

# Uma Proposta para o Estudo Cinético da Polimerização de Estireno em Meio Microemulsionado estabilizado por Tensoativo Catiônico

Lineker Pinheiro Lima<sup>1</sup> (IC), Tiago Hiroyuki Akatsuka<sup>1</sup> (IC), Alexandre Gurgel<sup>1,\*</sup> (PQ)

<sup>1</sup> Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, Av. P.H. Rolfs - S/N, CEP 36570-000, Viçosa – MG

\* agurgel@ufv.br

Palavras Chave: Estireno, DTAB, microemulsão, estudo cinético, <sup>1</sup>H-RMN.

## Introdução

Uma das vertentes mais importantes de pesquisas envolvendo tensoativos é a utilização de sistemas que os contêm como meio reacional para a síntese de polímeros<sup>1</sup>. Microemulsões podem assim ser preparadas, possuindo a capacidade de controlar e limitar o tamanho de partículas formadas em reações de polimerização, além de apresentar excelente dissipação térmica, devido ao fato de o sistema permanecer líquido, com alta velocidade de polimerização em relação a procedimentos comuns realizados em meio convencional<sup>2</sup>. Neste trabalho, procurou-se estabelecer alguns aspectos quantitativos na análise cinética de polimerização de estireno em meio microemulsionado estabilizado por brometo de dodeciltrimetilamônio (DTAB), com o objetivo de proporcionar maior eficiência às reações de polimerização por vias alternativas. Avaliou-se o efeito de temperatura sob a reação, com acompanhamento através de análise de espectros de ressonância magnética nuclear de hidrogênio (<sup>1</sup>H-RMN). O iniciador foi o 2,2-dimetóxi-2-fenilacetofenona (DMPA). O monômero utilizado funciona como fase óleo de microemulsões do tipo óleo-em-água, preparadas em óxido de deutério (D<sub>2</sub>O). Os sistemas estudados eram compostos por 9,7 % (m/m) de DTAB, 2,4 % (m/m) de fase oleosa (estireno + iniciador) e 87,9 % (m/m) de D<sub>2</sub>O. O iniciador fora adicionado previamente ao estireno numa concentração de 6 % (m/v), compondo a fase oleosa do sistema<sup>1,3</sup>. Foi utilizada a fotoindução por emissão de radiação ultravioleta com comprimento de onda de 365 nm, correspondente à absorção UV do iniciador<sup>1,3</sup>. O tratamento dos espectros de <sup>1</sup>H-RMN, obtidos em intervalos de tempo pré-estabelecidos, em cada temperatura, foi feito com base na integração dos sinais dos átomos de hidrogênio presentes nos grupos CH<sub>2</sub> e CH *vinila* do estireno.

## Resultados e Discussão

No cálculo das integrais dos sinais de interesse, denominou-se S<sub>b</sub> o sinal referente aos três hidrogênios do grupo metila presente na cadeia hidrocarbônica do DTAB; S<sub>1</sub> refere-se ao sinal do hidrogênio do grupo CH *vinila* na posição *cis*, localizado na região de 5,140 ppm no espectro, e S<sub>2</sub> refere-se ao sinal do hidrogênio na posição *trans* do mesmo grupo, localizado a 5,650 ppm. Observou-se a modificação ocorrida na região entre 5 e 8 ppm, referente aos átomos de hidrogênio da molécula de

estireno, antes e depois de certo tempo reacional, conforme demonstrado na Figura 1.

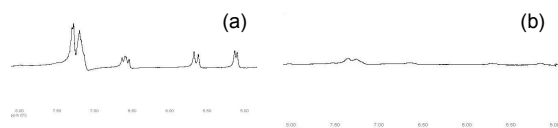


Figura 1. Espectros de <sup>1</sup>H-RMN do sistema antes (a) e após 30 minutos (b) de reação a 25 °C.

A integração dos sinais permitiu estabelecer o avanço reacional, conforme mostrado nas Tabelas 1 e 2, a 25 °C e 57 °C, respectivamente.

Tabela 1. Valores da integração dos sinais a 25 °C

	Branco	0 min	10 min	20 min	30 min
S <sub>b</sub>	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
S <sub>1</sub>	0,23	0,16	0,11	0,06	0,02
S <sub>2</sub>	0,24	0,21	0,13	0,07	0,04

Tabela 2. Valores da integração dos sinais a 57 °C

	Branco	0 min	10 min	20 min	30 min
S <sub>b</sub>	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
S <sub>1</sub>	0,27	0,17	0,12	0,08	-
S <sub>2</sub>	0,26	0,19	0,15	0,10	-

Sinais de “branco” se referem a sistemas reacionais antes da fotoindução. Os valores de sinais a 0 min correspondem à primeira análise de amostras por <sup>1</sup>H-RMN após 60 min de fotoindução. Outras condições de temperatura e tempo reacional foram testadas, mas não são mostradas aqui. Confirmou-se comparativamente o efeito de temperatura sobre a reação, que ocorre de forma relativamente rápida.

## Conclusões

O uso da técnica <sup>1</sup>H-RMN permite a caracterização qualitativa da reação de polimerização de estireno em microemulsões. A quantificação está sendo avaliada através da espectroscopia ultravioleta, de modo a se determinar energias de ativação e constantes reacionais de maneira precisa.

## Agradecimentos

CNPq, CAPES, DEQ/UFV, IQ/Unicamp.

<sup>1</sup> Steytler, D. C.; Gurgel, A. e Ohly, R. *Langmuir*, **2004**, *20*, 3509.

<sup>2</sup> Clint, J.H. *Surfactant aggregation*, New York: Chapman & Hall, **1992**.

<sup>3</sup> Gurgel, A. *Characterisation of Novel Self-Assembled Systems and Applications in Chemical Reactions*, Tese de doutorado, **2004**, UEA, Norwich (Reino Unido).