

## Estudo de RMN de $^{13}\text{C}$ de polietileno com argila montmorilonita

Regina Freitas Nogueira<sup>1\*</sup> (PQ) e Antônio Gilberto Ferreira<sup>2</sup> (PQ)

\*[regina@peq.coppe.ufrj.br](mailto:regina@peq.coppe.ufrj.br)

<sup>1,2</sup>DQ/UFSCar

Palavras Chave: RMN, polietileno, nanocompósito, argila montmorilonita

### Introdução

A incorporação de materiais inorgânicos a polímeros, gerando os compósitos, favorece a obtenção de materiais com ampla faixa de rigidez, elevada resistência mecânica e térmica<sup>1,2</sup>. A preparação de materiais híbridos a base polietileno (PE) e de argila brasileira (montmorilonita-MMt) e o estudo por RMN no estado sólido do núcleo de  $^{13}\text{C}$  foi realizado visando o entendimento da dispersão e interação do argilomineral nas cadeias poliméricas de PE.

**Parte Experimental:** Os compósitos de polietileno/montmorilonita natural obtidos por fusão em reômetro de torque HAAKE 9000, acoplado com câmara de mistura Rheomix 600, com dois rotores contra-rotacionais, alinhados do tipo roller, com velocidade de mistura de 60rpm por 10 minutos. As misturas foram preparadas em diferentes proporções (1%, 3%, 5%, 7%, 10% e 15%) a 180°C. Os espectros de RMN no estado sólido foram obtidos em um espectrômetro de RMN VARIAN, modelo UNIT-PLus, 9,4 Tesla. Foi analisado o núcleo de  $^{13}\text{C}$  em rotor de 7mm de Zircônio, empregando as técnicas de polarização cruzada e rotação da amostra no ângulo mágico (CPMAS), com intervalo de tempo de 8s e velocidade de rotação 5-6 kHz e variação de tempo de contato (VTC) sendo a variação estabelecida entre 200 e 8000 $\mu\text{s}$ .

### Resultados e Discussão

As amostras foram analisadas pela técnica CPMAS, onde foi identificado um único pico referente ao  $\text{CH}_2$  do PE, não houve mudança significativa no deslocamento químico quando comparado com as misturas.

Através dos decaimentos dos sinais de RMN de  $^{13}\text{C}$  do PE e das misturas, obtidos por VTC, foram determinados os valores de  $T_{1\rho\text{H}}$  (Tabela 1) e a partir da forma do decaimento tem-se que o PE apresenta um perfil de polímero cristalino, já os compósitos apresentaram perfis com maior tendência a um material amorfo devido a inserção da argila MMt, isto se deve a mudanças na organização das cadeias poliméricas quando na presença do material inorgânico.

**Tabela 1.** Valores do parâmetro de relaxação  $T_{1\rho\text{H}}$  para as amostras de PE e dos compósitos de PE/MMt

Amostra	$T_{\text{CH}}$	$\delta$	$T_{1\rho\text{H}}$
PE	207	34,7	18
PE/1% MMt	206	32,7	12
PE/3% MMt	191	32,7	11
PE/5% MMt	201	34,6	11
PE/7% MMt	222	32,8	10
PE/10% MMt	198	32,6	10
PE/15% MMt	187	32,7	9

\* Amostra perdida

Pelos valores de relaxação obtidos pode-se concluir que os compósitos apresentam maior rigidez molecular, quando comparado com o PE. Os valores uniformes indicam que os materiais gerados são homogêneos e não possuem domínios de mobilidade molecular distintos.

### Conclusões

Os compósitos de PE argila natural mostram-se como materiais interessantes e o uso da RMN no estado sólido para caracterização desse tipo de material foi importante para a ampliação do potencial de caracterização desses materiais, em face da demanda destes.

### Agradecimentos

Fapesp

<sup>1</sup> Ishizu, K.; Tsubaki, K.; Mori, A.; Uchida, S.; *Prog. Polym. Sci.* **2003**, 28, 27.

<sup>2</sup> Nogueira, R. F.; Tavares, M. I. B. e Gil, R. A. S. *J. of Metastable and Crystallinity*, **2004**, 22.