

## Correlação entre a Nanoestrutura e as Condições de Síntese de Materiais Híbridos Siloxano-PMMA Preparados pelo PSG

Cícero Inácio da Silva Filho<sup>1</sup> (IC)\*, Shayene C. A. Almeida<sup>2</sup> (IC), José M. A. Caiut<sup>3</sup> (PQ), Victor H. V. Sarmiento<sup>1</sup>(PQ)

e-mail: [inacio\\_alagoas@hotmail.com](mailto:inacio_alagoas@hotmail.com)

<sup>1</sup> Departamento de Química - Universidade Federal de Sergipe(UFS)- Campus Prof. Alberto Carvalho-Itabaiana-SE

<sup>2</sup>Instituto de Química – UNESP – Campus de Araraquara –SP

<sup>3</sup>Departamento de Química – FFCL – USP – Ribeirão Preto-SP

Palavras Chave: PMMA, Híbridos, Sol-Gel, SAXS

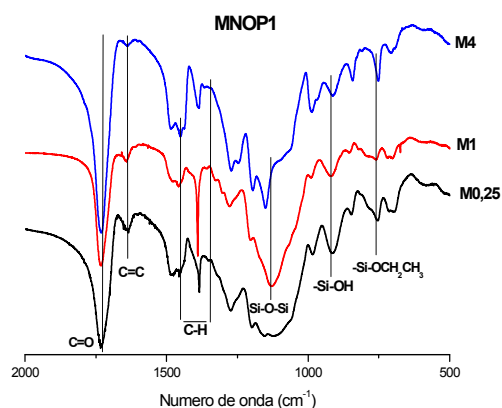
### Introdução

A síntese desses materiais via sol-gel é particularmente atrativa devido à simplicidade e a versatilidade associada a este processo que permite incorporar facilmente componentes orgânicos em uma rede inorgânica sobre condições brandas. Os híbridos siloxano-PMMA são transparentes e possuem propriedades mecânicas superiores ao PMMA puro<sup>1</sup>. Devido a essas qualidades, eles já foram empregados na forma de filmes finos como revestimentos para aumentar o módulo elástico de vidros comerciais e diminuir sua fragilidade e como guias planares de luz<sup>2</sup>. O principal objetivo é estabelecer relações entre as condições de síntese e a estrutura de compósitos siloxano-PMMA. Neste trabalho utilizou-se diferentes valores de pH do sol inicial (1, 3 e 5), e composições razão molar [MMA]:[MPTS]= 0,25 ,1,00 e 4,00, contendo Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>), visando futuramente aplicações desse material como revestimentos anti corrosivos.

### Resultados e Discussão

Os materiais apresentaram uma boa transparência, embora apresentassem alguns aspectos físicos diferentes quanto à dureza. A evolução estrutural destes materiais foi acompanhada por medidas de espalhamento de raios-X a baixo angulo (SAXS) em função do teor de MMA. As características estruturais, a textura e porosidade dos géis secos (xerogéis) foram avaliadas por medidas de Infravermelho (FTIR), Raman e Adsorção-Dessorção de nitrogênio (BET), respectivamente. A estabilidade térmica foi avaliada por medidas de termogravimetria. A partir das curvas de SAXS podemos observamos um pico que é atribuído a uma correlação especial de nanopartículas de siloxano formadas pelas reações de hidrólise e policondensação. O aumento de MMA promove a diminuição da intensidade do pico até a sua ausência em M4. Estes resultados sugerem que há uma competitividade entre as reações de polimerização e hidrólise e policondensação, e conseqüentemente tendem a inibir a eficiência na formação destas nanopartículas. Estes resultados são confirmados por FTIR. Na **Fig.1** são apresentados espectros para três teores de MMA preparados a pH=1 em ácido nítrico. Como podemos observar as três amostras apresentam características estruturais distintas, a presença de

uma banda larga em ~1100 cm<sup>-1</sup> indica a presença de grupos Si-O-Si que são os grupos siloxanos formados nas reações de hidrólise e policondensação. A intensidade desta banda diminui com o aumento do teor de MMA. Estes resultados confirmam a competitividade entre as reações de polimerização do MMA e de hidrólise e condensação formadoras dos grupos siloxano.



**Fig.1:** Espectro de FTIR para híbridos siloxano-PMMA preparadas com HNO<sub>3</sub> pH1, razões [MMA]/[TMSM] = 0,25-1,0 e 4,0.

Resultados de TG demonstram a estabilidade térmica destes híbridos em relação ao polímero puro. Medidas de BET confirmam a diminuição da porosidade dos híbridos com o aumento de MMA, sugerindo que o polímero preenche os poros formados rede inorgânica.

### Conclusões

O aumento da quantidade de MMA na síntese dos materiais híbridos siloxano-PMMA inibe a formação de nanopartículas de siloxano devido a competitividade entre as reações de polimerização orgânica e as de hidrólise e policondensação inorgânica. Além disso, diminui a porosidade. A formação da rede inorgânica aumenta a estabilidade térmica dos híbridos.

### Agradecimentos

UFS, CNPq, LNILS e ao Instituto de Química de Araraquara.

<sup>1</sup>Landry, C.J.T., Polymer, v.7, p.1486, 1992.

<sup>2</sup>Tadanaga, K.; Ellis, B.; Seddon, A., J. Sol-Gel Sci and Techn, v.19, p.687-690, 2000.

Sarmiento, V.H.V.; Dahmouche.; Santilli, C.V.; Pulcinelli, S.H.; Craievich, A., J. Appl. Cryst.,v.36, p. 473-477, 2003.