalmente, a mistura anterior (2) é espalhada sobre a superfície a tratar e o material é colocado num forno em atmosfera de ar para aumentar a velocidade das reações de condensação.

4) O material é retirado do forno apresentando imediatamente propriedades superhidrofóbicas e auto-limpantes permanentes.

024 O exemplo que é descrito a seguir, é somente ilustrativo do processo utilizado e o invento não está limitado, por motivo algum, a esse tipo de exemplo. Ao contrário, o processo pode ser aplicado a uma grande diversidade de materiais: metálicos, semicondutores, poliméricos, vidros, cerâmicos, filmes finos, biomateriais, etc.

025 Neste exemplo, nanopartículas de TiO_2 foram modificadas pelo tratamento descrito acima obtendo um resultado final de superhidrofobicidade (ângulo de contato > 150 graus). Dependendo do solvente utilizado as superfícies superhidrofóbicas podem apresentar condições de baixa histerese angular (< 10 graus) permitindo que as gotas de água rolassem e propiciem a auto-limpeza da superfície ou alta histerese (28 graus). São apresentados, a seguir, os resultados experimentais que mostram a evolução das distintas etapas do tratamento.

026 Podemos observar na figura 1 um procedimento experimental para produzir uma superfície superhidrofóbica utilizando nanopartículas de TiO_2 funcionalizadas com compostos de silano.

027 As nanopartículas de TiO_2 , nas condições mostradas na Fig. 1, apresentam comportamento hidrofílico devido à alta energia livre na superfície. Com o objetivo de aumentar a hidrofobicidade e diminuir sua energia livre da superfície, efetuou-se o tratamento com Trimetil-propil silano (TMPSi), explicado na seção correspondente.

028 Dependendo dos solventes utilizados e concentrações na mistura final as superfícies apresentam diferentes histereses a pesar de ser sempre superhidrofóbicas. Por exemplo, se 20 mL de uma mistura de água/álcool/TMPSi (90/5/5, v/v/v) é colocada em agitação com 0,3 g de nanopartículas de TiO_2 (AEROXIDE® TiO_2 P 25, Evonik Degussa Corporation) por

alguns minutos e posteriormente colocada num forno a $\sim 100^{\circ}\text{C}$ por uma hora, o resultado é uma superfície superhidrofóbica com uma histerese de 28 graus. Pelo contrário se a água é eliminada e 0,3 g de nanopartículas de TiO_2 são misturadas com uma solução de xileno/TMPSi (95/5, v/v) a histerese diminui atingindo novamente condições de superhidrofobicidade, mas também a condição auto-limpante com histerese menores a 10 graus. Os resultados são sumarizados na Tabela 1 e o Anexo 1 apresenta uma típica imagem de uma gota de água (de $\sim 5 \mu\text{L}$ de água deionizada) sobre uma superfície de vidro funcionalizada com o procedimento anteriormente descrito.

Mistura	Ângulo de contato (graus)	Histerese (graus)
ATMPSi	159 ± 2	28
XTMPSi	160 ± 2	< 10

029 Tabela 1. Ângulo de contato e histerese medidos para misturas de nanopartículas de TiO_2 em dois solventes diferentes: ATMPSi (água/álcool/TMPSi; 90/5/5, v/v/v) e XTMPSi (xileno/TMPSi; 95/5, v/v)

030 A superhidrofobicidade obtida pode ser entendida pela presença de um composto de baixa energia livre como o TMPSi somado à obtenção de uma micro-nano estrutura superficial. A combinação destes dois componentes, o químico e o morfológico, é a condição para obter superfícies superhidrofóbicas auto-limpantes. Isso é evidenciado nas imagens de microscopia eletrônica de varredura (SEM) apresentadas na Figura 2. Na figura 2 à direita é possível observar a presença das nanopartículas agregadas com formação de “clusters” ou isoladas dando o componente nanoestrutural sobre uma estrutura maior micrométrica (ver figura 2 à esquerda).

