

INTRODUÇÃO

A detecção e quantificação de poluentes emergentes em, por exemplo, água potável são um grande desafio, devido à baixa concentração em que os mesmos se encontram. Uma forma de solucionar este problema é a utilização da pré-concentração através de extração em fase sólida (SPE), que se caracteriza por ser uma técnica rápida, com baixo consumo de solvente e com ampla aplicabilidade em métodos padrões de análise ambiental.

O objetivo deste trabalho é obter copolímeros de divinilbenzeno (DVB) e metacrilato de glicidila (GMA) e divinilbenzeno e metacrilato de etilacetoacetoxi (AAEM), que têm potencial para serem utilizados como adsorventes na extração em fase sólida, na forma de microesferas porosas através de polimerização radicalar em suspensão.

METODOLOGIA

As microesferas foram obtidas através de polimerização radicalar em suspensão na presença dos solventes orgânicos tolueno e heptano como agentes porogênicos e de peróxido de benzoila como iniciador. A proporção de fase orgânica para fase aquosa foi de 1:5 (Tabela 1).

A polimerização foi realizada sob atmosfera inerte com agitação mecânica em um reator colocado em banho de óleo na temperatura de 75°C. Esta temperatura foi mantida por 6 horas e então a temperatura foi aumentada para 80°C, permanecendo nessa temperatura durante mais 4 horas. Os polímeros obtidos foram purificados e levados a estufa até peso constante.

TABELA 1: Composição das fases orgânicas utilizadas nas polimerizações.

AMOSTRA	DVB (% mol)	GMA (% mol)	AAEM (% mol)	Solventes (% massa)
DVB-GMA 100T	50	50	0	100T
DVB-GMA 70T	50	50	0	70T:30H
DVB-AAEM 100T	50	0	50	100T

Obs: DVB-GMA: poli(divinilbenzeno-co-metacrilato de glicidila); DVB-AAEM: poli(divinilbenzeno-co-metacrilato de etilacetoacetoxi); T= tolueno; H=heptano

RESULTADOS E DISCUSSÃO

- DVB-GMA 100T e DVB-GMA 70T: pó branco
- DVB-AAEM 100T: pó branco em pequena quantidade e material granulado de cor alaranjada em grande quantidade

FT-IR / ATR

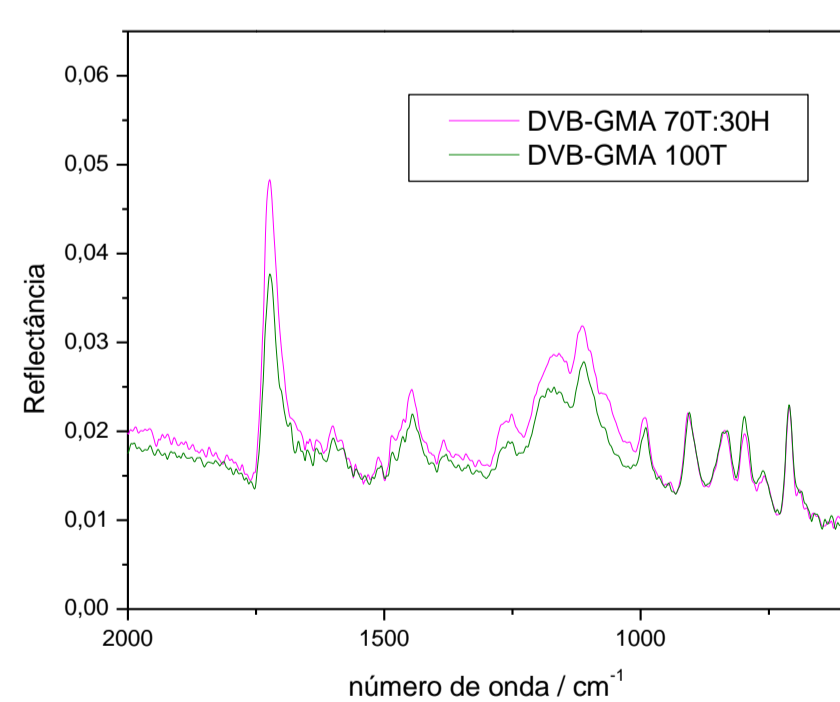


FIGURA 1: Espectro FT-IR para os copolímeros DVB-GMA.

