

## Solubilidade do PET em fenol

Beatriz Xavier Porto de Araujo e Áurea Beatriz Cerqueira Geraldo  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

### INTRODUÇÃO

A utilização de materiais poliméricos está ganhando forte destaque no atual cenário industrial, sendo adotados como substitutos sintéticos para diversos materiais, como aplicação na forma de fibras. Para algumas etapas desse processamento é necessária sua solubilização em um solvente adequado, o que torna difícil o processamento de alguns polímeros que apresentam baixa solubilidade em solventes comuns [1]. O PET é um polímero de difícil processamento por solubilidade, mas apresenta alguma dissolução em solventes aromáticos e clorados. Neste trabalho, utilizou-se como solvente do PET o fenol.

### OBJETIVO

Avaliar a solubilidade do PET em fenol.

### METODOLOGIA

a) Obtenção do material:

O material polimérico, PET virgem copolímero, foi doado pela empresa Lotte Chemical. As amostras de PET virgem foram pesadas em 10 frações de 0,5g.

b) Processo de solubilização:

A metodologia utilizada para a solubilização do PET foi por agitação e refluxo, onde os grânulos ficaram em contato com o fenol na proporção aproximada de 10% (p/p). O material ficou por agitação durante 24 horas e depois por refluxo durante aproximadamente 4 horas na sua temperatura de ebulição (181,7°C); ao fenol também foi adicionado 1,2-dicloroetano na proporção de 1:100 de fenol. Porém não ocorreu a solubilização.

c) Análise Gravimétrica:

Realizou a análise gravimétrica para verificar efeitos de perda de massa no agregado sólido.

d) Espectrometria no infravermelho (FTIR):

Foi realizada a aquisição dos espectros na região do infravermelho por ATR (reflexão total atenuada) – 4000 a 650  $\text{cm}^{-1}$ , do solvente (fenol) como padrão e da mistura do polímero com o solvente.

e) Cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (CG-MS):

Para a avaliação dos resultados foi utilizado o equipamento GCMS-QP5000 do fabricante Shimadzu. O método de concentração da amostra foi o *TIC mode*. Avaliou-se o fenol puro, para conhecer o seu tempo de retenção e posteriormente proceder à separação do polímero na mistura com o solvente. As condições experimentais CG para o fenol puro: Coluna, DB5-MS, 30m x 0,25mm; 0,25mm espessura do filme. (J. & W. Scientific, USA); temperatura de injeção: 230°C. A temperatura do forno inicialmente foi 70°C por 1 min. A temperatura programada foi de 15°C/min até 280°C. Esta programação foi baseada na metodologia da ref. [2]. Condições do MS: solvente delay, 0,1min. Temperatura da interface, 330°C. As condições do CG para o PET solubilizado foram semelhantes a do fenol, porém adicionou-se ao final de 280 °C, uma rampa de 10°C/min até 300°C.

### RESULTADOS

a) Análise Gravimétrica:

A análise gravimétrica mostrou uma perda de 3,5% de massa do polímero quando submetido ao refluxo com o fenol. Este resultado indica que pode tanto a solubilização do polímero como também a

degradação do PET, já que o fenol é um ácido orgânico forte e o PET é um polímero de condensação proveniente da reação de um ácido dicarboxílico e um álcool (esterificação).

#### b) FTIR

Os espectros de infravermelho mostram diferenças entre o solvente puro e a mistura, destacando-se as bandas de  $964\text{ cm}^{-1}$  e  $1069\text{ cm}^{-1}$ , que são distintas em relação ao espectro do fenol puro utilizado como padrão.

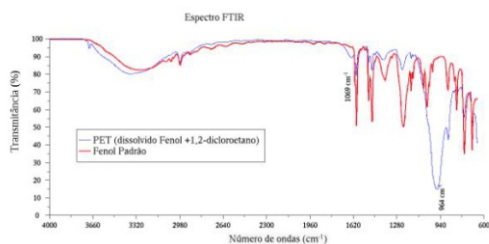


Figura1. Espectro FTIR

#### c) CG-MS

A cromatografia em fase gasosa com espectrometria de massas mostrou que o fenol como padrão tem um tempo de retenção igual a 3,27 minutos nas condições descritas. Essa informação foi útil para evoluir a cromatografia gasosa no caso da mistura solvente-polímero, descartando a parte do solvente. O perfil cromatográfico da amostra PET dissolvido em fenol mostrou vários picos e que foram relacionados ao seu espectro de massas correspondente. O pico do cromatograma no tempo de retenção de 15,4 minutos mostrou o espectro de massas similar ao de um ácido dicarboxílico aromático (CAS:27554-26-3), o que converge para a origem de fragmentos do PET.

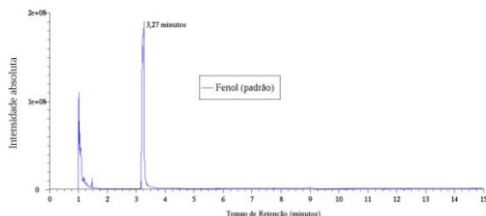


Figura 2. Fenol padrão

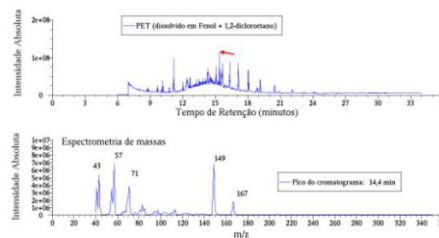


Figura 3. PET (dissolvido Fenol + 1,2 dicloroetano)

## CONCLUSÕES

De acordo com os resultados apresentados, pode-se dizer que:

- 1) O fenol pode ser um potencial solvente para o polímero PET, pois está presente na fração líquida da mistura;
- 2) Com esses resultados, não é possível afirmar que o fenol também pode ter atuado na diálise de partes da cadeia dissolvida.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] PIACINI, Ícaro. *Estudo de alternativas de solvente para o poli (tereftalato de etileno) através do modelo termodinâmico cosmo-sac*. Ano: 2018. Disponível em: <<https://lume.ufrgs.br/handle/10183/182381>> acessado dia 29 de Junho de 2019.
- [2] CHEMICAL, Lotte. *Papet Cool*. Disponível em: <<https://www.granulat.com.pl/media/pdf/papet%20cool.pdf>> acessado dia 10 Junho de 2019.
- [3] KONKOL, Lidia. *Contaminant levels in recycled PET plastic*. Ano: 2014. Disponível em: <<https://researchbank.swinburne.edu.au/file/8d2bf8a8-a10b-486d-a87e-12ab7c0d9abd/1/Lidia%20Konkol%20Thesis.pdf>> acessado 13 de Julho de 2019.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

O CNPq financiou a bolsa PIBIC do graduando que executou nesse projeto.