031 Além de se ter alcançado a superhidrofobicidade no sentido estático nos dois tipos de tratamento apresentados, também se alcançou a característica de superhidrofobicidade no sentido dinâmico, observando-se uma baixíssima

histerese angular que foi avaliada de forma qualitativa, observando-se que para um ângulo de inclinação do substrato superior a 5-9° a gota deslocava facilmente pela superfície. Esta baixa histerese foi obtida utilizando o método com solução base de xileno (XTMPSi). Esse resultado pode ser compreendido devido à presença de grupos OH que ficam na superfície sim ser funcionalizados pelo silano quando se utiliza o meio aquoso. A figura 3 apresenta espectros de XPS (Espectroscopia de fotoelétrons) de três amostras: TiO₂ P25 sem tratamento, e filmes de vidro tratados com os dois tipos de solventes ATMPSi e XTMPSi. Como pode ser observado na Figura 3 quando se utiliza um solvente com base de água (ATMPSi) a concentração de OH superficial (Ti-OH) apresenta um componente altamente significativo no espectro de XPS do sinal do O 1s sendo maior inclusive que o TiO₂ sem tratamento. A interação da gota de água com essas regiões hidrofílicas num ambiente superhidrofóbico evita que a gota role a baixos ângulos. Pelo contrario quando a água não está presente (XTMPSi) a concentração superficial de Ti-OH está fortemente diminuída e a condição auto-limpante é obtida. A Tabela 2 apresenta as concentrações relativas calculadas dos ajustes da Figura 3. Controlando a porcentagem de água numa determinada solução é possível controlar o componente de histerese superficial obtido que pode ser desejável para uma possível aplicação.

Elemento	O-Ti (%)	Ti-OH (%)	Ti-O-Si (%)
TiO ₂	55.9	29.1	15.0
ATMPSi	48.9	36.7	14.3
XTMPSi	64.9	19.4	15.7

032 Tabela 2. Quantificação das espécies superficiais que contribuem ao sinal do O 1s em filmes de TiO₂ P25, ATMPSi e XTMPSi.

033 O presente invento permite modificar permanentemente a superfície de diversos materiais conferido-lhes propriedades superhidrofóbicas e auto-limpantes. Utiliza-se, para obter esse fim, uma mistura preparada com uma solução de um composto metoxi silano em solventes polares ou apolares e nanopartículas de óxidos metálicos com o objetivo de funcionalizar a superfície das mesmas. Logo essa solução é espalhada sobre o substrato cuja superfície se deseja modificar e finalmente curado a temperaturas moderadas. Controlando os componentes polares da solução original (contido de água, por exemplo) é possível controlar a histerese da superfície final tratada, permitindo atingir as condições auto-limpantes desejadas.

034 As modificações superficiais produzidas são permanentes e o material tratado apresenta propriedades físico-químicas superficiais muito diferentes do material original.

035 O presente invento tem a grande vantagem de permitir funcionalizar com alta eficiência uma superfície sólida produzindo um material com propriedades superhidrofóbicas auto-limpantes. A modificação das propriedades superficiais do material pode ser realizada de 'uma maneira muito simples com materiais facilmente acessíveis e econômicos. A metodologia desenvolvida permite sua aplicação em diferentes tipos de materiais como metais, semicondutores, vidro, polímeros, etc. Nos casos de polímeros hidrofóbicos um pré-tratamento convencional para aumentar a molhabilidade se faz necessário.

036 Áreas tais como a petroquímica, biomédica, biomateriais, adesão, recobrimentos protetores, atrito, materiais compostos, microeletrônica, catalise, filmes finos, etc. têm em comum a interação de um meio com a superfície do material. A interação superfície-meio é de fundamental importância numa aplicação bem sucedida de um material. Mas acontece que muitas vezes esses materiais com excelentes propriedades estruturais não têm adequadas propriedades superficiais e em consequência seu valor econômico diminui devido a sua hidrofobicidade, falta de grupos funcionais úteis, etc.

