



7º Congresso Brasileiro de Polímeros

9 a 13 de novembro de 2003
Centro de Convenções do Hotel Mercure
Belo Horizonte / MG

Promoção:



Associação Brasileira de Polímeros

COMISSÃO ORGANIZADORA

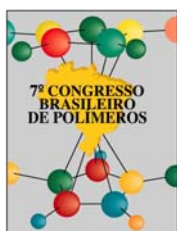
Roberto F. S. Freitas - Coordenador / Chairman (UFMG)	Laura Hecker de Carvalho (UFPB)
Cláudio Gouveia Santos (UFOP)	Luiz Antonio Pessan (UFSCar)
David Tabak (FIOCRUZ)	Maria Elisa S. Ribeiro e Silva (UFMG)
Domingos A. Jafelice (Polietilenos União)	Raquel S. Mauler (UFRGS)
Éder Domingos de Oliveira (UFMG)	Ricardo Baumhardt Neto (UFRGS)
Fernanda M. B. Coutinho (UERJ/UF RJ)	Ricardo Geraldo de Sousa (UFMG)
Kátia Monteiro Novack (UFOP)	Rodrigo Lambert Oréfice (UFMG)

COMISSÃO CIENTÍFICA

Raquel S. Mauler – presidente (UFRGS)	Luiz Antonio Pessan (UFSCar)
Ariosvaldo A. Barbosa Sobrinho (UF CG)	Márcia C. Delpech (UERJ)
Bluma G. Soares (IMA/UF RJ)	Maria do Carmo Gonçalves (UNICAMP)
Cesar L. Petzhold (UFRGS)	Maria Elisa S. Ribeiro e Silva (UFMG)
Cláudio Gouveia Santos (UFOP)	Maria Isabel Felisberti (UNICAMP)
Cristiano P. Borges (COPPE/UF RJ)	Nicole R. Demarquette (EPUSP)
David Tabak (FIOCRUZ)	Ricardo Baumhardt Neto (UFRGS)
Domingos A. Jafelice (Polietilenos União)	Ricardo Geraldo de Sousa (UFMG)
Éder D. de Oliveira (UFMG)	Rinaldo Gregório Filho (UFSCar)
Fernanda M. B. Coutinho (UERJ/UF RJ)	Roberto F. S. Freitas (UFMG)
Judith Feitosa (UFC)	Rodrigo Lambert Oréfice (UFMG)
Kátia Monteiro Novack (UFOP)	Thais H. Sydenstricker (UFPR)
Laura Hecker de Carvalho (UFPB)	

Associação Brasileira de Polímeros

R. Geminiano Costa, 355 - Centro - CEP 13560-050 - São Carlos - SP
Telefax: (16) 274-3949 - abpol@linkway.com.br
www.abpol.com.br



OBTENÇÃO DE HÍBRIDOS A PARTIR DE BORRACHA EPOXIDADA, AMINOPROPILTRIETOXISILANO E TEOS

Maria A. de Luca*, Marly M. Jacobi, Lisia F. Orlandini,

Instituto de Química da UFRGS- augusta@vortex.ufrgs.br

Obtention of hybrid materials from epoxidated rubber, aminopropyltriethoxysilane and TEOS

ABSTRACT

Organic/inorganic hybrid compounds were obtained from silica and epoxidised SBR, using 3-aminopropyltriethoxysilane(AS) as coupling agent and dibutyltindilaurate as a catalyst. The epoxidised rubbers were dissolved in THF and tetraethoxysilane(TEOS), AS, and the catalyst were added so that the hydrolysis of the TEOS were allowed to occur in situ. The films obtained were characterised by Scanning Electron Microscopy, thermal analysis (DSC), mechanical analysis and by swelling measurements.

