

Introdução

A reação de hidrossililação consiste num método para a adição de hidrossilanos às ligações duplas ou triplas, gerando terminações de alcoxissilanos ($-\text{Si}(\text{OR})_3$), sendo catalisada por complexos de ródio, paládio e platina.

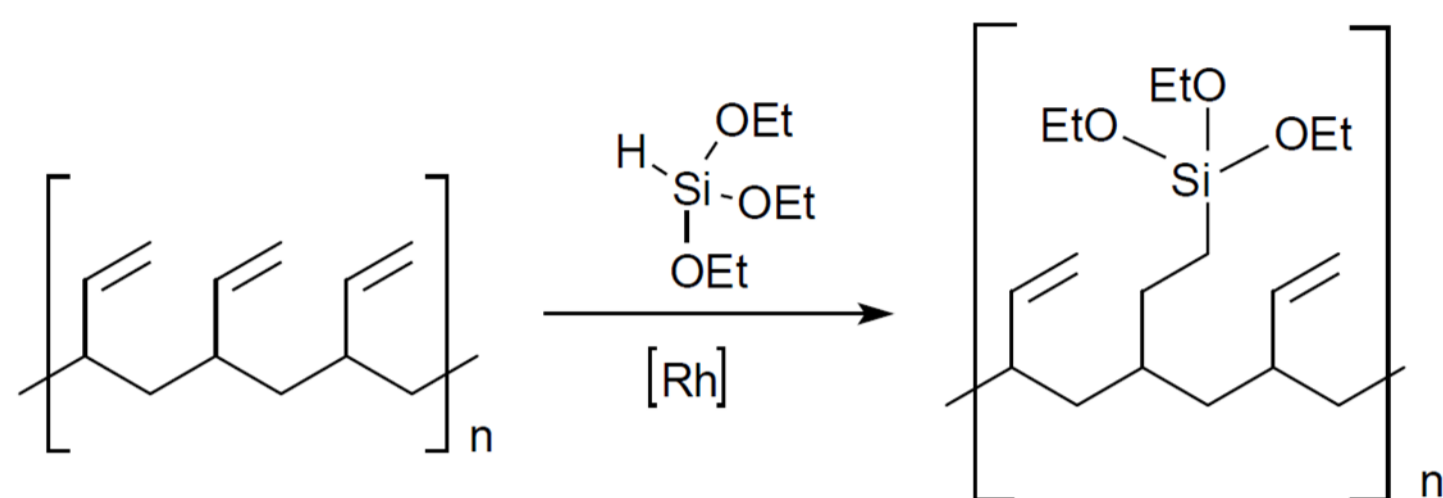


Figura 1: Reação de hidrossililação

Dessa forma, este projeto objetiva a produção de materiais híbridos pela reação de hidrossililação utilizando-se um polidieno como substrato olefínico e um silano hidrolisável para que, após a conversão, os grupamentos adicionados se condensem ao tetraetilortossilicato (TEOS) via processo sol-gel.