037 Diferentes aplicações muito importantes no dia a dia podem ser visualizadas como, por exemplo, ter superfícies de vidro com propriedades auto-limpantes em janelas de carros, em prédios, em células solares, etc. Superfícies superhidrofóbicas poderiam ser utilizadas em matérias expostas a chuva, fluxo de água contínua, em biomateriais, etc. Em aplicações biomédicas estas superfícies, devido a baixa molhabilidade, permitiriam desenvolver instrumentos e equipamentos cirúrgicos que apresentassem menores índices de contaminação com bacterias por exemplo. Já na área petroquímica suas propriedades poderiam ser estendidas para lipofilicidade permitindo as superfícies ter baixa interação também com o óleo.

038 A formulação aqui apresentada envolve uma concentração de silano de até 10% em massa. Os silanos propostos para a formulação incluem aminopropil-trimetóxi-silano, metacrilóxiopropil-trimetóxi-silano e glicidóxiopropil-trimetóxi-silano. O tratamento inclui uma etapa de aquecimento para formar um filme de siloxano fortemente aderido à superfície. O presente invento, além de utilizar uma formulação simples para preparação da solução de silano utiliza um solvente apolar como solvente (xileno), de amplo uso industrial, para dissolver o silano num ambiente não aquoso e obter no tratamento de superfícies propriedades superhidrofóbicas auto-limpantes.

039 Deve ficar evidente aos conhecedores da técnica que a presente invenção pode ser configurada de muitas outras formas específicas sem apartar-se do espírito ou do escopo da invenção. Particularmente, deve-se compreender que a invenção pode ser configurada nas formas descritas.

040 Portanto, os exemplos e configurações presentes devem ser considerados como ilustrativos e não restritivos, e a invenção não deve ser limitada aos detalhes fornecidos neste documento, mas podem ser modificados dentro do escopo e equivalência das reivindicações anexas.

Reivindicações

1. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, superfícies que devido a baixa molhabilidade, permitem que as gotas de água rolem e propiciem a auto-limpeza da superfície, **caracterizado por** utilizar nanopartículas de óxido de titânio bem como por envolver basicamente duas etapas:

I) Uma primeira etapa que consiste da mistura de um composto silano diluído num solvente adequado com as nanopartículas de dióxido de titânio (TiO_2);

II) Na segunda etapa a dispersão anterior é espalhada na superfície a tratar seguida de uma cura a temperaturas moderadas para permitir a condensação de grupos hidroxilas e polimerização.

2. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** permitir também o controle do grau de auto-limpeza, denominada histerese mantendo as condições superhidrofóbicas da superfície.

3. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** uma incorporação preferida do processo de modificação superficial consistir basicamente das seguintes etapas:

I) Soluções diluídas de compostos de silano são preparadas utilizando diferentes solvente polares ou apolares ou mistura dos mesmos, sendo que o controle na concentração da mistura permite controlar o grau de histerese final obtido na superfície tratada;

II) As nanopartículas de TiO_2 são misturadas com as soluções preparadas de compostos de silano formando uma solução coloidal que é mantida em agitação magnética por alguns minutos;

III) A mistura anterior (2) é espalhada sobre a superfície a tratar e o material é colocado num forno em atmosfera de ar para aumentar a velocidade das reações de condensação;

IV) O material é retirado do forno apresentando imediatamente propriedades superhidrofóbicas e auto-limpantes permanentes.

4. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pela** baixa histerese ser obtida utilizando o método com solução base de xileno (XTMPSi).

5. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** processo permitir modificar permanentemente a superfície de diversos materiais conferido-lhes propriedades superhidrofóbicas e auto-limpantes.

6. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** utilizar uma mistura preparada com uma solução de um composto metoxi silano em solventes polares ou apolares e nanopartículas de óxidos metálicos.

7. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado por** funcionalizar uma superfície sólida produzindo um material com propriedades superhidrofóbicas auto-limpantes.

