

#### República Federativa do Brasil

Ministério da Economia Instituto Nacional da Propriedade Industrial

# (21) BR 102019014352-5 A2

(22) Data do Depósito: 11/07/2019

(43) Data da Publicação Nacional: 12/01/2021

(54) Título: REDE POLIMÉRICA INTERPENETRANTE DE ELASTÔMEROS DE POLIURETANO E POLI(3-METILTIOFENO) E RESPECTIVO MÉTODO DE CONFECÇÃO

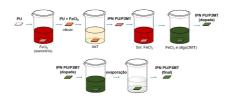
(51) Int. Cl.: C08L 75/04; C08L 65/02.

(52) CPC: C08L 75/04; C08L 2205/04; C08L 65/02; C08K 2201/001; C08L 2203/20.

(71) Depositante(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANA.

(72) Inventor(es): LUIZ FERNANDO SOUZA; SÔNIA FARIA ZAWADZKI.

(57) Resumo: REDE POLIMÉRICA INTERPENETRANTE DE ELASTÔMEROS DE POLIURETANO E POLI(3-METILTIOFENO) È RESPECTIVO MÉTODO DE CONFECÇÃO A presente invenção pertence ao campo técnico de compostos macromoleculares orgânicos, sua preparação, seu processamento químico e composições, da ciência de materiais e da ciência de polímeros, mais especificamente se refere à confecção de uma rede polimérica interpenetrante constituída pelo elastômero de poliuretano e pelo polímero condutor poli(3-metiltiofeno). A presente invenção se caracteriza pela síntese química de um novo material constituído pelo polímero condutor poli(3-metiltiofeno) (P3MT) e um elastômero de poliuretano (PU). A síntese deste material se dá através da polimerização do monômero 3-metiltiofeno (3MT) pelo agente oxidante cloreto férrico anidro (FeCl3), sendo este sintetizado na presença do elastômero de poliuretano. As cadeias deste polímero condutor se formam e se acomodam no volume livre da rede poliuretânica, ou seja, no espaço livre entre as cadeias do elastômero. O PU é obtido por meio da reação entre o poliol polipropilenoglicol 1000 (PPG1000) e o diisocianato de 2,4 tolileno (TDI). O material resultante é uma mistura de polímeros denominada rede polimérica interpénetrante (IPN), nas quais há a polimérização de um polímero em presença ao outro. A IPN entre o poliuretano e o poli(3-metiltiofeno) possui como (...).



"REDE POLIMÉRICA INTERPENETRANTE DE ELASTÔMEROS DE POLIURETANO E POLI(3-METILTIOFENO) E RESPECTIVO MÉTODO DE CONFEÇÃO"

001 A presente invenção pertence ao campo técnico de compostos macromoleculares orgânicos, sua preparação, seu processamento químico e composições, da ciência de materiais e da ciência de polímeros, mais especificamente se refere à confecção de uma rede polimérica interpenetrante constituída pelo elastômero de poliuretano (PU) e pelo polímero condutor poli(3-metiltiofeno) (P3MT) que doravante será denominada(IPN PU-P3MT).

#### ESTADO DA TÉCNICA

Uma rede polimérica interpenetrante (Interpenetrating Polymer Network-IPN) é um tipo de mistura de dois polímeros, sendo pelo menos um deles sintetizado, ou interligado, na presença do outro.

Com o desenvolvimento de novos dispositivos opto-eletrônicos e sensores químicos, novas formas e características destes têm sido exploradas. Com o avançar da tecnologia, dispositivos como telas dobráveis, sensores eletroquímicos ou células fotovoltaicas têm demandado a confecção de materiais flexíveis. Na literatura são encontrados os mais diversos tipos de materiais que atendem a esta demanda. Alguns destes materiais são: filmes finos de polímeros condutores recolhidos em substratos flexíveis, como o PET ou PU; resultantes da confecção de blendas poliméricas entre polímeros condutores e elastômeros, como o PU; ou resultantes da síntese de compósitos/nanocompósitos estáveis entre látices poliméricas e grafeno. Há também um material resultante da síntese de poli(3-metiltiofeno) (P3MT) em poliuretano, contudo este apresenta morfologia e classificação distintas da presente invenção, além de propriedades e rota sintética diferentes ["Ruckestein, E., Sun, Y., Synthesis of surface conductive polyure than efilms, Synthetic Metals, v. 75, 79-84, 1995"; e "Lee, E-K., Choi, S-Y., Electricallyconductivecompositesprepared from 3methyl thiophenebythe FeCl<sub>3</sub>oxidationmethod, Korean J. Chem. Eng, v. 23, 1055-1062, 2006"]. Na tentativa de criar um material condutor e flexível, nestes estudos em paralelo, o monômero3-metiltiofeno(3MT) foi misturado ao pré-polímero de

