

XVIII

CIC

XI ENPOS
I MOSTRA CIENTÍFICA



Evoluir sem extinguir:
por uma ciência do devir



OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BLENIDAS DE POLI(*m*-FENILENO ISOFTALAMIDA) E POLI(*p*-CRESOLFORMALDEÍDO)

SANTOS, Sandra Cruz dos; LOGUERCIO, Lara Fernandes; GARCIA, Irene Teresinha Santos¹;

¹Deptº de Química Analítica e Inorgânica – IQG/UFPel
Campus Universitário – CEP 96010-900. irenetsgarcia@yahoo.com.br
CNPQ

1. INTRODUÇÃO

A pesquisa e o desenvolvimento de novos materiais visando atender às novas necessidades do mercado têm sido objeto de muitos trabalhos científicos, incluindo as blendas poliméricas.

O crescente interesse em misturas de polímeros tem como objetivo principal a obtenção de materiais com propriedades combinadas. As propriedades das blendas são dependentes da interação entre os polímeros participantes. O grau de dispersão entre as moléculas dos componentes deve ser a mais adequada possível para que ocorra a desejada combinação das propriedades dos polímeros (Brancifort, 1994).

A poli(*m*-fenileno isoftalamida) é uma fibra de poliamida aromática que apresenta grande estabilidade térmica e química, sendo usada como isolante elétrico em motores e geradores, isolante térmico em vestuários e, como retardante de chama em uniformes (Mark, 1999). Alguns trabalhos científicos relatam o estudo das propriedades mecânicas e tribológicas dessa fibra pura ou em combinação com outros polímeros (Lin, 1991; Foo, 2007).

Esse polímero é utilizado em diferentes tipos de blendas com materiais como nylon-6, fibras de algodão, lã, polibenzimidazol, poliéster, poli(*p*-fenileno isoftalamida), viscose e compostos fenólicos (Yang, 2007; Zhao, 2006).

O polímero poli(*p*-cresolformaldeído) é uma resina fenólica. Este tipo de resina combina dureza, rigidez e economia, com boas propriedades elétricas, excelente resistência ao calor, boas propriedades mecânicas e moldabilidade (Rosato, 1997). É utilizado em materiais de construção, eletroeletrônicos, aeroespacial, peças moldadas, vernizes isolantes, chapas laminadas, revestimentos industriais e adesivos (Mark, 1999).

A interação entre a fibra de poli(*m*-fenileno isoftalamida) e a resina poli(*p*-cresolformaldeído) é pobre devido à alta cristalinidade da primeira que resulta na baixa interação da superfície da fibra com os grupamentos hidroxila da resina. Nesse sentido, alguns trabalhos iniciais têm sido feitos com o objetivo de estudar formas de melhorar essa interação (Su, 2006; Lee-Sullivan, 1994; Lin, 2002).

Neste trabalho é estudada a formação de blendas poliméricas através da mistura, em diversas proporções, de poli(*m*-fenileno isoftalamida) e poli(*p*-cresolformaldeído). Com o objetivo de aumentar a interação entre esses polímeros nas blendas realizou-se um tratamento químico na fibra. Os materiais resultantes foram caracterizados na forma de filmes finos e massa através do estudo das propriedades químicas e morfológicas.

2. METODOLOGIA

2.1. Materiais utilizados

A poli(*m*-fenileno isoftalamida) utilizado é da marca Aldrich®, possui densidade 1,38 g mL⁻¹, com ponto de fusão maior que 370°C. O poli(*p*-cresolformaldeído) foi sintetizado através da mistura de 4,67x10⁻¹ mol de *p*-cresol com 4,67 x10⁻¹ mol de formaldeído com catálise ácida em temperatura de 80 °C.

2.2. Sistemas estudados

As blendas poliméricas foram estudadas na forma de filmes depositados em substratos de silício e em massa (*bulk*). O Silício utilizado foi de 20 Ω.cm, que é transparente ao infravermelho. Para as análises em massa, as blendas foram precipitadas em água deionizada, filtradas e secas a 110 °C por 1 hora.

2.2.1 Preparação das blendas poliméricas

Soluções de poli(*m*-fenileno isoftalamida) e de poli(*p*-cresolformaldeído) foram preparadas em dimetilformamida (DMF) com concentrações do polímero em torno de 5%. As proporções de poli(*m*-fenileno isoftalamida)/poli(*p*-cresolformaldeído) estão apresentadas na Tabela 1. A formação das blendas foi conduzida mantendo-se as misturas sob agitação por ultrassom durante 4 horas. Antes do processo de deposição dos filmes e da precipitação para análise em *bulk*.

