

SÍNTESE DE POLIURETANO TERMOPLÁSTICO (TPU) POR EXTRUSÃO REATIVA - CONTROLE DA SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO VIA ESPECTROMETRIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO MÉDIO

Alexandre Sonaglio Bolner¹, Vinicius Pistor¹, Rudinei Fiorio¹, Cesar Liberato Petzhold², Ademir José Zattera¹

¹Laboratório de Polímeros - UCS; ²Departamento de Química Orgânica - UFRGS.

1. INTRODUÇÃO

O poliuretano termoplástico (TPU) (Figura 1) é um material versátil que abrange uma vasta gama de aplicações industriais. Suas aplicações variam de artigos usuais a peças técnicas.

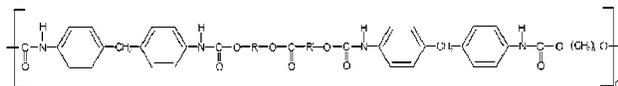


Figura 1 - Estrutura química característica do poliuretano termoplástico

O mecanismo de síntese que envolve a obtenção dos TPUs e é geralmente por adição em etapas.

A extrusão reativa vem apresentando grande interesse comercial, pois apresentam as características necessárias para um reator químico, principalmente capacidade de mistura de materiais viscosos e troca adequada de calor.

No avanço da nanociência, os oligômeros poliédricos de silsesquioxano (POSS) vêm sendo utilizados na modificação de polímeros, visando a obtenção de propriedades diferentes daquelas encontradas para os polímeros convencionais.

2. OBJETIVOS

Realizar a síntese de novos poliuretanos termoplásticos, contendo materiais híbridos orgânico-inorgânicos como extensores de cadeia, através do processo de extrusão reativa.

3. MATERIAIS

- Pré-polímero com terminações isocianato (Urecon 185, Coim, com 18% de NCO livre);
- 1,4-butanodiol (BDO, M.Cassab);
- Oligômero poliédrico de silsesquioxano isoctil trisilano-POSS (POSS, Hybrid Plastics).

4. EXPERIMENTAL

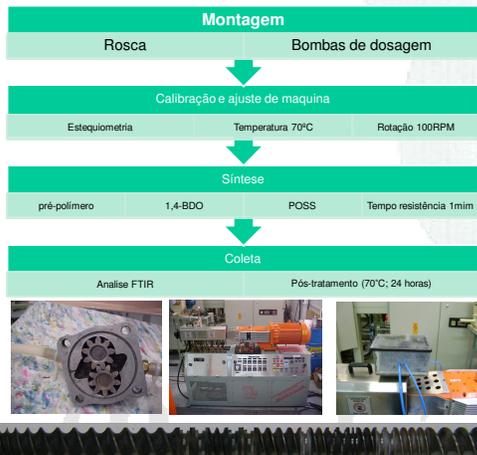


Figura 2 - Periféricos adaptados e configuração de rosca modificada para a síntese onde: (a) é a Bomba de engrenagens utilizada para a dosagem, (b) é a extrusora utilizada no experimento, (c) é a capela utilizada para controle de atmosfera e (d) é a configuração de rosca utilizada no trabalho

- A incorporação de POSS foi de 0,23; 0,57; 1,14; 2,28 % em massa;
- A estequiometria foi mantida com índice de NCO de aproximadamente 98%;
- A modificação da rosca consistiu em adicionar elementos de mistura antes da degasagem para aumentar o tempo de residência e favorecer na homogeneização do sistema;

5. RESULTADOS

Tabela 1 - resultados obtidos a partir da calibração

Síntese	Vazão Pré-pol. (g/min)	Vazão BDO (g/min)	Índice de NCO (%)
TPU/BDO	39,62 ± 0,25	7,62 ± 0,06	97,56
0,23 POSS	39,62 ± 0,22	7,64 ± 0,03	98,05
0,57 POSS	40,56 ± 0,24	7,72 ± 0,02	97,82
2,28 POSS	40,46 ± 0,47	7,70 ± 0,01	97,43

A Tabela 1 indica que as sínteses mantiveram a mesma estequiometria esperada.

A Figura 3 apresenta as bandas características de OH (3050-3600 cm⁻¹) e NCO (2090-2430 cm⁻¹) [1,2]. Com a síntese do TPU, estas bandas decrescem consideravelmente.

Segundo Corish, a vibração de NH ≈ 3300 cm⁻¹, a banda de amida I (def. axial de C=O) na forma de ombro ≈ 1695 cm⁻¹, e a absorção de amida II (def. angular de NH) ≈ 1540 cm⁻¹ habilitam ao polímero ser identificado como um poliuretano [3] (Figura 4).

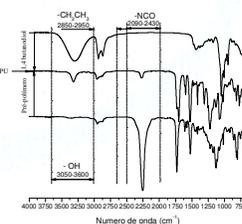


Figura 3 - Espectros obtidos para reagentes e TPU sintetizado

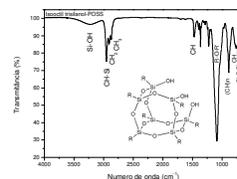


Figura 5 - espectro do isoctil trisilano-POSS

O espectro do POSS apresenta bandas características de ligação Si-OH, CH-Si e Si-O-Si [4] (Figura 5).

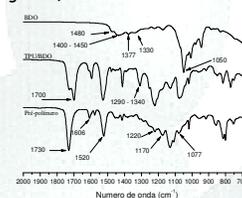


Figura 4 - Espectros obtidos para reagentes e TPU sintetizado; aproximação da Figura 3 para comprimento de onda de 2000-700 cm⁻¹

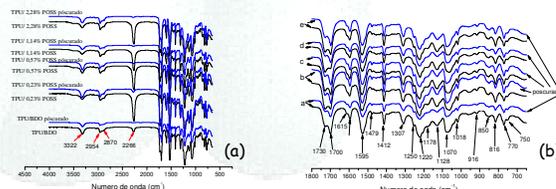


Figura 6 - Gráficas comparativas entre sínteses contendo POSS e com pós tratamento onde figura (a) comparativos entre TPU: 0%; 0,23%; 0,57%; 1,14%; 2,28% de POSS em massa e (b) aproximação para 1500-700 cm⁻¹

Nas Figura 6 (a) e (b) pode ser observado que a adição de POSS na síntese por extrusão reativa, não alterou as bandas características do TPU. Observou-se também que o pós-tratamento terminou a reação reduzindo a banda entre 2090-2430 cm⁻¹ referente ao NCO livre.

6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos em relação a dosagem dos reagentes foram satisfatórios.

As curvas de calibração mantiveram a estequiometria para o índice de NCO em aproximadamente 98 utilizado para todas as sínteses.

Os resultados obtidos a partir do FTIR nos fornecem bandas que confirmaram a obtenção do poliuretano termoplástico pelas síntese.

7. REFERÊNCIAS

- [1] Clarke, M.G.B. Drew, W. Hayes, A. Slark, P. Woodward. *Reactive and Functional Polymers*. 2006, 66: 1284-1295.
- [2] G. Lu, D. M. Kaylor. *Polymer Engineering and Science*. 2003, 43: 1863-1877.
- [3] P. J. CORISH. *Analytical Chemistry*, 1959, 31: 1298-1306.
- [4] R. M. Silverstein, F. X. Webster, D. J. Kiemle. *Identification of Organic Compounds*. Seventh Edition. John Wiley & Sons, INC. 2005.

8. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à empresa M.Cassab, pela doação de parte das matérias-primas, e à FAPERGS pela concessão da bolsa de iniciação científica.