PU, à base de polipropilenoglicol (PPG) e diisocianato de 2,4-tolileno (TDI). Com a cura do PU, imergiu-se o filme PU/3MT em solução de FeCl<sub>3</sub> em acetato de etila. Devido à rapidez da reação é formado um revestimento enegrecido ao redor do filme de PU. Ao final obtêm-se um filme de PU apenas revestido com uma fina camada de P3MT condutora.

#### PROBLEMA TÉCNICO

Os materiais encontrados no Estado da Técnica apresentam ao menos uma característica inconsistente com o fim desejado, tal como baixa condutividade (conforme índices indicados na Tabela 1, abaixo), baixa resistência à fadiga ou torção, macroscopicamente heterogênea ou de custo elevado.

Tabela 1 - Valores de resistência de algumas referências.					
Composição	Resistência $(\Omega)^{A}$ ou	Condutividade			
	Resistividade $(\Omega/\Box)^B$	$((\Omega m)^{-1})$			
Blenda PU/PANI	$(47,0)^B$	$4.1\cdot10^3$			
Filme de P3MT em	-//-	8,4			
substrato Kapton					
PU revestido com	$(2,4\cdot 10^{-3})^B$	$4,2\cdot 10^{-1}$			
P3MT					
PT-co-PU	$(3,7\cdot 10^4)^A$	$3.5 \cdot 10^{-3}$			
PANI-co-PU	$(2.5 \cdot 10^3)^B$	$4.0 \cdot 10^{-6}$			
Filme fino de P3MT	$(1,1\cdot 10^4)^B$	-//-			
Blenda PU/PANI	$(1,53\cdot 10^5)^B$	-//-			

### SOLUÇÃO TÉCNICA

Para ultrapassar às limitações citadas no item anterior e, assim, suprir a necessidade de apresentar flexibilidade e condutividade elétrica em um mesmo material, recorreu-se à síntese na forma de uma rede polimérica interpenetrante (IPN). As IPNs constituem um tipo de específico de mistura de polimérica, mistura em que se requer o entrelaçamento físico entre as cadeias poliméricas dos distintos polímeros. Isto pode culminar na compatibilização química dos constituintes, tornando-o um material único e macroscopicamente homogêneo e, de maneira

sinérgica, exibir as propriedades de ambos os constituintes. De forma inovadora e utilizando uma rota sintética simples, com apenas duas etapas principais, realizou-se a síntese desta rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli-3-metiltiofeno (IPN PU-P3MT). Por conter majoritariamente um elastômero de poliuretano (de 60% a 75% em massa), a rede interpenetrante da qual a invenção é composta, exibe, como um material, a flexibilidade desejada, além de demonstrar-se mais resistente e de menor custo, se comparado aos materiais supracitados. Devido à presença do polímero condutor poli(3-metiltiofeno) e cloreto férrico (FeCl<sub>3</sub>) (de 25% a 40% em massa) na estrutura da rede, esta apresenta a propriedade de conduzir eletricidade.

006 Por reunir ambas as propriedades contrastantes em um mesmo material macroscopicamente homogêneo, a presente invenção propicia uma rede polimérica interpenetrante inusitada frente ao estado da técnica.

007 A presente invenção se caracteriza pela síntese química de um novo material constituído pelo polímero condutor poli(3-metiltiofeno) (P3MT) e um elastômero de poliuretano (PU). A síntese deste material se dá através da polimerização do monômero 3-metiltiofeno (3MT) pelo agente oxidante cloreto férrico anidro (FeCl<sub>3</sub>), sendo este polimerizado na presença do elastômero de poliuretano. As cadeias deste polímero condutor se formam e se acomodam no volume livre da rede poliuretânica, ou seja, no espaço livre entre as cadeias do elastômero. O PU é obtido por meio da reação entre o poliol polipropilenoglicol 1000 (PPG1000) e o diisocianato de 2,4 tolileno (TDI). O material resultante é uma mistura de polímeros denominada rede polimérica interpenetrante (IPN), nas quais há a polimerização de um polímero em presença ao outro. A IPN entre o poliuretano e o poli(3-metiltiofeno) possui como características a flexibilidade do elastômero e a condutividade elétrica proveniente do polímero condutor.

