



Polímeros: Ciência e Tecnologia

ISSN: 0104-1428

abpol@abpol.org.br

Associação Brasileira de Polímeros

Brasil

Pedroza, Oscar J. O.; Tavares, Maria I. B.

Pré-Tratamento físico: um procedimento importante para o aumento na resolução espectral em estudos de microestrutura de polímeros por RMN 13C em solução

Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 14, núm. 4, 2004, pp. 265-266

Associação Brasileira de Polímeros

São Paulo, Brasil

Disponível em: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=47014411>

- ▶ Como citar este artigo
- ▶ Número completo
- ▶ Mais artigos
- ▶ Home da revista no Redalyc

 redalyc.org

Sistema de Informação Científica

Rede de Revistas Científicas da América Latina, Caribe, Espanha e Portugal
Projeto acadêmico sem fins lucrativos desenvolvido no âmbito da iniciativa Acesso Aberto

Pré-Tratamento Físico: Um Procedimento Importante para o Aumento na Resolução Espectral em Estudos de Microestrutura de Polímeros por RMN ^{13}C em Solução

Oscar J. O. Pedroza, Maria I. B. Tavares
Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, UFRJ

Resumo: Em um material polimérico as variações nas propriedades físicas podem ser avaliadas pelo conhecimento da sua microestrutura. Os estudos de microestrutura em materiais poliméricos são geralmente realizados por ressonância magnética nuclear (RMN) em solução empregando o núcleo de carbono-13. Neste tipo de estudo a resolução espectral é muito importante e esta depende do preparo da amostra. Foi observado que um pré-tratamento físico permite obter uma melhor resolução espectral e, por conseguinte, informações mais detalhadas sobre os encadeamentos nas cadeias poliméricas podem ser obtidos. Isto facilita a determinação das estereosequências.

Palavras-chave: Microestrutura, RMN, pré-tratamento físico.

Pre- Physical Treatment: An Important Procedure to Improve Spectral Resolution in Polymers Microstructure Studies Using ^{13}C Solution NMR

Abstract: Changes in physical properties of polymeric materials can be evaluated from their microstructures, which can be investigated using solution carbon-13 nuclear magnetic resonance (NMR). In this type of study spectral resolution is very important, which obviously depend on the sample and solvent. A pre physical treatment allows for an improvement in the spectral resolution. Consequently, more information on chain linking can be obtained, thus facilitating the determination of the stereosequences.

Keywords: Microstructure, NMR, pre- physical treatment.

Introdução

As variações nas propriedades físicas de um material polimérico podem ser explicadas pelo conhecimento detalhado de suas estrutura e microestrutura^[1,2].

No estudo da microestrutura a resolução espectral, em relação ao espectro de RMN de carbono-13^[3-7], é muito importante, ao assinalamento dos tipos de carbono presentes. Assim quanto melhor definida forem as linhas de ressonância mais detalhado poderá ser o assinalamento em termos de pêntades^[5-8]. O principal objetivo deste trabalho é avaliar a microestrutura de materiais poliméricos atáticos em diferentes formas físicas para determinar o maior número possível de sequências de encadeamentos das unidades monoméricas.

Experimental

Foram preparados filmes com o poliestireno (PS) por diferentes pré-tratamentos físicos: filme vazado (solução de clorofórmio), filme prensado e filme prensado e resfriado rapidamente. Após o pré-tratamento físico de cada material, estes foram redissolvidos e avaliados por RMN ^{13}C em solução e a resolução espectral foi comparada com a do

poliestireno comercial.

Na avaliação do núcleo de ^{13}C , foram utilizadas as condições padrão no equipamento de RMN, VARIAN MERCURY 300, frequência 75,4 MHz, que estão descritas a seguir:

Intervalo de reciclo entre os pulsos -1s,

Pulso de 90°,

Tempo de aquisição: 1,59 s

Número de pontos: 60032

Resultados e Discussão

Durante o desenvolvimento do método analítico para a determinação dos dez tipos de pêntades do poliestireno, foi observado que a resposta do material polimérico com relação à resolução espectral foi melhorada quando se fez o pré-tratamento físico neste material^[1]. O pré-tratamento físico consistiu na formação de filmes vazados, filmes fundidos, prensados ou prensados e resfriados. Quando estes filmes eram redissolvidos para avaliação por RMN ^{13}C em solução geravam espectros com uma melhor resposta face à resolução espectral deste material^[1]. Observou-se o aumento da resposta na resolução espectral em análise por espectroscopia de RMN ^{13}C (em solução) para o poliestireno comercial.

