

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES HÍBRIDOS CONSTITUÍDOS POR POLI(METACRILATO DE METILA) - POLI(DIMETILSILOXANO)

Italo J. C. Rigotti; Luiz A. S. A. Prado; M. Isabel Felisberti; I. Valéria P. Yoshida
Instituto de Química - UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas-SP

Abstract: The goal of this work was the synthesis and characterization of transparent hybrid PMMA-PDMS materials, through sol-gel process. The PMMA source was a modified polymer containing γ -propyltrimethoxysilyl pendant groups as coupling agent. The IR spectra of the samples showed bands characteristic to both components. There was no microscopic phase separation according to TEM (transmission electronic microscopy) experiments. Thermal analysis indicated that the higher the PDMS content the greater thermal stability. DSC analysis showed a broad T_g associated with small ΔC_p due to high cross-linking degree of the materials.

A obtenção de híbridos que combinam as propriedades de pelo menos dois materiais tem atraído o interesse de muitos grupos de pesquisa nos últimos anos¹. Uma das rotas sintéticas de obtenção de híbridos bastante empregada é o processo sol-gel, que permite uma associação íntima, em condições brandas, entre os componentes constituintes do material. No caso destes terem características diferentes, como, por exemplo, o poli(metacrilato de metila), PMMA, polímero orgânico, hifrofilico e o poli(dimetilsiloxano), PDMS, inorgânico e hidrofóbico, a morfologia das fases e a possibilidade de ligações covalentes entre essas levam a uma grande variedade de propriedades, desde materiais elastoméricos àqueles de alto módulo.

Neste trabalho foi preparada uma série de híbridos constituídos por PMMA-PDMS com diferentes composições. A fim de se minimizar a separação de fases entre os componentes, preparou-se, inicialmente, um PMMA funcionalizado (PMMASi) com o grupo n-propil-trimetoxissilano por copolimerização radicalar do metacrilato de metila (MMA) e metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPTS), utilizando como iniciador o peróxido de benzoila e tolueno como solvente. A reação ocorreu em uma ampola deareada e selada a 80°C, usando a relação molar MMA:MPTS de 10:2. O polímero foi caracterizado por RMN ¹H e através da integração dos sinais em $\delta = 4,0$, correspondentes aos prótons do grupo metileno ligados ao átomo de oxigênio do MPTS, e $\delta = 3,7$ correspondentes aos prótons do grupo metóxi do silano e metóxi do éster MMA², determinou-se a composição do polímero como sendo MMA:MPTS de 3:1.

Os filmes híbridos, H1, H2, H3, contituídos de PMMA-PDMS, com composição, em massa, de 1,0:1,8 ; 1,0:1,2 ; 1,0:0,9 ; respectivamente, foram obtidos via rota sol-gel, em tolueno, na presença do catalisador dibutildilaurato de estanho. Os filmes obtidos foram auto-suportados, com espessura variando entre 1,5 e 3 mm, e com alto grau de transparência, conforme ilustra a foto do material, Figura 1. Nos experimentos realizados por microscopia eletrônica de transmissão não foi possível observar separação de fases no material. Os híbridos foram caracterizados por espectroscopia de infravermelho (Figura 2), FTIR. A presença do PDMS pode ser confirmada pelo ν Si-O-Si e δ C-H (SiMe₂) em 1000-1100 e 1260 cm⁻¹, respectivamente. A absorção correspondente ao ν C=O do PMMA pode ser observada em 1730 cm⁻¹. A intensidade relativa destas absorções variam com a composição de cada híbrido.

A coexistência de cadeias de PMMA e PDMS também foi confirmada através de análise termogravimétrica (TGA), visto que o processo de decomposição apresentou dois patamares: o primeiro associado principalmente à decomposição do PMMA, seguido de outro atribuído, principalmente, à do PDMS, com porcentagens de perda de massa próximas às esperadas (Figura 3).

As curvas de DSC (Figura 4) para H₁ e H₂ mostram transições muito largas na faixa de -120° a -20°C e 20° a 90°C, respectivamente. O ΔC_p (T_g) foi baixo, indicando alto grau de reticulação nestes híbridos, resultando num decréscimo na mobilidade das cadeias e nas contribuições vibracionais ao C_p . Para H₃, que contém uma menor quantidade de sílica, foi possível observar uma transição larga em aproximadamente -120° a -20°C, correspondente à fase de PDMS e outra em aproximadamente 115 °C, que pode ser associada à T_g do PMMA.



Figura 1: Foto do Híbrido H1

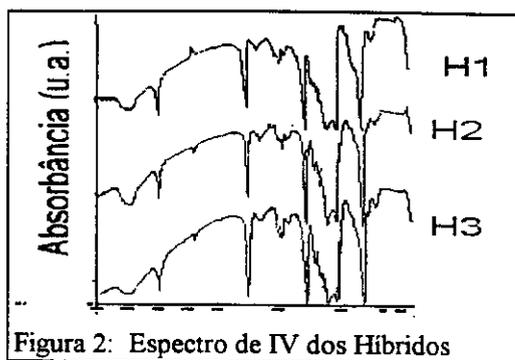


Figura 2: Espectro de IV dos Híbridos

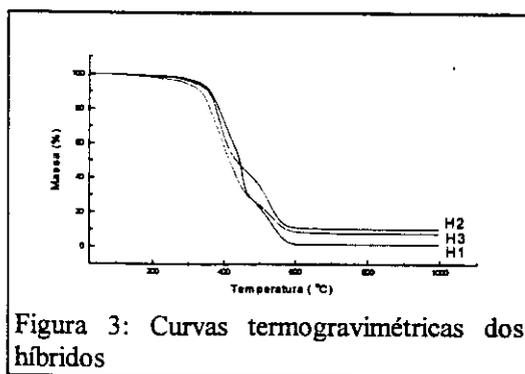


Figura 3: Curvas termogravimétricas dos híbridos

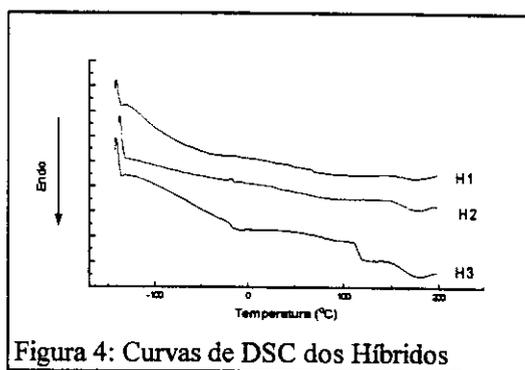


Figura 4: Curvas de DSC dos Híbridos

Agradecimentos ao CNPq e à FAPESP.

1 - Dirè, S.; Pagani, C.; Babonneau, F.; Ceccato, R.; Carturan, G.; J. Mater. Chem., 7, 67 (1997)

2 - Coltrain, B. K.; Landry, C. J. T.; O'Reilly, J. M.; Chamberlain, A. M.; Rakes, G. A.; Sedita, J. S.; Kelts, L. W.; Landry, M. R.; Long, V. K.; Chem. Mater., 5, 1445 (1993)