

Síntese da Poli(*N*-benzoil-etilenoimina) Assistida por Micro-ondas

Raphael H. S. C. Silva¹ (PQ), Carlos Magno R. Ribeiro² (PQ), Pedro Ivo C. Guimarães¹ (PQ)*

canesso@uerj.br

¹Programa de Pós-Graduação em Química - Instituto de Química, Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ) - Rua São Francisco Xavier, 524, Pavilhão Haroldo Lisboa da Cunha, sala 406, Maracanã, Rio de Janeiro/RJ, CEP:20559-900, Tel (21) 2334-7848.

²Departamento de Química Orgânica – Instituto de Química – Universidade Federal Fluminense (UFF)

Palavras Chave: Micro-ondas, polimerização, 2-oxazolina, poli(*N*-benzoil-etilenoimina)

Introdução

Nos últimos anos, a irradiação por micro-ondas (MO) tem sido muito empregada em sínteses orgânicas, principalmente devido a vantagens como: simplicidade, menor tempo reacional e bom rendimento dos produtos¹. A partir de 2004, a irradiação por micro-ondas também começou a ser usada na polimerização de alguns monômeros¹. A poli(*N*-benzoil-etilenoimina) (PBEI) é um polímero obtido a partir da polimerização por abertura de anel da 2-fenil-2-oxazolina. A polimerização assistida por micro-ondas desse monômero já foi realizada em solução e em vaso aberto, empregando como iniciador o tosilato de metila². Recentemente, iniciamos o estudo da reação de polimerização em massa da 2-fenil-2-oxazolina em vaso fechado (Figura 1), utilizando como iniciador catiônico o trifluoreto de boro eterado (BF₃.Et₂O)³.

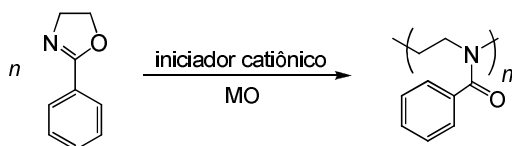


Figura 1 – Síntese da poli(*N*-benzoil-etilenoimina) assistida por micro-ondas

O objetivo desse trabalho foi realizar a síntese da poli(*N*-benzoil-etilenoimina) assistida por micro-ondas em massa ou em solução (vaso fechado ou aberto), utilizando como iniciadores catiônicos o trifluoreto de boro eterado (BF₃.Et₂O) e o iodeto de metila (MeI).

Resultados e Discussão

As polimerizações foram realizadas, em vaso fechado ou aberto, em reator de micro-ondas **Discover CEM**, sendo utilizado 1 mL do monômero, 8 µL do iniciador e 1mL de acetonitrila (para as sínteses com solvente). As reações foram feitas em triplicatas e acompanhadas por cromatografia em camada fina (CCF). Os produtos após purificação foram caracterizados por espectroscopia na região do infravermelho (FTIR). Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Condições reacionais das polimerizações em massa da 2-fenil-2-oxazolina assistidas por micro-ondas e os rendimentos obtidos

Condições reacionais	INICIADOR			
	BF ₃ .Et ₂ O		MeI	
	vaso aberto	vaso fechado	vaso aberto	vaso fechado
Tempo (min)	15	15	15	15
Pressão (atm)	1	0,5-1	1	0,6-0,95
Potência (W)	8-35	15-19	10-28	4-24
Temperatura (°C)	130	130	130	130
Rendimento (%)	50	90	65	85

Os rendimentos foram próximos para os dois iniciadores empregados, sendo que os resultados em vaso fechado foram melhores e mais próximos ao alcançado por aquecimento em banho de óleo por 48 h para a mesma reação (100%)⁴, porém, em tempos reacionais muito menores. As reações com solvente e vaso aberto também foram realizadas, mas não levaram a resultados satisfatórios. As CCF indicaram que todo o monômero foi consumido durante as polimerizações em massa. Os espectros de FTIR dos produtos confirmaram a obtenção dos polímeros, apresentando bandas de absorção características de carbonila de amida em 1635 cm⁻¹ e de ligação -C-N<, a 1256 cm⁻¹, conforme descritas na literatura⁴.

Conclusão

Pelos resultados, verificou-se que as sínteses da poli(*N*-benzoil-etilenoimina) em micro-ondas foram efetivas nas condições reacionais empregadas, obtendo-se bons rendimentos. Nas reações em solução, não foram obtidos polímeros.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPERJ e a UFF.

¹Hayes, L. B. Microwave synthesis: Chemistry at the speed of light, B. Hayes, CEM Publishing, 2003, 289 pp., soft cover.

²Wiesbrock F; Hoogenboom R; Leenen MAM; Meier MAR; Schubert US, Macromolecules 2005, 38, 5025.

³Silva, R. H. S.; Guimarães, P. I. C.; Ribeiro, C. M. R.. CD dos Resumos do XII Encontro Regional da SBQ-Rio de Janeiro, 2009.

⁴Guimarães, P. I. C. Polímero: Ciência e Tecnologia, 2000, 10, 224-229.