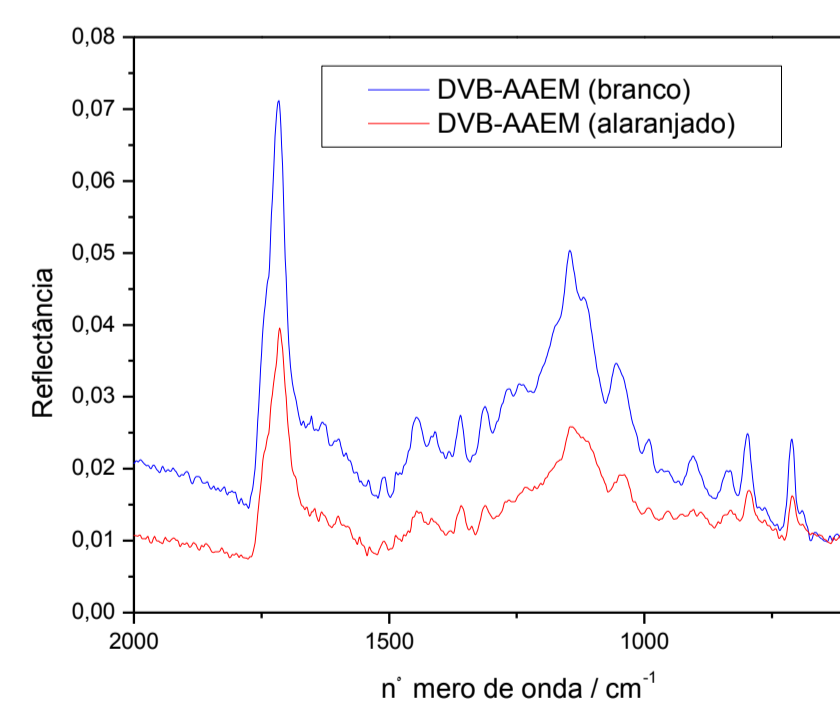


FIGURA 2: Espectro FT-IR para o copolímero DVB-AAEM.

- DVB-GMA 100T e DVB-GMA 70T (Fig. 1): copolímeros obtidos com agentes porogênicos de diferentes composições são muito semelhantes.
- DVB-AAEM (Fig. 2): não se observam diferenças significativas no espectro obtido para os pós branco e alaranjado.
- Para todos os copolímeros observa-se os sinais referentes ao estiramento C=O em 1718 cm⁻¹ e entre 1200 e 1100 cm⁻¹ o estiramento C-O do grupo ester do metacrilato.

REFERÊNCIAS

- Sherrington, D.C. Chemical Communication 21 (1998) 2275-2286.
- Machado, R. S.. Síntese e caracterização de microesferas porosas de poli(estireno-codivinilbenzeno-co-metacrilato de glicidila). Dissertação de Mestrado, UFRGS, 2008.
- Landfester, K., Markus A. Macromol. Chem. Phys. 204, 2003.

TGA

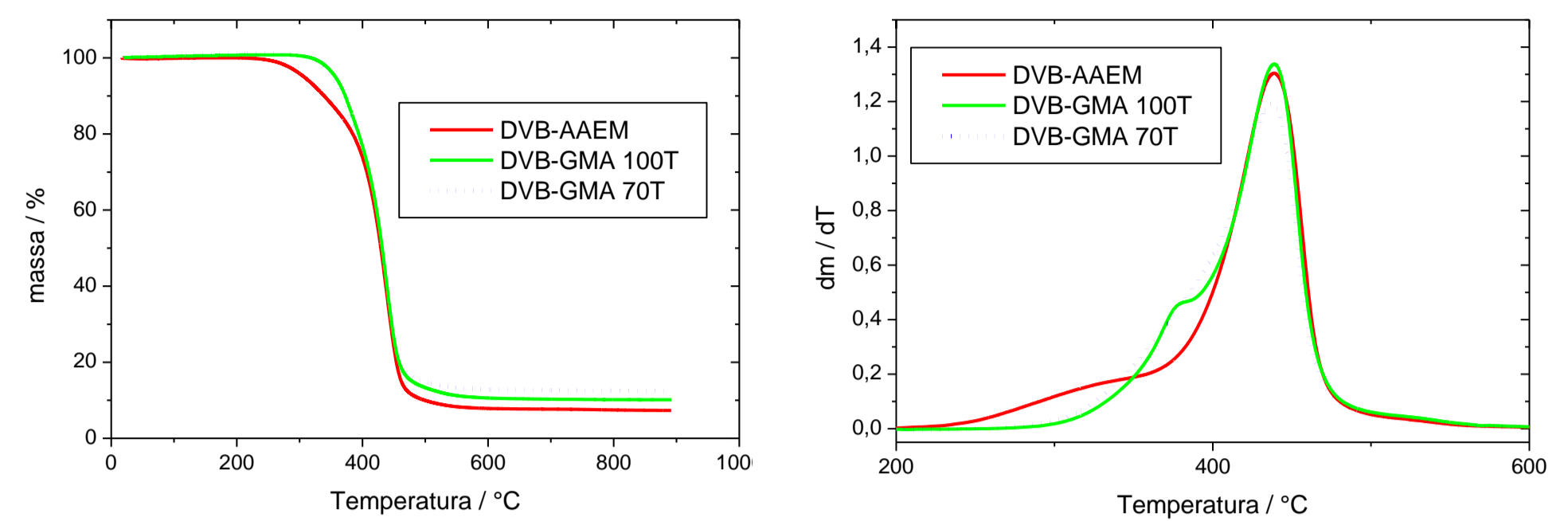


FIGURA 3: (a) Curvas de TGA para os copolímeros obtidos; (b) Curvas de TGA para os mesmos copolímeros, mostrando a região em que ocorre a decomposição.