Introdução

O grande potencial da química sol-gel tem sido explorado, na última década para produzir materiais sol-gel organicamente modificados^{1,2}, denominados ORMOSILs (silicatos modificados organicamente), ORMOCERs (cerâmicos modificados organicamente) ou CERAMERs (polímeros cerâmicos). Estes híbridos orgânico/inorgânicos são materiais promissores para novas aplicações em muitos campos tais como ótica, eletrônica, mecânica, biologia. Novos híbridos, formados a partir de borracha SBR epoxidada e sílica tem sido preparados³. A preparação de polímeros híbridos orgânico/inorgânicos usando o sistema sol-gel de sílica e agentes de acoplamento é, igualmente, um tema de grande interesse científico e atual pois possibilita a obtenção de materiais com propriedades específicas que não poderiam ser obtidos de outra forma; sistemas híbridos epóxido/sílica tem sido preparados através do uso de agentes de acoplamento, como o 3-glicidoxipropiltriethoxysilano^{4,5} e o 3-aminopropiltri-etoxisilano⁶.

O objetivo deste trabalho foi a obtenção e caracterização de materiais híbridos formados a partir de borrachas SBR epoxidadas (43%), aminopropiltriethoxysilano (AS) e silicato de etila (TEOS).

Experimental

Preparação dos filmes híbridos

Os filmes híbridos foram preparados a partir de uma solução a 10% da borracha SBR (grau de epoxidação 43%), em THF, o agente de acoplamento 3-aminopropiltriethoxysilano (AS), o catalisador (dibutil-dilaurato de estanho), e o silicato de etila (TEOS). Após as hidrólises os sois formados foram vertidos em placas de Petri de teflon para a completa gelificação e evaporação lenta do solvente. A secagem foi completada em estufa a vácuo, a 40°C, até peso

constante. Os filmes resultantes foram devidamente caracterizados quanto à sua interação com solvente, inchamento, suas propriedades mecânicas, microestruturais e térmicas.

Índice de Inchamento

O grau de inchamento foi determinado submetendo-se amostras dos filmes ao THF a 30°C, por 48 horas. As massas antes (m_0) e após o teste (m) foram determinadas e o grau de inchamento calculado de acordo com a seguinte equação

$$Q = (m - m_0) / (m_0 \cdot \rho)$$

Onde: ρ = densidade do solvente

Ensaio Mecânicos

Amostras com dimensões de aproximadamente 30mmx10mmx0,4mm foram submetidas a ensaios de tensão-deformação em uma máquina universal de ensaios EMIC a 50mm/min.

Análise microestrutural

Amostras dos filmes fraturadas sob nitrogênio líquido foram observadas em Microscópio Eletrônico de Varredura perpendicularmente às fraturas no Microscópio do CME/UFRGS.

Análises Térmicas

As análises de calorimetria diferencial de varredura (DSC) foram realizados em equipamento Perkin Elmer IV em um intervalo de -40 a 220°C, a uma taxa de aquecimento de 10⁰ C/min

Resultados e Discussão

Os resultados preliminares das propriedades dos filmes serão apresentados em seguida.

Os filmes obtidos foram imersos em THF por vários dias, onde observou-se que aqueles que continham AS em quantidade calculada para comprometer 100% das posições epoxidadas da borracha não mais se dissolveram neste solvente, ao

contrário da borracha SBR epoxidada e dos filmes com quantidades pequenas de AS. O fato dos filmes não terem mais se dissolvido e a não formação de sílica residual é a primeira indicação da formação de um novo material, com características diferentes das da borracha testada.

O inchamento, propriedade capaz de avaliar a densidade de reticulação, varia em função da quantidade de TEOS adicionado. Os resultados são apresentados na figura 1. Observa-se que quanto maior a quantidade de TEOS adicionada, menor o grau de inchamento do material, indicando a formação de uma rede de malha menor.

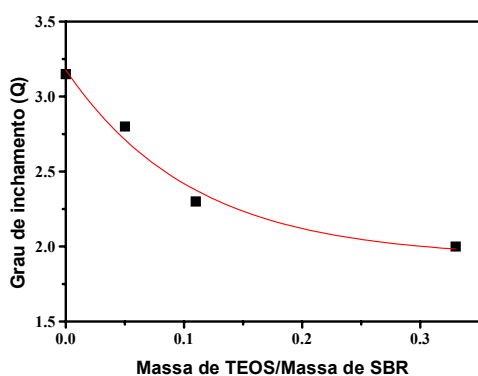


Figura 1. Índice de inchamento em THF de filmes preparados com AS constante e equivalente a 100% dos grupos epóxidos da SBR, em função da razão entre as massas de TEOS e de SBR.

