

Síntese, caracterização e solubilidade em CO₂ supercrítico de um poliéter hiperramificado acetilado.

Lígia Passos Maia¹(PG)*, Murillo Consoli Mecchi²(PG), Rafael Carlos Guadagnin²(PQ) e Reinaldo Camino Bazito¹(PQ)

1 Instituto de Química da Universidade de São Paulo – Av. Prof. Lineu Prestes, 748 – Butantã – São Paulo – SP
2 UNIFESP, Departamento de Ciências Exatas e da Terra - Rua Prof. Artur Riedel, 275 – Eldorado – Diadema - SP

*ligia.passos.maia@gmail.com

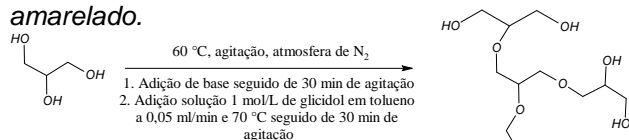
Palavras Chave: polímeros hiperramificados, CO₂ supercrítico.

Introdução

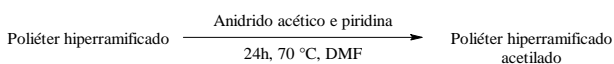
Nas últimas décadas materiais poliméricos têm sido explorados para o encapsulamento de moléculas, bem como o CO₂ supercrítico, como solvente deste processo¹. Poliéteres-polióis hiperramificados são uma interessante opção por serem de fácil preparo e ter potencial aplicação na biomedicina². Para o encapsulamento intramolecular em CO₂, o polímero deve apresentar afinidade com este solvente, o que pode ser proporcionado pela acetilação de seus grupos hidroxila³.

Resultados e Discussão

O polímero foi sintetizado em duas etapas. A primeira foi a repetição da etapa de formação de uma geração do polímero ilustrada no Esquema 1, utilizando quantidades crescentes de reagente, visando a obtenção uma estrutura com cinco gerações. Ao meio reacional foi adicionado metanol, esta solução foi passada por resina ácida e o solvente retirado em seguida. A segunda etapa foi a de acetilação e seguiu o Esquema 2. O polímero foi extraído do meio reacional com acetato de etila. O solvente foi seco e removido gerando um óleo amarelado.



Esquema 1. Reação 1.



Esquema 2. Reação 2.

A síntese foi realizada com três variações, gerando as amostras 1, 2 e 3. A 1 utilizou tolueno como solvente e NaH como base; a 2, DMF e Na; e a 3, também com DMF e Na, porém, foi realizada separação de fases em acetona/DMF 3:2 e a acetilação foi feita a partir da fase sólida obtida neste procedimento. A caracterização das amostras foi feita por RMN – ¹H e espectrometria de massas do tipo MALDI-TOF que mostrou que os polímeros obtidos tinham em média 14 unidades do monômero. O comportamento de fase dos polímeros foi avaliado num monitor de fase para alta pressão Thar Instruments SPM20, no qual, para cada experimento, foi adicionado o polímero na concentração de 0,01% em massa e o CO₂.

34^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Diagramas de fase foram obtidos pela verificação das pressões de névoa (pressão em que ocorre a separação de fases) por meio da variação da pressão do sistema de 300 a 75 bar, para temperaturas de 25 a 65 °C. As amostras 1 e 2 se solubilizaram parcialmente no CO₂, apresentando pressões de névoa e possibilitando a determinação do diagrama de fase simplificado do sistema. As pressões de névoa tiveram valores baixos e similares entre as amostras 1 e 2. A 3 não apresentou pressão de névoa. Ocorreu solubilização de CO₂ em todos os polímeros (constatada pelo borbulhamento durante a depressurização do sistema). Os diagramas de fase obtidos são apresentados na Figura 1.

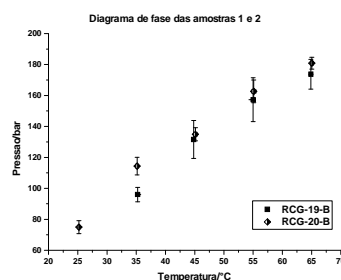


Figura 1. Diagramas de fase simplificado das amostras 1 e 2.

As menores cadeias das amostras apresentaram maior solubilidade em CO₂ e foram responsáveis pelas pressões de névoa observados para as amostras 1 e 2. Para a amostra 3, estas cadeias foram removidas pela lavagem pré acetilação.

Conclusões

As reações utilizadas geram polímeros com afinidade/solubilidade apreciável em CO₂ a pressões acessíveis, possibilitando sua aplicação em sistemas de encapsulamento neste meio

Agradecimentos

CNPQ, FAPESP, CAPES e INCT de Estudos do Meio Ambiente.

(1) Reverchon, E.; et al. *J. Supercrit. Fluids* **2009**, *47*, 484-492.

(2) Oudshoorn, M. H. M.; et al. *Biomaterials* **2006**, *27*, 5471-5479.

(3) Kemmere, M. F. In *Supercritical carbon dioxide in polymer reaction engineering*; Kemmere, M. F., Meyer, T., Eds. 2005.