

Síntese e caracterização de um iniciador difuncional para uso em preparação de copolímeros anfífilos lineares por ATRP.

Vivian A. Tomaz^{1*} (IC), Daniela M. Fernandes¹ (PQ), Rafael Silva² (PG), Marcos R. Mauricio¹ (PG), Edvani Curti Muniz¹ (PQ), Adley Forti Rubira¹ (PQ) viviantomaz@hotmail.com

¹ Departamento de Química, Universidade Estadual de Maringá. Av. Colombo, 5790 CEP: 87020-900, Maringá, PR

² Department of Chemistry and Chemical Biology, Rutgers, The State University of New Jersey, 610 Taylor Road, Piscataway, NJ 08854.

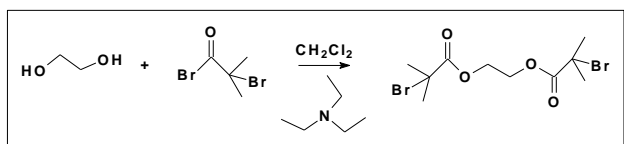
Palavras Chave: ATRP, copolímeros anfífilos, iniciador difuncional.

Introdução

Copolímeros anfífilos possuem a capacidade de combinar as propriedades dos segmentos dos homopolímeros que os constituem. Esses materiais podem ser sintetizados através da técnica de polimerização radicalar por transferência de átomo (ATRP). Esta técnica possibilita a síntese de macromoléculas com estrutura e arquitetura bem definidas, permitindo um maior controle da massa molar e polidispersão. Desta forma, é possível sintetizar copolímeros anfífilos para serem empregados em diversas áreas, como em sistemas de liberação controlada de fármacos e nutracêuticos. O objetivo do presente trabalho é a síntese e caracterização de um iniciador difuncional, a partir de etileno glicol e brometo de 2-bromoisobutiril, que possibilite posteriormente a preparação de copolímeros em bloco anfífilos lineares por ATRP, com potencial para aplicação em sistemas de liberação controlada de fármacos.

Resultados e Discussão

A síntese do iniciador etileno glicol bis-(2-bromo isobutirato) foi realizada a partir de adaptação do método de Matyjaszewski¹. Essa reação está representada no Esquema 1. Etileno glicol (8,06 mmol) e trietilamina (32,2 mmol) foram adicionados à 20 mL de diclorometano. A solução foi mantida em banho de gelo com agitação constante por 2 horas para posterior adição de brometo de 2-bromoisobutiril (32,2 mmol). A reação foi mantida em agitação em temperatura ambiente por mais 24 horas. Posteriormente, a mistura foi dissolvida em 20 mL de diclorometano e lavada sucessivamente com água, bicarbonato de sódio e água novamente. A fase orgânica foi concentrada a vácuo e precipitada em hexano, obtendo-se um sólido cristalino.²



Esquema 1. Síntese do iniciador difuncional, etileno glicol bis-(2-bromo isobutirato).

Este produto foi caracterizado por RMN ¹H e ¹³C, cujos espectros são apresentados nas Figuras 1 e 2, respectivamente. É possível observar no espectro

de RMN ¹H do iniciador sintetizado (Figura 1), um sinal singlete que aparece em δ 4,44 característico de prótons metilênicos do etileno glicol e em δ 1,94 um outro sinal singlete mais intenso que pode ser atribuído aos prótons metílicos dos grupos 2-bromoisobutirato, indicando a ocorrência da reação.

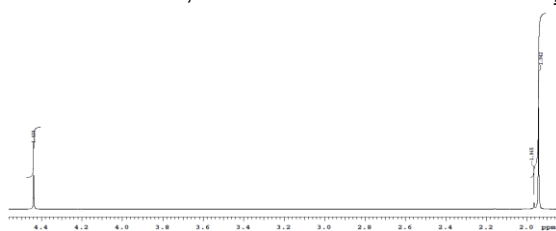


Figura 1. Espectro de RMN ¹H do etileno glicol bis(2-bromo isobutirato).

A partir do espectro de RMN ¹³C (Figura 2) foram feitas as atribuições dos sinais de carbono característicos do iniciador etileno glicol bis-(2-bromo isobutirato). O sinal referente às carbonilas de éster pode ser observado em δ_c 171,7, enquanto que os carbonos metilênicos aparecem em δ_c 63,4. O sinal referente aos carbonos quaternários aparece em δ_c 55,5 e os carbonos ligados aos bromos podem ser vistos em δ_c 30,9.

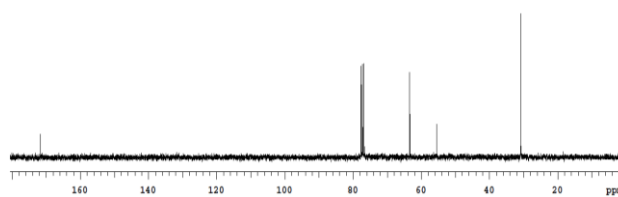


Figura 2. Espectro de RMN ¹³C do etileno glicol bis(2-bromo isobutirato).

Conclusões

Foi possível sintetizar com eficiência um iniciador difuncional a partir de etileno glicol e brometo de 2-bromo isobutiril, o etileno glicol bis-(2-bromo isobutirato), a ser empregado na obtenção de copolímeros anfífilos lineares por ATRP.

Agradecimentos

A UEM-DQI, ao CNPq e à SBQ.

¹ Magenau, A. J. D., Kwak, Y.; Matyjaszewski K., *Macromolecules*, **2010**, *43*, 9682.

² Hietala, S.; Strandman, S.; Järvi P.; Torkkel M.; Jankova, K.; Hvilsted, S. e Tenhu, H. *Macromolecules*, **2009**, *42*, 1726.