#### ASPECTOS VANTAJOSOS

008 A presente invenção permiteconfeccionar um único material que contenha as seguintes características: boa condutividade, flexibilidade, homogeneidade e baixo custo.

O09 As IPNs PU-P3MT sintetizadas apresentaram-se mais condutoras em relação ao poliuretano base.Frente ao estado da técnica, o material sintetizadopropiciado pela presente invenção possui maior condutividade (conforme observado na Tabela 2 abaixo), além de possuir a vantagem de ser flexível e macroscopicamente homogêneo.

Tabela 2 - Valores de resistência IPN PU/P3MT				
Composição Resistência (Ω)		$Condutividade((\Omega m)^{-1})$		
IPN PU/P3MT	$1.0 \times 10^{-3} \text{ a } 5.0 \times 10^{1}$	5,0 x 10 <sup>-3</sup> a 3,0		

0010 Acrescenta-se, ainda, que na presença de um eletrólito, o próprio PU apresenta eletroatividade, devido à corrente capacitiva que os eletrólitos são capazes de ocasionar. Já as IPNs PU-P3MT, devido à presença do P3MT e do FeCl<sub>3</sub>, exibem pares redox reversíveis e eletroativos, o que confere às IPNs PU-P3MT a possibilidade de serem utilizadas como sensores ou eletrodos seletivos. Por apresentarem correntes capacitivas consideráveis, podem ser alternativamente empregadas como capacitores ou na confecção de células fotovoltaicas.

0011 A IPN PU-P3MT, com sua característica de material semi-condutor, possibilita a substituição dos materiais condutores ou semi-condutores tradicionais, de acordo com a formado elastômero e sua função, tal como fio ou filme, podendo ser empregado em dispositivos eletrônicos flexíveis sem o rompimento do material. 0012 A IPN PU-P3MT obtida por meio do método da presente invenção, de modo não restritivo, pode ser utilizada: em forma de filmes para confecção de dispositivos opto-eletrônicos com função de capacitor do dispositivo; em sua forma natural e na forma de filme como eletrodo seletivo para espécies químicas caso conectado a um aparato eletroanalítico; em sensores e como revestimento de proteção para sensores de pressão sem a perda de informação devido à condutividade do material.

#### BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

0013 A Figura 1apresenta um esquema da obtenção da IPN PU-P3MT a partir do PU.

- 0014 A Figura 2, apresenta fotografias dos corpos de prova de PU após as etapas de reação.
- 0015 A Figura 3 apresenta espectros de FTIR-ATR das composições de IPN.
- 0016 A Figura 4 apresenta um comparativo dos espectros Raman das composições de IPNsPU-P3MTexcitadas com o laser verde.
- 0017 A Figura 5 apresenta um comparativo dos espectros Raman das composições de IPNsPU-P3MTexcitadas com o laser vermelho.
- 0018 A Figura 6 apresenta voltamogramas das composições de IPNs PU-P3MT, em destaque, ampliação da IPN 7% GLI.
- 0019 A Figura 7 apresenta valores de condutividade para as IPNsPU-P3MT em  $(\Omega m)^{-1}$ .

### DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

- 0020 A presente invenção refere-se àrede polimérica interpenetrante de elastômeros de poliuretano e poli(3-metiltiofeno) (IPN PU-P3MT), respectivo método de confecção,compreendido por duas etapas a partir do poliuretano base, e cuja dita rede polimérica interpenetrante é passível de ser utilizada em isolado ou como parte da composição de um outro material.
- 0021 A confecção da IPN PU-P3MT da presente invenção se dá em duas etapas: a primeira é a síntese do poliuretano base, incrementada inusitadamente por uma segunda etapa em que ocorre a síntese do poli(3-metiltiofeno) no volume livre do elastômero de poliuretano.