Tabela 1: Composições em massa das blendas estudadas.

poli(<i>m</i> -fenileno isoftalamida) (%)	poli(<i>p</i> -cresolformaldeído) (%)
100,0	0
65,0	35,0
50,0	50,0
35,0	65,0
0	100,0

2.2.2 Preparação das blendas poliméricas a partir do poli(*m*-fenileno isoftalamida) modificado

Com o objetivo de aumentar a compatibilidade fibra-resina, o polímero de poli(*m*-fenileno isoftalamida) passou por um processo de tratamento químico, que constituiu basicamente pela introdução de grupos hidroxilas na sua estrutura.

Neste procedimento primeiramente reagiu-se 300 mL de dimetilsulfóxido (DMSO) com 10^{-1} mol de hidreto de sódio (NaH) para formação do íon dimetilsulfóxido de sódio de coloração amarelo pálido. A mistura foi aquecida com agitação a 70-75°C, sob atmosfera de nitrogênio, até a evolução de gás cessar. Uma mistura de 5×10^{-2} mol de NaH com 20 a 30 mL de DMSO requer cerca 45 min para completa reação (Corey, 1965). A essa solução foram adicionadas 6g da fibra e a reação ocorreu a 30 °C por 3 horas; então foram adicionadas $2,5 \times 10^{-2}$ mol de 2-iodo etanol a 50°C por 10 horas. Após a reação, a solução foi mantida sob agitação por 48 horas para total dissolução da fibra. Assim, foram preparadas blendas entre a fibra tratada e soluções de poli(*p*-cresolformaldeído) dissolvido em DMSO. As composições estudadas e o procedimento de formação da blenda do polímero tratado com poli(*p*-cresolformaldeído) ocorreram de forma semelhante ao da blenda com o polímero não tratado.

2.3. Configurações experimentais e equipamentos utilizados

As blendas e os polímeros puros foram caracterizados, na forma de filmes através das técnicas de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O material em “*bulk*” foi caracterizado por análise termogravimétrica (TGA).

As análises de FTIR foram executadas em um espectrômetro IR Prestige-21 da Central Analítica da UFPel no modo transmitância com 64 varreduras entre 6000 e 500 cm^{-1} e resolução de 2 cm^{-1} .

A análise de MEV foi feita em um microscópio, Shimadzu SSX – 550 da UFPEL.

As transições térmicas dos polímeros e das blendas foram estudadas em um TGA50H, entre 20 e 700 °C com taxa de aquecimento e resfriamento de 20 °C min^{-1} , sob fluxo de 50 mL min^{-1} de N_2 . A massa de cada amostra foi de, aproximadamente, 5 mg.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O espectro de infravermelho do poli(*m*-fenileno isoftalamida) foi caracterizado pelas transmitâncias em 3400 cm^{-1} (deformação axial de N-H), 1660 cm^{-1} (deformação axial de C=O), 1608 cm^{-1} (deformação axial de C aromático), 1240 cm^{-1} (deformação angular de N-H). O espectro do poli(*p*-cresolformaldeído) foi caracterizado pelas transmitâncias em 3500-3300 cm^{-1} (deformação axial de O-H), 3010 cm^{-1} (deformação axial de C-H aromático), 2850 e 2920 cm^{-1} (deformação axial de C-H alifático), 1500 e 1610 (deformação axial de C aromático), 1450 cm^{-1} (deformação angular C-H alifático), 1375 cm^{-1} (deformação angular no plano de O-H), 1260 cm^{-1} (deformação axial de C-O aromático).

As blendas da poli(*m*-fenileno isoftalamida) não tratadas apresentaram principalmente deslocamento da banda de deformação axial de N-H da poliamida devido à interação com os grupos O-H do poli(*p*-cresolformaldeído).

A partir das curvas termogravimétricas obtivemos as temperaturas para as perdas máximas de massa. Para os polímeros puros a perda de massa observada no intervalo de temperatura estudado foi de 50% para a poliamida e 80% para o poli(*p*-cresolformaldeído). Para as blendas poliméricas, a perda de massa ficou entre 60-70% conforme a proporção das misturas.