- Embora a temperatura em que a taxa de decomposição é máxima seja muito semelhante para todos os copolímeros (435 a 440°C), o copolímero DVB-AAEM é estável até ca. 230°C, enquanto os copolímeros DVB-GMA são estáveis até ca. 315°C, devido provavelmente às diferenças estruturais dos grupos funcionais ligados ao metacrilato.

MEV

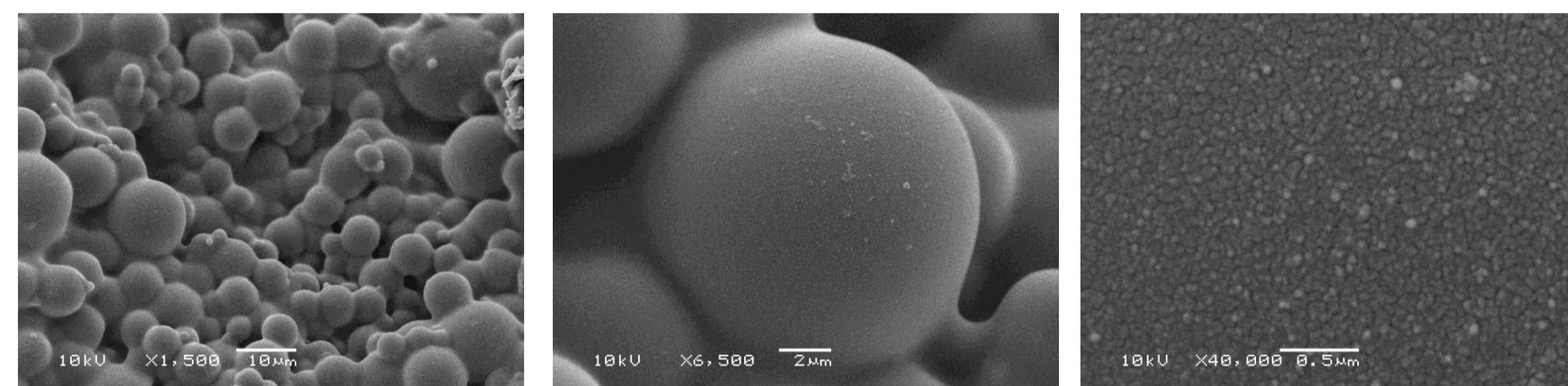


FIGURA 4: Imagens de MEV das microesferas do copolímero DVB-GMA 100T, de uma microesfera e de sua superfície.

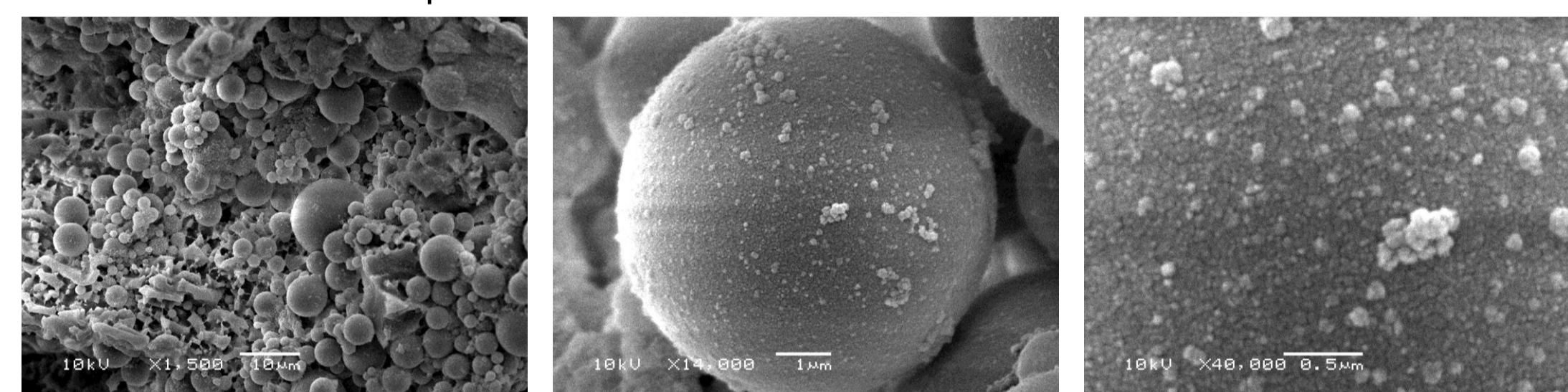


FIGURA 5: Imagens de MEV das microesferas do copolímero DVB-GMA 70T, de uma microesfera e de sua superfície.