#### Síntese do Poliuretano

- 0022 A síntese do poliuretano também ocorre em duas etapas, sendo que na presente invenção é composta por quatro diferentes composições de poliuretano, nas quais há a variação tanto no excedente do diisocianato de 2,4-tolileno (em 2% e 7% de NCO<sup>-</sup> livre), como no uso do agente de extensão de cadeia, dietileno glicol (DEG), ou do agente de reticulação, glicerol (GLI).
- 0023 A primeira etapa é denominada síntese do pré-polímero, que compreende cadeias pequenas contendo apenas unidades repetitivas de polipropileno glicol e de diisocianato de 2,4 tolileno. Esta massa polimérica é liquida, incolor epossui fluidez.

Para esta etapa da síntese, adiciona-se o polipropileno glicol a um balão de fundo redondo em um banho termostatizado em temperatura entre 70°C e 95°C, a qual é mantida por toda a reação. Sob agitação mecânica constante, é vertido o diisocianato de 2,4 tolileno em seus respectivos excessos estequiométricos de 2% e 7% de NCO livre. Ao atingir o período compreendido entre 90 minutos a 120 minutos de reação, adiciona-se o DEG ou o GLI, encerrando a primeira etapa. O procedimento subsequente se dá pelo período de 2 minutos a 20 minutose com temperatura entre 70°C a 95°C. Ao término deste tempo, interrompe-se a agitação e aplica-se pressão reduzida para a retirada de ar da massa polimérica que, mesmo sendo um líquido incolor, possui um aumento relativo na sua viscosidade. Interrompe-se a reação e verte-se o líquido viscoso resultante em um molde previamente preparado com desmoldante. O produto no molde é encaminhado à estufa à vácuo e é deixado para cura pelo período de 20 horas a 96horas na mesma faixa de temperatura de 70°C a 95°C das etapas anteriores. Ao final, obtêm-se um material resistente e flexível, o elastômero de poliuretano, que será base da rede interpenetrante.

#### Síntese do Poli(3-Metiltiofeno) e Confecção da Rede Interpenetrante

0024 A segunda etapa da confecção da rede é a síntese do polímero condutor, que se dá em duas etapas. Para a síntese do poli(3-metiltiofeno) no volume livre do poliuretano, foram utilizados corpos de prova de dimensão2,0 cm x 2,0 cm, com espessura variável entre 0,05 cma 0,5 cm. Estes corpos de prova de poliuretano, de aspecto borrachoso, firme e transparente, são imersos em uma solução de cloreto férrico (FeCl<sub>3</sub>) em acetonitrila (solvente) com concentração variando entre 0,05 mol.L<sup>-1</sup>a 2,5 mol.L<sup>-1</sup> pelo período de 12 horas a 48horas em temperatura entre 15°Ca 25°C. Dado o período de imersão, os corpos adquirem a coloração vermelho-alaranjada, por absorver a solução de cloreto férrico.

0025 Este corpo, contendo a solução, é encaminhado para a estufa à vácuo por 12 horasa 96horas para a retirada do solvente. O poliuretano contendo FeCl<sub>3</sub> em sua rede é imerso no monômero 3-metiltiofeno em temperatura entre 15°Ca 25°C, assim, o monômero em contato com o cloreto férrico retido na rede do poliuretano,

polimeriza. Ao final de 12 horas a 48 horas de imersão, o corpo torna-se azulesverdeado, devido à presença do poli(3-metiltiofeno) em seu estado mais oxidado. Visualiza-se, também, que a solução ao redor do corpo adquire a mesma coloração, devido às frações solúveis do polímero condutor. Para garantir total conversão e incorporação do poli(3-metiltiofeno) na rede, o corpo contendo o polímero condutor na rede do poliuretano é imerso na solução resultante da última etapa pelo período de 6 horas a 48 horas e, após isto, a solução é deixada para evaporar em temperatura entre 15°Ca25°C, por até36 horas, para que não haja o rompimento da rede.

0026 Para retirada total do solvente, a rede polimérica interpenetrante é encaminhadaà estufa a vácuo pelo período entre12 horas a72 horas. Ao fim, obtémse a rede polimérica interpenetrante do elastômero de poliuretano e do polímero condutor poli(3-metiltiofeno). Para melhor representar a confecção da IPN PU-P3MT, a Figura 1 exibe as etapas de síntese do material, desde o poliuretano base até a formação da IPN PU-P3MT. Já a Figura 2 apresenta imagens do material em cada etapa de síntese: a) PU puro (incolor); b) PU contendo FeCl<sub>3</sub>; c) IPN PU/P3MT<sub>(reduzido)</sub>; d) IPN/P3MT<sub>(dopado)</sub> – azul esverdeado escuro; e) IPN após a secagem.