Autor para correspondência: Maria I. B. Tavares, Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, UFRJ, Cidade Universitária, Centro de Tecnologia, Ilha do Fundão, Caixa Postal 68525, CEP: 21945-970, Rio de Janeiro, RJ. E-mail: mibt@ima.ufrj.br

As Figura 1 e Tabela 1 mostram respectivamente os espectros de RMN de ¹³C em solução de CDCl₃ das amostras de PS sem e com os diferentes pré-tratamentos físicos e os valores de deslocamentos químicos obtidos dos espectros dos quatro tipos de amostras.

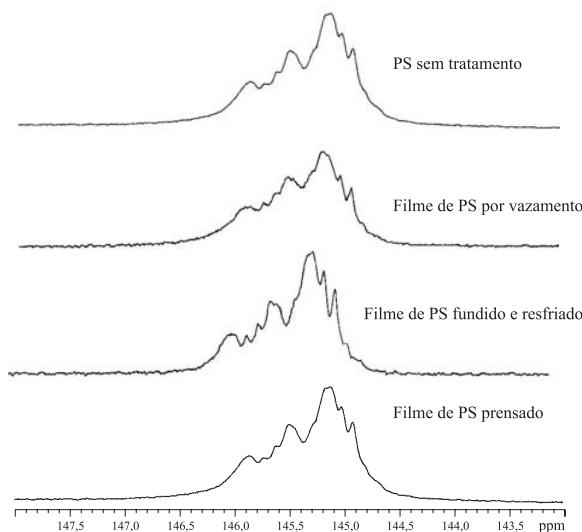


Figura 1. Espectro de RMN ¹³C, em solução, das amostras de filmes de PS

Tabela 1. Assinalamentos e encadeamentos dos filmes de PS sem e com tratamento físico, determinados por RMN ¹³C em solução

Tipo de microestrutura	PS	PS FV	PS P	PS FR
	Assinalamento (ppm)			
rrrr	144,94	144,95	144,94	144,95
mrrr	145,04	145,05	145,04	145,04
mrrm	145,14	145,15	145,20	145,16
rmrr	145,18	145,19	145,20	145,19
rmmr	145,18	145,50	145,47	145,45
mmrr	145,51	145,55	145,52	145,54
mmrm	145,65	145,66	145,65	145,65
rmmr	145,75	145,76	145,75	145,76
mmmr	145,87	145,89	145,87	145,88
mmmm	145,87	145,89	145,91	145,91

Onde: PS FV - filme de PS obtido por vazamento

PS P - filme de PS obtido por prensagem

PS FR - filme de PS obtido por fusão e resfriamento rápido

Conclusões

O pré-tratamento físico propiciou uma melhoria na resolução espectral quando comparado com o espectro do polímero sem tratamento. Usando as condições padrão no aparelho de RMN foi possível obter a resolução completa em nível de pêntades para o carbono aromático 1 do poliestireno obtido como filme prensado e resfriado rapidamente. A melhoria na resolução espectral permitiu o assinalamento completo das 10 pêntades para carbonos substituídos ou metínicos. O assinalamento completo em nível de pêntades permitirá ter um melhor controle de qualidade, com base na espectroscopia de RMN ¹³C em solução para o PS.

Agradecimentos

Capes e CNPq, PRONEX.

Referências Bibliográficas

1. Pedroza, O. J. O. - Tese de Mestrado, Instituto de Macromoléculas Eloisa Mano, Universidade Federal do Rio de Janeiro (2003).
2. Tonelli, A. E. - NMR spectroscopy and polymer microstructure. The conformational connection, vch publishers Inc., New York, (1989).
3. Bovey, F. A. & Miaru, P. A. - "NMR of Polymers", Academic Press, New York, (1996)
4. Phan, Q.; Petiaud, R.; Waton, H. and Darricades, M. F. L. - "Proton and Carbon NMR Spectra of Polymers", Penton Press, London, (1991)
5. Edbon, J. R.; Huckerby, T. N. and Senogles, E. - *Polymer*, 24, 339, (1983)
6. Silva, E. P. and Tavares, M. I. B. - *Polymer Bulletin*, 41, 307, (1998)
7. Souza, C. M. G.; Pacheco, C. R. and Tavares, M. I. B. - *J. Appl. Polym. Sci.*, 73, 221, (1999)
8. Fraga, L. A.; Coutinho, F. M. B.; Costa, M. A. S. & Tavares, M. I. B. - Polímeros Ciência e Tecnologia, (2003)

Enviado: 17/06/04

Approved: 30/08/04