

Síntese de filmes híbridos baseados em óleo de mamona epoxidado/APTES/TIP.

Denize M. Bechi*(PG), Maria A. de Luca(PQ), Márcia Martinelli(PQ), Nelson B. Júnior(IC), Laíse Borba (IC)
denizebechi@yahoo.com.br

Palavras Chave: Híbridos, óleo, mamona, sol-gel.

Introdução

O processo sol-gel¹, inicialmente voltado aos produtos inorgânicos está sendo cada vez mais estendido à preparação de híbridos², devido às condições brandas de reação. Este processo envolve a hidrólise e condensação de precursores inorgânicos produzindo híbridos do tipo II.³

Este trabalho refere-se ao uso de óleos vegetais como precursores orgânicos, por serem recursos naturais e renováveis, em específico o óleo de mamona, por conter 90% de ácido graxo ricinoleico, conferindo a este óleo reatividade singular.⁴ Foram sintetizados híbridos a partir do óleo de mamona epoxidado (OE) e, aminopropiltietoxissilano (APTES) e tetraisopropóxido de titânio (TIP) como precursores inorgânicos. Foi realizado o monitoramento da reação por RMN de ¹H e a caracterização dos filmes por microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaios mecânicos, adesão e dureza.

Resultados e Discussão

Os filmes foram preparados sob atmosfera inerte. Ao OE foi adicionado o APTES, sob agitação e mantido por 3h. Após, foi adicionado o TIP, permanecendo em agitação por 1h, quando foram adicionados o catalisador, água deionizada sendo agitado por mais 15min. Estes foram denominados: OAT 9:1, OAT 8:2 e OAT 7:3 sendo o primeiro valor a proporção de óleo e o segundo a proporção de TIP em massa. O valor de APTES foi calculado e mantido constante para comprometer 20% das posições epóxi. A mistura reacional foi depositada em placas de teflon e de alumínio, mantidos a temperatura ambiente para a pré-cura por 48h. Após, os filmes sobre teflon foram curados à 120°C por 48h, enquanto que os filmes sobre alumínio através de rampa de aquecimento.² Alíquotas da mistura reacional foram removidas durante a reação para análise de RMN ¹H.

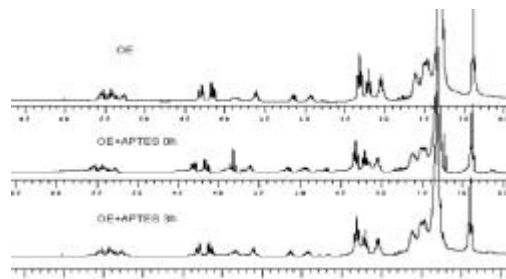


Figura 1. RMN ¹H sequencial da reação OE/APTES/TIP.

A ligação do grupamento amino do APTES no óleo é confirmada através da diminuição do pico do grupo epóxido no espectro de RMN ¹H, conforme a figura 1.

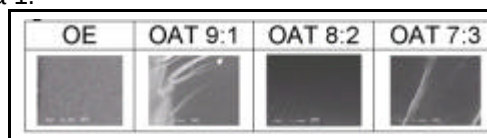


Figura 2. Imagens de MEV dos filmes.

A caracterização morfológica foi realizada pela observação das imagens de MEV apresentadas na figura 2. Observa-se que as amostras são homogêneas microscopicamente, nos aumentos observados (até 5000 vezes).

Os filmes apresentam adesão máxima e a dureza aumenta com o acréscimo do precursor inorgânico, independente de sua proporção. A deformação diminui com o acréscimo de TIP, conforme os dados da tabela 1.

Tabela 1. Adesão, Dureza e Ensaios Mecânicos dos filmes.

Composição? Teste?	OE	OAT 9:1	OAT 8:2	OAT 7:3
Adesão	5B	5B	5B	5B
Dureza	2H	5H	5H	5H
Deformação (%)*	20	~3	~1	-

*medidos em 5,6mPa

Conclusões

Concluiu-se que por meio da reação entre o óleo mamona e os precursores inorgânicos (APTES e TIP) é possível obter filmes com propriedades sinérgicas elevadas. Estes filmes apresentam como principais características: boa adesão e dureza,

enquanto a deformação diminui com a quantidade dos precursores inorgânicos.

Agradecimentos

Ao CNPq pelas bolsas de ICT e DTI, e ao CNPq e FAPERGS pelo apoio financeiro.

¹ Brinker, C.J., and Scherer, G.W. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego, 1990, 865.

² Huang, H.; Orlor, B.; Wilkes, G., *Polym. Bull.* **1985**, 1, 557.

³ Judeinstein, P.; Sanchez, C., *J. Mater. Chem.*, **1996**, 6, 4, 511.

⁴ Ogunniyi, D.S., *Bioresource Technology*, **2006**, 97, 1086.