0027 A existência de uma rede polimérica interpenetrante entre o poliuretano, conforme a composição e aspecto apresentados, e o poli(3-metiltiofeno), seguindo a definição e ocasionando o entrelaçamento físico entre as cadeias distintas, só pode ser alcançada utilizando o método revelado pela presente invenção. Assim, IPN PU-P3MT só ocorre com a incorporação do cloreto férrico e posteriormente imersão no monômero 3-metiltiofeno. Apenas utilizando o relatado método, o material obtido, objeto desta invenção, exibe como propriedades homogeneidade, flexibilidade e condutividade elétrica. Para exibir tais propriedades, o polímero condutor e o FeCl<sub>3</sub>alcançam entre 25%a 40% em massa do total da composição da IPN PU-P3MT desta invenção.

#### Caracterizações e propriedades

0028 Para verificar e comprovar algumas das propriedades da IPN PU-P3MT, alguns procedimentos e caracterizações foram realizados.

#### Espectroscopia na Região do Infravermelho (FTIR)

0029 Através deste tipo de análise pode-se determinar os tipos de ligações e funções químicas presentes no material analisado. Ao incidir radiação infravermelha no material, a amostra absorve ou reflete uma radiação característica de um determinado tipo de ligação. Os sinais que caracterizam determinado tipo de ligação nesta caracterização são denominados de bandas. Para comprovação da formação do P3MT na rede polimérica, fez-se a análise no modo reflectância total atenuada (ATR) da rede polimérica final obtida, a qual é exibida na Figura 3. A Tabela 3, apresentada abaixo, contém as denominações das principais bandas contidas em ambos os espectros, assim evidenciando as principais bandas referentes ao poliuretano e ao poli(3-metiltiofeno). As denominações de bandas 'H', 'I' e 'J' identificam tipos de ligações químicas presentes no poli(3-metiltiofeno) como ligação entre átomos de carbono e enxofre e, também, banda referente exclusivamente a anel aromático, presente nos politiofenos ramificados. Assim, por esta caracterização,identifica-se a síntese do poli(3-metiltiofeno) na rede.

Tabela 3 - Atribuições das principais bandas dos PUs e IPNs.					
Denominação	Nº de onda (cm <sup>-1</sup> )	Atribuição			
A	$3500 - 3300 \text{ cm}^{-1}$	Bandas de v (N-H) ou (O-H)			
В	2984 – 2854 cm <sup>-1</sup>	$v(C-H)sp_3$			
C	$1722 - 1699 \text{ cm}^{-1}$	v (C=O)			
D	1597 – 1591 cm <sup>-1</sup>	$v(C=C)_{aromático}$			
E	$1535 - 1516 \text{ cm}^{-1}$	$\delta$ (N-H)			
F	$1227 - 1219 \text{ cm}^{-1}$	v (C-N)			
G	$1078 - 1068 \text{ cm}^{-1}$	v (C-O) <sub>éter</sub>			
Н	827 – 824 cm <sup>-1</sup>	$\delta$ (anel tiofênico 2, 3, 5 substituído)			
I	704 – 700 cm <sup>-1</sup>	$\delta$ (C-S-C)			
J	$632 - 626 \text{ cm}^{-1}$	v (C-S)			

#### Espectroscopia Raman

0030 Semelhante à espectroscopia na região do infravermelho, a espectroscopia Raman analisa e determina tipos de ligação e função química. No entanto, é um método distinto, em que um laser com comprimento de onda discreto incide sobre amostra, na qual há espalhamento energético devido à interação do laser com a matéria da amostra. Ao retornar ao equipamento, a radiação, com diferença energética, é interpretada e assim construído o espectro. Nesta espectroscopia, os

sinais também são denominados bandas e referem-se às ligações químicas e às conformações exibidas pelas moléculas. Diferentemente do infravermelho, esta espectroscopia confere dados quantitativos.

0031 Foram realizadas análises em dois lasers de comprimento de onda distintos, de 532 nm (verde) e de 633 nm (vermelho). As Figuras 4 e 5 apresentam, respectivamente, os espectros das IPNs PU-P3MT no laser vermelho e verde. No entanto, nesta análise, só foi possível identificar bandas referentes ao polímero condutor poli(3-metiltiofeno), uma vez que o poliuretano sofre fluorescência com a incidência do laser sobre às amostras, apresentando um halo ao invés de bandas.Para anulá-lo nos espectros foi realizado o procedimento de linha base. As atribuições das bandas referente ao poli(3-metiltiofeno) nos espectros da IPN PU-P3MT estão contidos na Tabela 4, abaixo.

