



13º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS



NATAL - RN  
18 a 22 de outubro de 2015

## EFEITO DA INCORPORAÇÃO DE POSS EM ELASTÔMERO

Heloísa A. Zen<sup>1\*</sup>, Jonathan P. de Oliveira<sup>1</sup>, Ademar B. Lugão<sup>1</sup>

*1 – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP, helozen@ipen.br*

**Resumo:** O estudo dos efeitos da incorporação de nanopartícula inorgânica em matriz polimérica é um dos temas mais pesquisados atualmente. A incorporação de nanopartícula prevê melhora nas propriedades mecânicas, térmicas, do efeito de barreira na matriz polimérica. A incorporação de nanopartículas pode ser facilitada pela solubilidade do elastômero, que possibilita uma distribuição homogênea destas no interior do fluorelastômero. Neste trabalho foi realizada a incorporação de POSS (silsesquioxano oligomérico poliédrico) em fluorelastômero nas proporções de 0,5; 1 e 2% (em massa). Após a obtenção dos nanocompósitos foi realizado o processo de vulcanização. Os filmes obtidos foram caracterizados por ensaios mecânicos e por intumescimento para se avaliar as modificações causadas no fluorelastômero.

**Palavras-chave:** *POSS, fluorelastômero, nanocompósito.*

### *Effect of incorporation of POSS into elastomer*

**Abstract:** The effect of inorganic nanoparticle into polymeric matrix is one of the most widely researched now a day. The nanoparticle incorporation improves mechanical and thermal properties, and also gases barrier of the polymer. This incorporation can be facilitated by elastomer solubility, which achieves a homogeneous distribution inside the matrix of the elastomer. In this work was carried out the incorporation of POSS (polyhedral oligomeric silsesquioxane) into fluorelastomer at 0.5; 1 and 2%, weight. After the nanocomposites obtained, was performed the vulcanization process. The films were characterized by mechanical tests and swelling in order to determine the modification of the fluorelastomer.

**Keywords:** *POSS, fluorelastomer, nanocomposite*

### **Introdução**

Os compósitos polímeros-inorgânicos são pesquisados e utilizados há muito tempo na indústria. A combinação das propriedades dos polímeros orgânicos e dos compostos inorgânicos mostra que propriedades mecânicas, elétricas e óticas de polímeros podem ser melhoradas pela incorporação em seu interior de partículas nanométricas. Nanocompósito polimérico é um material formado por um polímero (plástico ou elastômero) e outro material (geralmente inorgânico) disperso nesta matriz e com tamanho de partícula na escala de nanômetro ( $10^{-9}$  m) e que possua pelo menos uma de suas dimensões inferior a 100 nm.

A incorporação de nanopartículas em elastômero é uma área que tem sido estudada há muitos anos. Maiti e colaboradores [1] estudaram a degradação térmica de fluorelastômero-nanocompósitos em atmosfera de oxigênio e de nitrogênio por análise termogravimétrica. Eles concluíram que sob atmosfera de nitrogênio as amostras não vulcanizadas exibem estabilidade térmica maior em relação à atmosfera de oxigênio.

Um outro trabalho utilizando negro de fumo como nanopartícula, Righetti e colaboradores [2] investigaram o comportamento da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) em elastômeros reticulados e com cargas. Eles concluíram que a interação entre borracha e carga não influencia na  $T_g$  desde que a concentração de negro de fumo não ultrapasse 35%.

Neste trabalho foi utilizado o fluorelastômero (FKM) Viton<sup>®</sup> devido às suas propriedades mecânicas e a nanopartícula incorporada foi o POSS (silsesquioxano oligomérico poliédrico). As cadeias de POSS agem como fibras de reforço em nanoescala, aprimorando as propriedades mecânicas e de barreira, devido ao seu tamanho nanoscópico e sua relação com as dimensões do elastômero. Algumas destas alterações provocadas pela adição de nanopartículas de POSS no fluorelastômero: 1) a formação de ligações cruzadas na estrutura polimérica, melhorando assim, a propriedade mecânica (resistência à tração e alongamento); 2) a permeabilidade pode ser reduzida, pois, o POSS atua como uma carga não permeável e quando está ligado ao elastômero é formada uma estrutura com partes que serão e outras que não serão intumescidas [3, 4]. O objetivo deste trabalho é avaliar o efeito da incorporação de POSS nas propriedades mecânicas e no intumescimento do fluorelastômero.

## Experimental

Para este trabalho foi utilizado um composto baseado no polímero Viton<sup>®</sup> F da Dupont. Este FKM é um terpolímero formado por fluoreto de vinilideno, hexafluoropropileno e tetrafluoretileno, com cerca de 70% em sua composição. A nanopartícula POSS 1163 (POSS octavinildimetilsilil – C<sub>32</sub>H<sub>72</sub>O<sub>20</sub>Si<sub>16</sub>) foi adquirida da empresa Hybrid Plastic Co. e foi incorporado nas concentrações 0,5%; 1% e 2% em massa.

A incorporação foi feita em um cilindro de dois rolos e após esse processamento o material foi vulcanizado em termoprensa para a obtenção de filmes de 0,2mm de espessura.