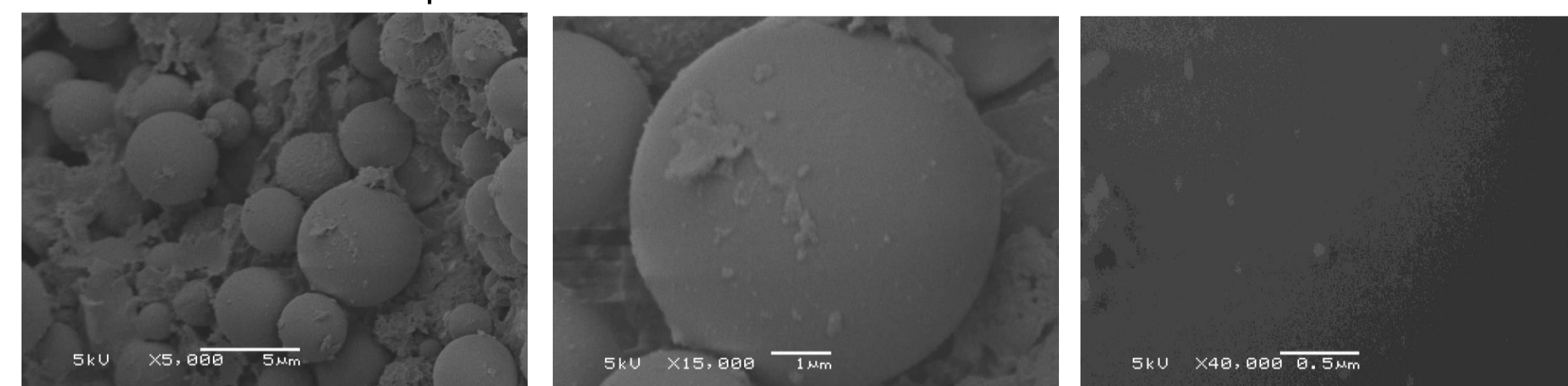


FIGURA 6: Imagens de MEV das microesferas do copolímero DVB-AAEM (pó branco), de uma microesfera e de sua superfície.

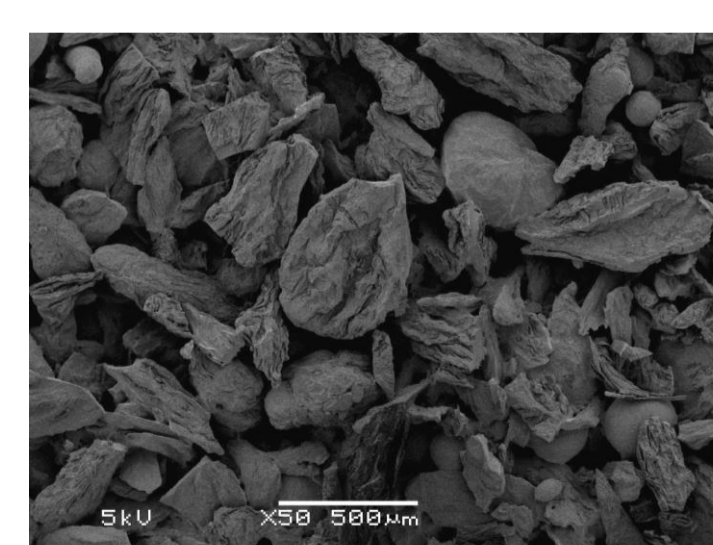


FIGURA 7: Imagem de MEV do copolímero DVB-AAEM (pó de cor alaranjada).

- Microesferas foram obtidas para todos os copolímeros DVB-GMA 100T e DVB-GMA 70T. O tamanho das microesferas varia entre 5 e 20 μm.
- Principalmente para o copolímero DVB-GMA 70T, é possível observar partículas muito pequenas sobre a superfície das microesferas, o que pode indicar que a presença de heptano no agente porogênico torna o material mais frágil.
- DVB-GMA 100T e DVB-GMA 70T (Fig. 4 e 5): a superfície das microesferas apresenta uma certa textura, podendo indicar a presença de poros.
- DVB-AAEM (Fig. 6 e 7): observou-se que no caso do pó branco trata-se de microesferas com tamanhos até 5 μm, enquanto que o material alaranjado tem forma indefinida e as partículas tem tamanhos muito maiores. Uma possível explicação para a obtenção deste tipo de partícula é a maior solubilidade do monômero metacrilato de etilacetoacetoxi em água, levando a uma polimerização na fase contínua.

AGRADECIMENTOS