Tabela 4 - Atribuições das principais bandas no P3MT nas IPNs PU-P3MT.					
A tribuição	P3MT		Notação		
Atribuição	Reduzido	Oxidado	Notação		
$v C_{\alpha} = C_{\beta} (assim.)$	1512	1498	$\nu_1$		
$v C_{\alpha} = C_{\beta}$	1445	-//-	$v_2$		
Radical-cátion (Quinóide)	-//-	1420	$Q_I$		
Dicátion (Quinóide)	-//-	1395	$Q_2$		
δ CH <sub>3</sub> no plano (deformação)	1383	-//-	F		
$v C_{\beta} - C_{\beta}$	1352	1353	$v_3$		
$v C_{\alpha} - C_{\alpha}$	1206	1217	$\nu_4$		
δ C <sub>β</sub> -H (bend)	1182	1188	$v_5$		
$v C_{\alpha}$ - $C_{\alpha}$ , (assim.)	1146	1160	$E_1$ , $E_2$		
v anel-CH <sub>3</sub>	983	983	D		
v C-S (anel)	872	865	C		
δ C-S-C (deformação do anel)	737	736	$v_6$		
δ C-S-C (deformação do anel)	718	721	$v_7$		
δ do anel no plano	548	548	В		
δ CH <sub>3</sub> fora do plano (bend)	274	274	A		

#### Voltametria Cíclica

0032 Nesta análise aplica-se potencial elétrico na amostra, desde regiões mais negativas até as mais positivas, ou seja, uma varredura, com a finalidade de obter resposta em forma de corrente elétrica. Se o material for eletroativo, apresentará sinais ou ondas voltamétricas, indicando que o material sofre reações do tipo redox. Estas reações indicam que o material pode ser utilizado como dispositivo

eletroquímico, por exemplo, um sensor. A Figura 6 apresenta os voltamogramas das composições de IPNs PU-P3MT e sinais referentes às reações de oxidação e redução que ocorrem na amostra. No sentido de oxidação, em potencial aproximado de -0,2 V, as IPNs apresentam onda voltamétrica referente à oxidação do iniciador/dopante FeCl<sub>3</sub> e em 0,2 V uma banda alargada, sinal característico de polímeros condutores, referente ao P3MT. No sentido contrário, deredução, apresenta uma onda mais alargada e sem distinção das espécies, referente à redução do cloreto férrico e do polímero condutor. Assim, a rede IPN PU-P3MTapresenta eletroatividade, podendo ser empregada como dispositivo eletroquímico como, por exemplo, sensor ou eletrodo seletivo. O perfil espesso entre as curvas nos voltamogramas, sentido de oxidação (sentido positivo) e o de redução (sentido negativo), indica a ocorrência da denominada corrente capacitiva, ou seja, a energia que o material retém. Assim, as IPNs PU-P3MT podem ser empregadas como capacitores.

#### Medida de Resistência Elétrica: Método Quatro Terminais

0033 Para verificar a propriedade de condução elétrica na IPN PU-P3MTutilizouse do método quatro terminais nas amostras. Nesta caracterização é aplicada uma diferença de potencial em pontos diferentes e opostos da amostra, pelos quais percorre-se a corrente elétrica, no caso de um material condutor. Em outros dois pontos distintos da amostra, em superfície ortogonal aos que se aplicou a corrente, é verificada a resistência elétrica. Por meio da resistência elétrica obtida, calcula-se a condutividade do material. A Figura 7 apresenta os valores de condutividade calculados para cada composição de IPN PU-P3MT. Verifica-se que a IPN PU-P3MT é um material semi-condutor, que possui uma condutividade elétrica na ordem de até 10¹ (Ωm)⁻¹, assim atingindo o principal objetivo da invenção, ou seja, um material passível de condução elétrica. Os valores de condutividade obtidos nas IPNs PU-P3MTsão demasiadamente superiores à condutividade do PU base, que não pode ser aferida devido à alta resistividade do mesmo, pois ao ser analisado ultrapassa o limite de aferição do equipamento utilizado, caracterizando o PU base como um material isolante.