A Figura 1 mostra imagens obtidas por MEV da superfície dos compostos de estudo. Podemos notar que na Figura 1c ocorre uma miscibilidade parcial entre os

polímeros mesmo após o tratamento químico da fibra. A formação de duas fases é mais pronunciada com o aumento da quantidade de poli(*m*-fenileno isoftalamida) na blenda.

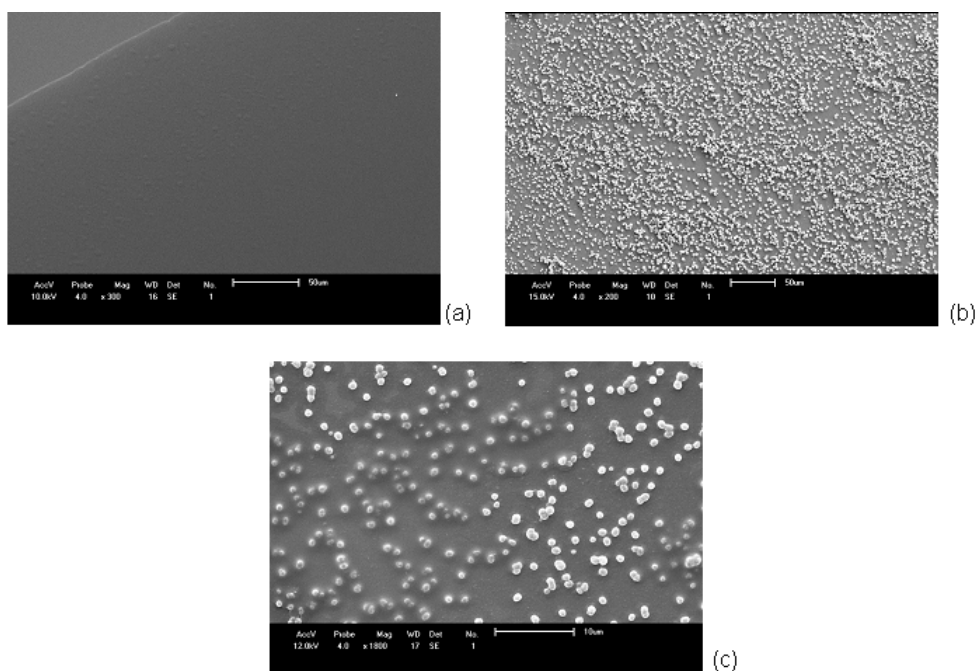


Figura 1: Imagens de MEV: (a) poli(*p*-cresolformaldeído); (b) poli(*m*-fenileno isoftalamida) tratada quimicamente; (c) mistura de 50% desses polímeros.

4. CONCLUSÕES

As blendas poliméricas apresentaram propriedades térmicas e estruturais tanto de poli(*m*-fenileno isoftalamida) quanto de poli(*p*-cresolformaldeído) nas variadas proporções estudadas, podendo ser comprovada através dos resultados de infravermelho e análise termogravimétrica. Com as imagens pode-se verificar uma miscibilidade parcial entre os polímeros, mesmo após tratamento químico do poli(*m*-fenileno isoftalamida). A investigação da zona de miscibilidade total e a caracterização das propriedades mecânicas é a próxima fase do trabalho.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BRANCIFORT, M. C.; **Morfologia de blendas de copolímero tribloco do tipo ABC e homopolímeros, Brasil**. 1994. Dissertação de Mestrado – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- MARK, J. E.; ed. **Physical Properties of Polymers Handbook**. AIP Press, New York, **1999**.
- LIN, M. F. et al; **Journal of Materials Science Letters**, **1991**, v. 10(10), p. 569-72.
- FOO, C.C.; **Composite Structures**, **2007**, v. 80, p. 588–594.
- YANG, H. et al; **Journal of Fire Sciences**, **2007**, v. 25, p. 424-446.
- ZHAO, S. et al; **Journal of Textile Research**, **2006**, v. 27(12), p. 74-76.
- ROSATO, D.V. **Designing with Reinforced Composites: Technology, Performance, Economics**. 1 ed., New York, 1997.
- SU, F.-H. et al; **Materials Science and Engineering A**. **2006**, v. 416, p. 126-133.

LEE-SULLIVAN, P.; CHIAN, K. S.; YUE, C. Y.; LOOI, H. C.; Journal of Materials Science Letters 1994, v. 13, p. 305-309.

LIN, J.-S.; European Polymer Journal, **2002**, v. 38, p. 79-86.

COREY, E. J. et al; J. Am. Chem. Soc., **1965**, v. 87(6), p. 1345-1353.