

## Síntese de Nanocompósitos de Polietileno/Grafite por Polimerização *in situ*

Gabrielly P. Carrão<sup>1</sup>, Ana Paula Graebin, Fabiana Fim, Griselda B. Galland, Nara R.S. Basso<sup>1</sup>  
(orientador)

<sup>1</sup>Faculdade de Química, PUCRS

### Resumo

O presente trabalho teve como objetivo desenvolver metodologia para preparo de nanolâminas de grafite por meio de tratamento químico e físico. Essas lâminas foram utilizadas para preparação de nanocompósitos de Polietileno (PE) e grafite por polimerização *in situ* usando um catalisador metalocênico.

### Introdução

As recentes aplicações dos polímeros exigem novas propriedades que nem sempre esse material apresenta. Uma das formas de modificar as propriedades dos polímeros é por meio da adição de carga inorgânica, neste caso, o material é denominado de compósito polimérico. Tem sido evidenciado um crescente interesse pela preparação de nanocompósitos de polímero/grafite, pois é observada uma melhora das propriedades quando essas são comparadas as do compósito convencional. A utilização de nanolâminas de grafite permite que os caminhos condutores de eletricidade sejam mais facilmente formados dentro da matriz polimérica. Neste trabalho, compósitos de PE/grafite expandido foram preparados por meio da polimerização *in situ*, e as propriedades elétricas foram avaliadas por meio da Espectroscopia por Impedância Elétrica.

### Metodologia

#### Preparação de nanolâminas de grafite

Seguindo a metodologia de Chen (Chen, 2003) uma mistura de ácido sulfúrico e ácido nítrico foi adicionada ao grafite natural em flocos na temperatura ambiente e sob agitação. Após a lavagem e secagem em estufa a grafite, agora intercalada, foi tratada a 1000 °C

durante 30s para a obtenção de grafite expandida. A grafite expandida foi imersa em solução aquosa de álcool 70% ficando em banho com ultrassom por 8h, para a obtenção das lâminas em escala nanométrica.

Outra metodologia testada foi a de Schniepp (Schniepp, 2006), na qual o grafite natural em flocos é misturado a ácido sulfúrico concentrado e ácido nítrico, e em banho de gelo é adicionado aos poucos clorato de potássio. Após 96 horas de reação o grafite é filtrado e seco em estufa.

### **Preparação de Nanocompósitos de Polietileno/Grafite**

Os nanocompósitos foram obtidos por meio da polimerização in situ do etileno na presença de diferentes quantidades de nanolâminas de grafite. Inicialmente as nanolâminas de grafite foram impregnadas com o coatalisador Metilaluminoxano (MAO), com objetivo de reagir com grupos funcionais presentes na superfície das nanolâminas após o processo de esfoliação. A presença de alguns grupos funcionais contendo oxigênio é importante para promover a interação química e física entre o cocatalisador e o grafite. Além da presença desses grupos poderiam desativar o catalisador metalocênico utilizado durante a polimerização do etileno. Foi usado catalisador metalocênico,  $Cp_2ZrCl_2$ , diclorobis(ciclopentadienil)zircônio(IV).

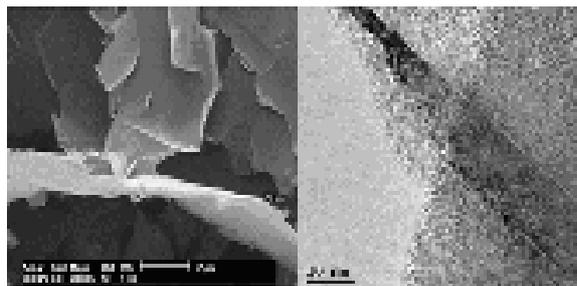
### **Caracterização**

As nanolâminas de grafite foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia de Força Atômica (AFM), Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Difração de Raios X (DRX).

Os nanocompósitos foram caracterizados por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), DRX, AFM, MET, Análise Termogravimétrica (TGA), e Medida de Impedância Elétrica.

### **Resultados e Discussão**

A caracterização por MEV e MET mostrou que a grafite natural em flocos resultou em um material com dimensões nanométricas de aproximadamente 60 nm, Figura 1. A análise por AFM indicou um afastamento em torno de 49nm e uma espessura de 22nm das nanolâminas. Por fim a DRX mostrou que os tratamentos químicos e físicos não destroem a estrutura cristalina do grafite.



**Figura 1.** Micrografia de MEV e TEM das nanolâminas de grafite

Os resultados para o nanocompósito da DSC mostraram que adição das nanolaminas não modificou significativamente a temperatura de fusão ( $T_m$ ) dos nanocompósitos em relação ao polietileno puro. A DRX comprovou uma boa dispersão das nanolâminas no polímero. A análise por AFM mostrou que as dimensões das partículas do nanocompósito estão na ordem de 68nm. A TGA comprovou que a incorporação de grafite aumenta a estabilidade térmica dos nanocompósitos por volta de  $15^\circ\text{C}$  quando comparada com o polietileno puro, pois a temperatura de degradação máxima aumenta. As análises de impedância elétrica provaram que em baixas frequências o material apresenta caráter isolante, porém para frequências acima de 100 kHz, sua impedância decai cerca de duas ordens de grandeza, indicando uma sensível melhora na característica condutora do material.

## Conclusão

Considerando os bons resultados da caracterização das nanolâminas de grafite e do nanocompósito polietileno/grafite, bem como a reprodutibilidade das metodologias utilizadas, o estudo desse tipo de polímero torna-se viável e importante, uma vez que o uso de materiais poliméricos que apresentem condutividade elétrica, entre outras propriedades presentes nesse nanocompósito, são cada vez mais requisitados.

## Referências

- CHEN, G.; WU, D.; WENG, W.; WU, C. Exfoliation of graphite flake and its nanocomposites. **Carbon**. Vol. 41, 2003, pp. 579 - 625.
- SCHNIEPP, H.; LI, J.; MCALLISTER M.; SAI, H.; ALONSO, M.; ADAMSON, D.; PRUD'HOMME, R.; CAR, R.; SAVILLE, D.; AKSAY, I. Functionalized Single Graphene Sheets Derived from Splitting Graphite Oxide. **Journal of Physical Chemistry B Letters**. Vol.110, 2006, pp. 8535 – 8539.