### REIVINDICAÇÕES

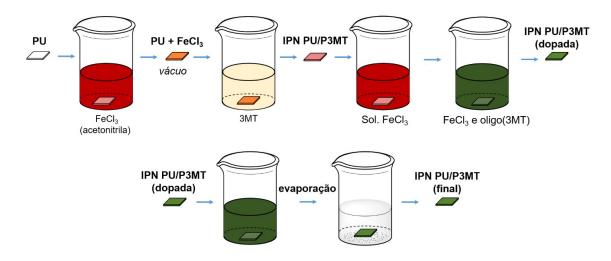
- 1. O método de confecção de uma rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli(3-metiltiofeno), caracterizado pelo monômero 3-metiltiofeno ser polimerizado na estrutura do poliuretano, cuja sequência de etapas de síntese do poli(3-metiltiofeno) na rede do poliuretano se divide em duas etapas principais, sendo: uma primeira etapa de imersão do elastômero de poliuretano em uma solução de cloreto férrico (reagente de polimerização e dopante do poli(3-metiltiofeno)) em acetonitrila para a inserção da espécie química em sua estrutura; e uma segunda etapa de imersão deste composto, contendo cloreto férrico, no monômero 3-metiltiofeno, para síntese do poli(3-metiltiofeno) e obtenção da dita rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli(3-metiltiofeno).
- 2. O método de confecção de uma rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli(3-metiltiofeno), de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pela síntese do polímero condutor, compreender:
- imergir corpo de prova de poliuretano em uma solução de cloreto férrico (FeCl<sub>3</sub>) em acetonitrila (solvente) com concentração na faixa de 0,05mol.L<sup>-1</sup> a 2,5 mol.L<sup>-1</sup> pelo período de 12 horas a 48 horas em temperatura entre 15°C a 25°C;
- encaminhar dito corpo de prova para o vácuo pelo período de12 horas a 96 horas para a retirada do solvente;
- imergir o poliuretano contendo FeCl<sub>3</sub> em sua rede no monômero 3-metiltiofeno em temperatura entre 15°C a 25°C, de modo que o monômero em contato com o cloreto férrico retido na rede do poliuretano, polimerize;
- imergir o corpo contendo o polímero condutor na rede do poliuretano na solução resultante da última etapa pelo período de 12 horas a 48 horas, de modo a garantir total conversão e incorporação do poli(3-metiltiofeno) na rede;
- evaporar a solução em temperatura entre 15°C a 25°C, por até 36 horas, para que não haja o rompimento da rede;
- encaminhar a rede interpenetrante à estufa a vácuo pelo período de 12 horas a 72 horas, para retirada total do solvente; e
  - obter a rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e

poli(3-metiltiofeno).

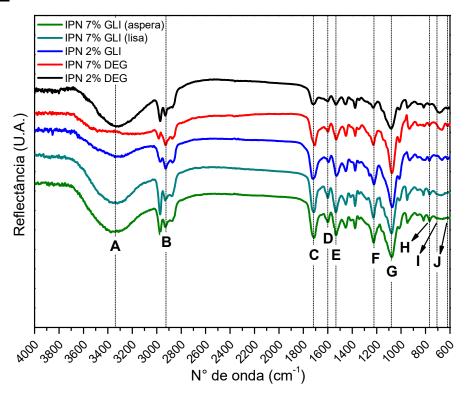
- 3. A rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli(3-metiltiofeno) obtida pelo método da reivindicação 1 ou 2, <u>caracterizada por</u> compreender o entrelaçamento físico entre as cadeias poliméricas de poliuretano e poli(3-metiltiofeno), sendo macroscopicamente homogênea e compreendendo uma condutividade elétrica na faixa de  $5.0 \times 10^{-3} (\Omega \text{m})^{-1}$  a  $3.0 (\Omega \text{m})^{-1}$ .
- 4. A rede polimérica interpenetrante de elastômero de poliuretano e poli(3-metiltiofeno) de acordo com a reivindicação 3, <u>caracterizada por</u> seu uso na confecção de dispositivos opto-eletrônicos, capacitores, sensores ou eletrodos seletivos.