8. **PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS**, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pela** formulação envolver uma concentração de silano de até 10% em massa.

FIGURAS

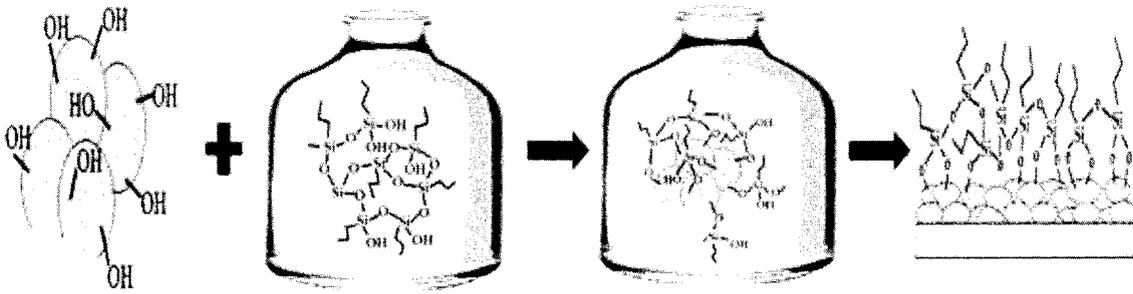


Figura 1

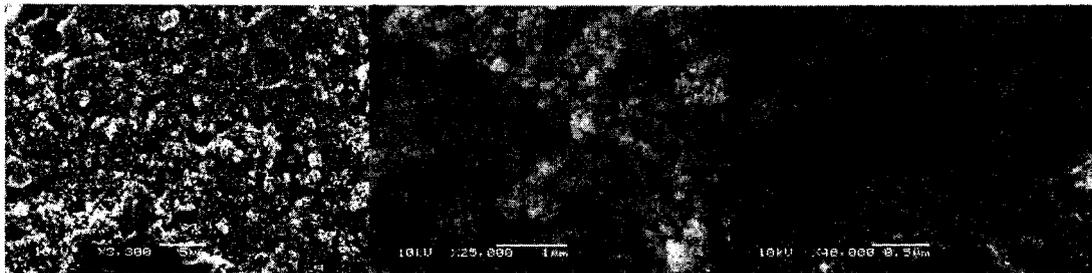


Figura 2

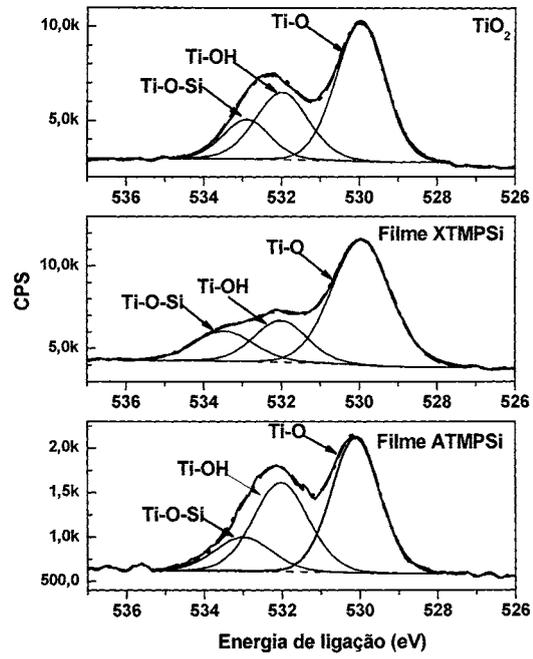


Figura 3

Resumo

PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE SUPERFÍCIES SUPERHIDROFÓBICAS UTILIZANDO
NANOPARTÍCULAS FUNCIONALIZADAS

O presente invento consiste num processo para produzir superfícies repelentes à água utilizando nanopartículas funcionalizadas, permitindo que as gotas de água rolem e propiciem a auto-limpeza da superfície, além disso, o presente invento permite também controlar o grau de auto-limpeza, mantendo as condições superhidrofóbicas da superfície.