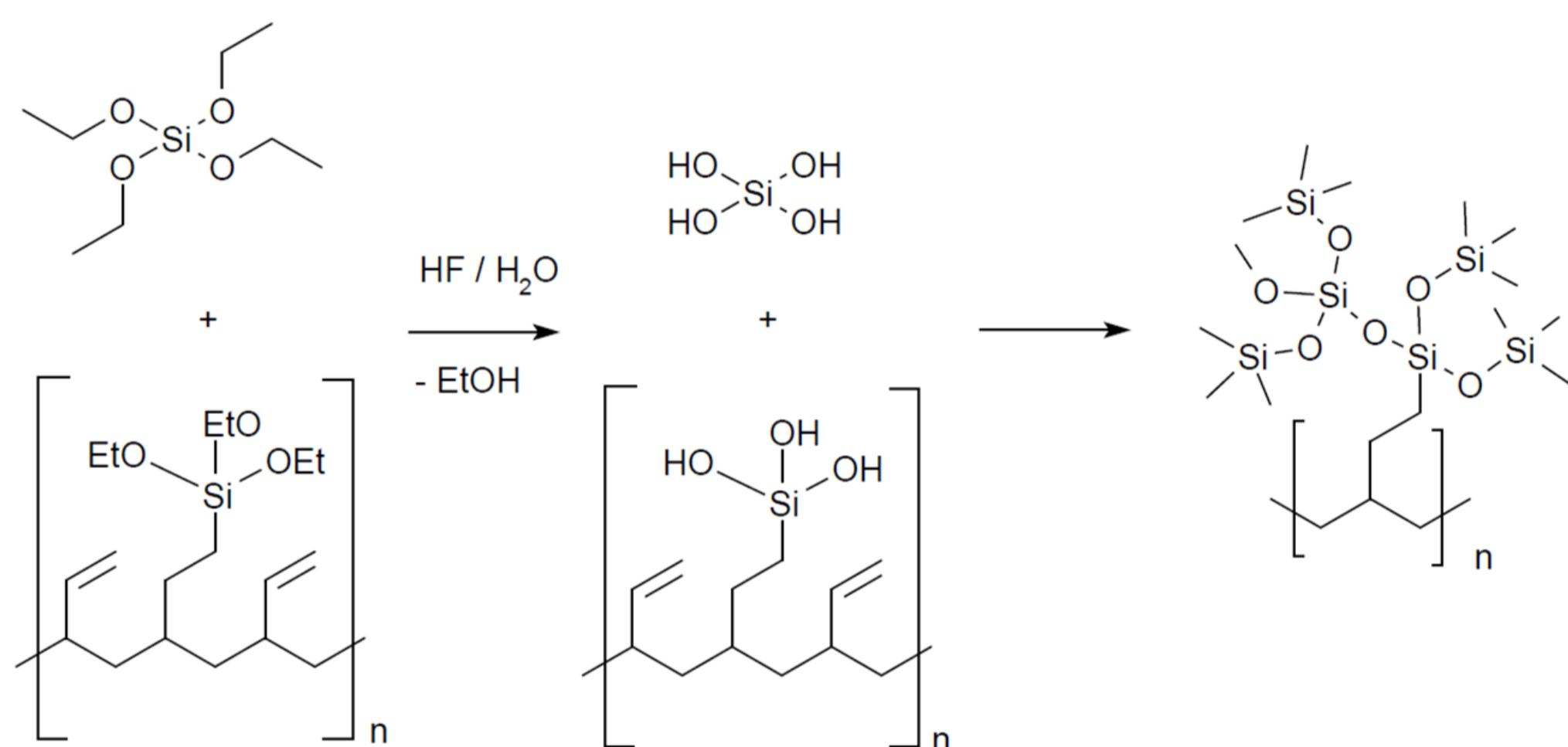


Figura 2: Polimerização sol-gel

Metodologia

Utilizou-se como substrato polibutadieno comercial que foi submetido a caracterização por RMN ^1H e Cromatografia de permeação em gel (GPC). As reações foram submetidas a um planejamento fatorial de experimentos seguindo os parâmetros demonstrados na Tabela 1:

	-2	-1	0	+1	+2	
[Rh]	0,4	0,6	0,8	1	1,2	mmol/L
[Dv]	250	300	350	400	450	mmol/L
[Si]	50	150	250	300	350	mmol/L
Temp	-	93	100	107	-	°C

Experimento	[Rh]	[Dv]	[Si]	Temp
1	0	+2	0	0
2	+1	-1	+1	-1
3	+2	0	0	0
4	-1	+1	+1	-1
5	0	0	0	0
6	0	0	-2	0
7	+1	-1	-1	+1
8	+1	+1	+1	+1
9	0	0	0	0
10	0	0	0	0
11	0	0	+2	0
12	0	-2	0	0
13	+1	+1	-1	-1
14	-1	-1	+1	+1
15	-1	-1	-1	-1
16	-1	+1	-1	+1
17	-2	0	0	0

Tabela 1: Planejamento fatorial de experimentos

Foram pesados aproximadamente 25 mg de catalisador, sob atmosfera de argônio, para um Schlenk, no qual foram adicionados trietoxissilano e uma solução de polibutadieno em tolueno em quantidades variadas de acordo como experimento, mantendo aquecimento por 24 h. Parte do polímero hidrossililado permaneceu ao vácuo por 20 h para remover o solvente e o excesso de silano, sendo após caracterizado por gravimetria clássica. O restante do produto foi submetido a agitação vigorosa, adicionado ao TEOS e ácido fluorídrico 40% por 10 minutos, seguido da evaporação lenta do solvente para obtenção de um filme híbrido.

Resultados

O planejamento fatorial foi realizado até serem obtidos os resultados das replicatas no ponto central (em destaque na tabela 2).

Experimento	[Rh]	[Dv]	[Si]	Temp	% Hidrossililação
1	0	+2	0	0	4,141
2	+1	-1	+1	-1	6,029
3	+2	0	0	0	4,773
4	-1	+1	+1	-1	5,069
5	0	0	0	0	5,854
6	0	0	-2	0	6,892
7	+1	-1	-1	+1	4,139
8	+1	+1	+1	+1	5,252
9	0	0	0	0	5,999
10	0	0	0	0	6,866

Tabela 2: Resultados do planejamento fatorial

Conclusão

A reação de hidrossililação em polibutadieno precisa ser melhor investigada, a fim de ser encontrada a faixa de concentrações na qual está situado o ponto ótimo. Conclui-se ainda, que a reação evolui de melhor maneira em soluções diluídas de polibutadieno.

A partir disso, o erro experimental, para uma confiança de 95% foi de $\pm 1,75$, o qual engloba todos os resultados.

A análise de GPC indicou uma massa molar para o polibutadieno utilizado 33 vezes maior do que o descrito na literatura, sendo um indício de que a viscosidade é fator limitante para a reação, pois dificulta o transporte de massa. Isso é comprovado por uma reação adicional, nas condições:

[Rh]	[Dv]	[Si]	Temp	% Hidrossililação
0,33 mmol/L	66,75 mmol/L	66,75 mmol/L	100 °C	12,75



Figura 3: Materiais híbridos obtidos

Agradecimentos