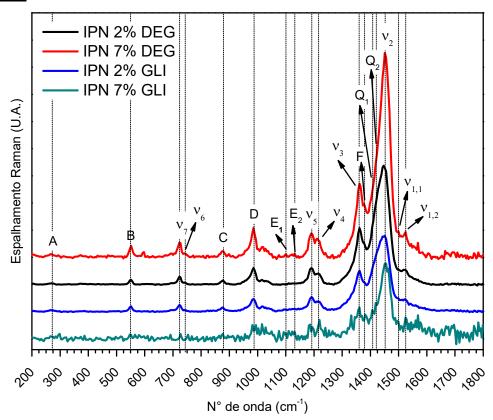
### **DESENHOS**

### Desenho 1

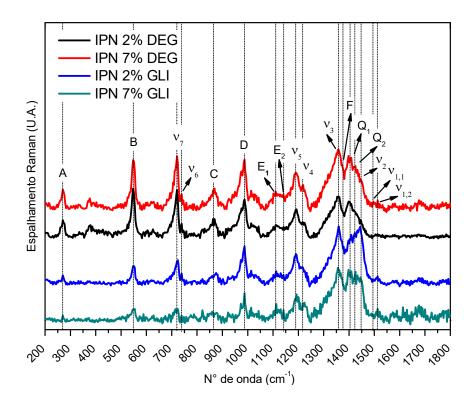


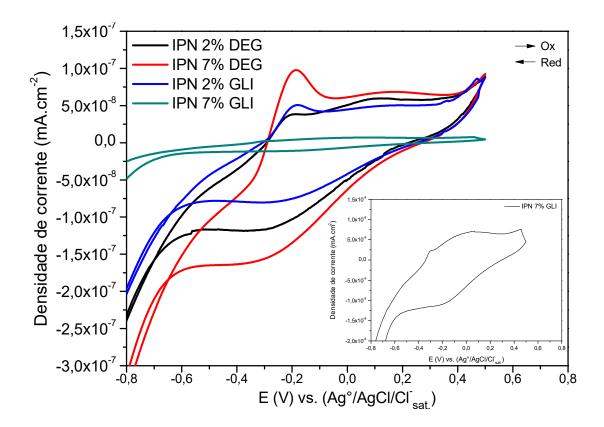




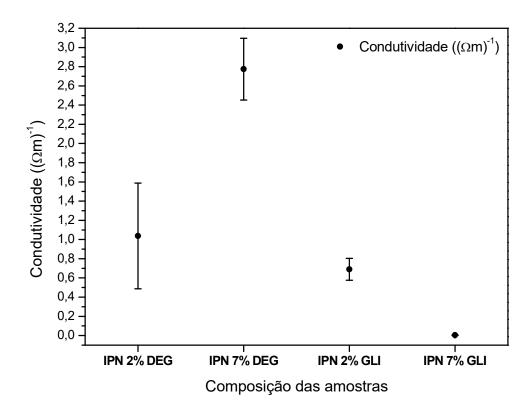


# <u>Desenho 5</u>





# <u>Desenho 7</u>



#### RESUMO

POLIMÉRICA INTERPENETRANTE DE ELASTÔMEROS POLIURETANO E POLI(3-METILTIOFENO) E RESPECTIVO MÉTODO DE CONFECÇÃO". A presente invenção pertence ao campo técnico de compostos macromoleculares orgânicos, sua preparação, seu processamento químico e composições, da ciência de materiais e da ciência de polímeros, mais especificamente se refere à confecção de uma rede polimérica interpenetrante constituída pelo elastômero de poliuretano e pelo polímero condutor poli(3metiltiofeno). A presente invenção se caracteriza pela síntese química de um novo material constituído pelo polímero condutor poli(3-metiltiofeno) (P3MT) e um elastômero de poliuretano (PU). A síntese deste material se dá através da polimerização do monômero 3-metiltiofeno (3MT) pelo agente oxidante cloreto férrico anidro (FeCl<sub>3</sub>), sendo este sintetizado na presença do elastômero de poliuretano. As cadeias deste polímero condutor se formam e se acomodam no volume livre da rede poliuretânica, ou seja, no espaço livre entre as cadeias do elastômero. O PU é obtido por meio da reação entre o poliol polipropilenoglicol 1000 (PPG1000) e o diisocianato de 2,4 tolileno (TDI). O material resultante é uma mistura de polímeros denominada rede polimérica interpenetrante (IPN), nas quais há a polimerização de um polímero em presença ao outro. A IPN entre o poliuretano e o poli(3-metiltiofeno) possui como características a flexibilidade do elastômero e a condutividade elétrica proveniente do polímero condutor.