### Caracterização

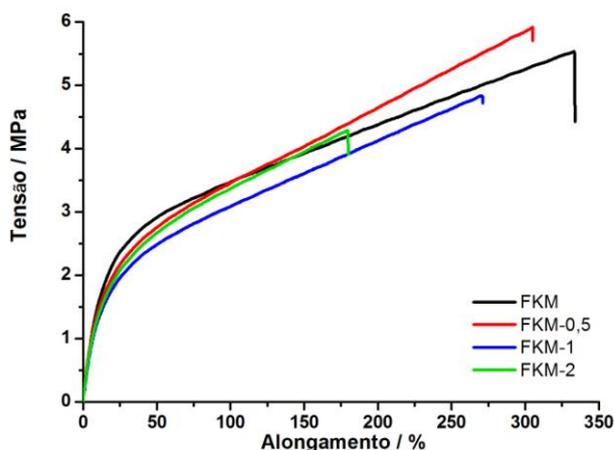
Para caracterizar as propriedades mecânicas de tensão e alongamento na ruptura, foram confeccionados sete corpo-de-prova de cada amostra em formato de tiras com 8cm de comprimento e 1cm de largura. O equipamento Texturômetro da marca Stable Microsystem foi utilizado para este ensaio, sendo a velocidade de ensaio de 500mm.min<sup>-1</sup> de acordo com a norma ASTM D-412 [5].

O índice de inchamento (Eq. 1) foi determinado, comparando-se a massa inicial da amostra com a massa final, conforme ASTM D 3616 [6]. Para este teste foi utilizado metiletilcetona (MEK) como solvente, pois este reagente é comum à borracha e à nanopartícula. A equação utilizada para o cálculo do intumescimento está demonstrada a seguir.

$$\% = \left( \frac{mf - mi}{mi} \right) * 100 \quad (1)$$

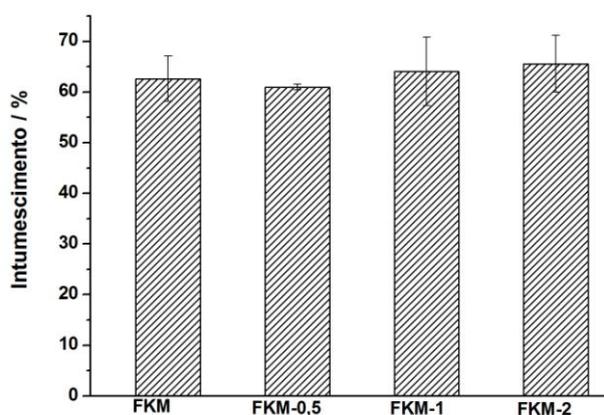
## Resultados e Discussão

Uma das aplicações do POSS 1163 indicada pelo fabricante é como agente de reticulação de borracha [7]. E este efeito da reticulação pode ser confirmado pela diminuição do alongamento dos filmes incorporados em relação ao filme FKM sem nanopartícula. As curvas tensão x deformação estão demonstradas na Fig. 1 e foi possível confirmar que quanto maior a quantidade de nanopartícula incorporada menor o alongamento sofrido pelo nanocompósito.



**Figura 1** – Curvas tensão x alongamento dos filmes FKM não incorporado e FKM incorporados com POSS.

Os resultados obtidos após o teste de intumescimento estão demonstrados na Fig. 3. O equilíbrio de inchamento foi atingido após 72h dos filmes imersos em MEK. Por este teste foi possível observar que a nanopartícula não interferiu no intumescimento. Os valores obtidos para o filme FKM não incorporado e para os filmes incorporados não apresentaram alteração significativa, sendo assim por esta técnica não foi possível confirmar o efeito da reticulação.



**Figura 3** – Resultados do teste de intumescimento dos filmes FKM não incorporado e FKM incorporados com POSS.

### Conclusões

A indicação do fabricante para a utilização de POSS 1163 como agente de reticulação de borracha foi confirmada pelos resultados obtidos após os testes mecânicos. Enquanto que o resultado de intumescimento não teve alteração significativa em seus valores. Novos ensaios de dureza e de propriedades térmicas estão sendo realizados para avaliar o efeito da nanopartícula em matriz de FKM.

## **Agradecimentos**

À CNEN pela bolsa de estudo, ao Sr. Marcelo Eduardo da Silva da empresa Flexlab.

## **Referências Bibliográficas**

1. M. Maiti; S. Mitra; A. K. Bhowmick *Polym. Degrad. Stab.*, 2008, 93, 188.
2. M. C. Righetti; G. Ajroldi; M. Vitali; G. Pezzin *J. Appl. Polym. Sci.* 1999, 73, 377.
3. J. P. Lewicki; M. Patel; P. Morrell; J. Liggat; J. Murphy; R. Pethrick, *Sci. Tech. Adv. Mater.* 2008, 9, 024403.
4. G. Pan; J. E. Mark; D. W. Schaefer *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* 2003, 41, 3314.
5. ASTM D-412 - ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, 2008, v. 09.01.
6. ASTM D-3616 - ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, 2008 v.09.01.
7. Disponível em <http://www.hybridplastics.com/products/ol1163.htm>. Acessado em 31/03/2015.