

Caracterização espectroscópica por RMN de ^{13}C e ^1H e infravermelho de poliésteres hidroxilados a partir do ácido ricinolêico

Elaine Ruzgus Pereira Pinto^{1*} (PG), Wagner Luiz Polito² (PQ), Sidney José Lima Ribeiro¹ (PQ) e Younés Messaddeq¹ (PQ)

1- Instituto de Química – Unesp - Araraquara. Departamento de Química Geral e Inorgânica, CP: 355, 14801-970.

2 - Instituto de Química de São Carlos – USP. Departamento de Química, CP. 780,

*elaine@iq.unesp.br;

Palavras Chave: poliésteres, ácido ricinolêico, FTIR e RMN.

Introdução

As aplicações dos óleos e derivados estão relacionadas com a produção de poliésteres como resinas alquídicas caracterizadas por um ótimo brilho, aderência, plasticidade, resistência a intempéries, secagem e endurecimento rápido, versatilidade e baixo custo. O objetivo deste trabalho foi sintetizar dois poliésteres a partir do ácido ricinolêico (AR) modificado com trimetilolpropano (TMP) e glicerina, posteriormente caracterizar pelos índices analíticos (ASTM), por Espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR) e ressonância magnética nuclear (RMN) ^{13}C e ^1H .

Resultados e Discussão

A primeira etapa foi a modificação do AR com TMP para o primeiro polioli e o segundo com glicerina, a reação ocorreu em 3h a 220°C. Em seguida o sistema foi resfriado a 120°C e adicionou-se o anidrido ftálico (AF). Após 3h de reação iniciou-se o acompanhamento com o índice de acidez até a obtenção de um valor próximo a 30mg de KOH/g de amostra. A Tabela 1 apresenta os resultados dos principais índices analíticos para os poliésteres sintetizados.

Tabela 1. Índices analíticos das matérias-primas e poliésteres.

Amostras	IA*	IH	Iodo	IS
ASTM	D465-10	E222-10	D5768-10	D5558-06
AR	139,8	101,7	87,0	211,6
Glicerina	1,1	150,8	-	21,7
PES 01**	21	319,5	51,0	264,2
PES 02**	14,1	191,9	52,0	241

*Índice de acidez (IA- mg KOH/g), Hidroxila (IH- mg KOH/g), iodo (cg I₂/g) e saponificação (IS - mg HC I/g)

**PES 01 – poliéster sintetizado com o primeiro polioli.

**PES 02 – poliéster sintetizado com o segundo polioli.

O espectro de FTIR (Figura 1) apresentou as bandas de hidroxilas próximas a 3300 cm^{-1} e a banda de carbonila do éster em 1720 cm^{-1} , ambas aparece com maior intensidade para PES 01 e 02.

A partir dos espectros de RMN de ^1H (Figura 2) e de ^{13}C e os bidimensionais (não apresentados neste resumo), foi possível observar as principais correlações que comprovam a modificação do AR com TMP e glicerina e as ramificações dos poliésteres hidroxilados.

34^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

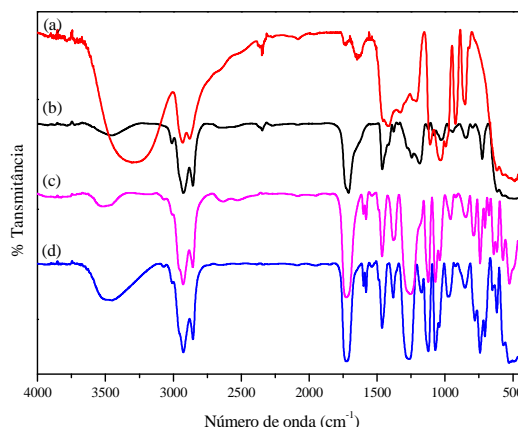


Figura 1. Espectros de FTIR: (a) Glicerina; (b) Ácido Ricinolêico; (c) PES 01 e (d) PES 02.

A partir dessas correlações observou-se que o PES 01 apresentou em sua estrutura mais ramificações e ligações entrecruzadas que o PES 02. Esse fato também foi confirmado por Cromatografia de permeação em gel (GPC), que apresentou uma massa molar de 18483,0 Da para o PES 01.

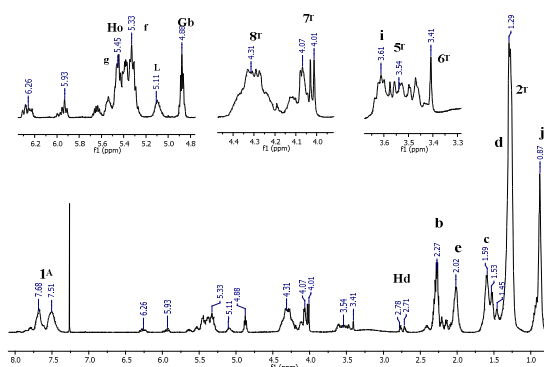


Figura 2. Espectro de RMN de ^1H do PES 01 (CDCl_3 , 500 MHz).

Conclusões

Os poliésteres hidroxilados apresentaram baixo IA e o alto IH, que comprovaram o aumento da função hidroxila e a banda da carbonila de éster como observado no FTIR. Pelo RMN comprovou-se as correlações e a estrutura ramificada do poliéster, que justifica a maior massa molar para o PES 01.

Agradecimento