Os filmes híbridos foram também analisados quanto às propriedades mecânicas. O resultado da deformação uniaxial encontra-se na figura 2. Observa-se um aumento da tensão e uma diminuição da deformação com o aumento do teor de TEOS. Inicialmente, as

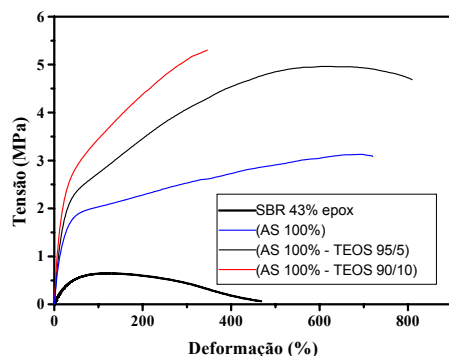


Figura 2. Influência da concentração de TEOS sobre as propriedades mecânicas.

amostras comportam-se como um material plástico e depois apresentam escoamento, sendo este tanto maior quanto menor o teor de TEOS. A adição de apenas AS já gera um reticulado, pois ocorre um aumento significativo da tensão e uma diminuição do escoamento se comparado com a borracha pura. Foi realizado também um estudo comparativo entre filmes com idênticas proporções de borracha e TEOS mas com diferentes concentrações de AS. Os resultados são mostrados na figura 3.

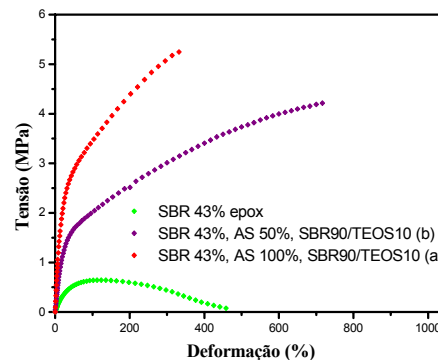


Figura 3: Influência da concentração de AS sobre as propriedades mecânicas

As propriedades térmicas dos materiais foram analisadas por DSC. A borracha pura apresenta uma Tg de -10°C , a borracha com AS uma Tg de -8°C enquanto a borracha contendo AS e TEOS na proporção em massa de SBR (90) e TEOS (10) apresenta uma Tg de -7°C . A introdução do AS e do TEOS praticamente não geram modificações na Tg da borracha indicando que a flexibilidade desta não é grandemente afetada.

Os materiais observados em MEV com aumento de 1000x mostraram separação de fase.

Conclusões

É possível obter filmes híbridos a partir de SBR epoxidada e TEOS utilizando-se o AS como agente de acoplamento. As propriedades dos filmes variam em função da proporção de AS e TEOS introduzidos, obtendo-se desde filmes solúveis em THF (pequena proporção de AS) até reticulados, com o tamanho da malha variando em função da proporção de TEOS incorporado

Agradecimentos

À professora I.V. Yoshida pelas sugestões apresentadas durante o desenvolvimento deste trabalho.

Referências Bibliográficas

- Schmidt, H. In: Uhlmann, D. R., Uhlrich, D. R. (ed.). *Ultrastructure processing of advanced materials*. New York: Wiley, 1992, 409.
- Wei, Y., Jin, D., Yang, C., Kels, M. C., Qiu, K. *Materials Science and Engineering*, C, 1998, 6, 91.
- Notti, R. B.; Jacobi, M. A. M.; De Luca, M. A.. In.: 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (3 a 6 de dezembro de 2000), São Pedro, SP. CD do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. São Pedro.
- Davis, S. D., Brough, A. B., Atkinson, A., *J. Non-Cryst. Solids*, 2003, 315, 197
- Sforça, M. L., Yoshida, I. V., Nunes, S. P., *J. Membr. Sci.*, 1999, 159, 193.
- Riegel at alli, *J. Non-Cryst. Solids*, 1998, 226,76.