

## INTRODUÇÃO

A detecção e quantificação de compostos orgânicos no meio ambiente aquático é um desafio tanto do ponto de vista científico como tecnológico. Embora a presença destes compostos em rios e córregos, entre outros meios aquáticos, seja potencialmente prejudicial à saúde humana e dos animais, a concentração dos mesmos é, de forma geral, muito baixa para poder ser detectada diretamente pelos métodos de análise convencionais e/ou menos dispendiosos. Um método para concentrar estes compostos, facilitando sua posterior detecção e quantificação através de métodos cromatográficos, é a extração em fase sólida.

O objetivo deste trabalho foi a produção de um copolímero de divinilbenzeno (DVB) e metacrilato de dietilaminoetila (DEAM) na forma de nanoesferas porosas, a partir da polimerização radicalar em miniemulsão na presença de agentes porogênicos, com boa capacidade adsorvente para ser usado na extração em fase sólida.

## METODOLOGIA

Os copolímeros foram obtidos através de polimerização radicalar em miniemulsão na presença de um agente porogênico, usando um surfactante não iônico (Lutensol) e como iniciador o persulfato de amônio. Como agente porogênico foram utilizadas misturas dos solventes tolueno e heptano, cuja composição variou de 100 a 20% de tolueno..

A estabilidade térmica do material foi avaliada através da análise termogravimétrica (TGA) e, a partir da análise de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi possível observar o tamanho e a distribuição de tamanho das nanoesferas obtidas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### ➔ TGA

Com o objetivo de quebrar a miniemulsão, obtendo-se materiais livres de surfactante, agente porogênico e de eventuais resíduos de monômero, após a polimerização, adicionou-se NaCl à miniemulsão e centrifugou-se o sistema a 4000 rpm. Embora tenha-se obtido inicialmente a separação das nanoesferas da fase aquosa, posteriormente não houve boa separação quando se tentou remover o NaCl pela adição de água purificada ao sistema. A Figura 1 mostra dois termogramas do copolímero DVB-DEAM 40T:60H. À uma das amostras foi adicionado NaCl e à outra não. Para ambas as amostras, a temperatura de decomposição do copolímero é cerca de 500°C. Entretanto, na amostra a que se adicionou NaCl o resíduo após a decomposição do copolímero é muito maior, indicando que restou uma grande quantidade do sal misturado ao copolímero após a remoção da água. Por outro lado, na amostra em que não houve adição de sal ocorre maior perda de massa a temperaturas baixas, indicando volatilização de compostos com ponto de ebulição relativamente baixo (água e/ou resíduo de monômeros). As demais amostras analisadas apresentaram comportamento semelhante.

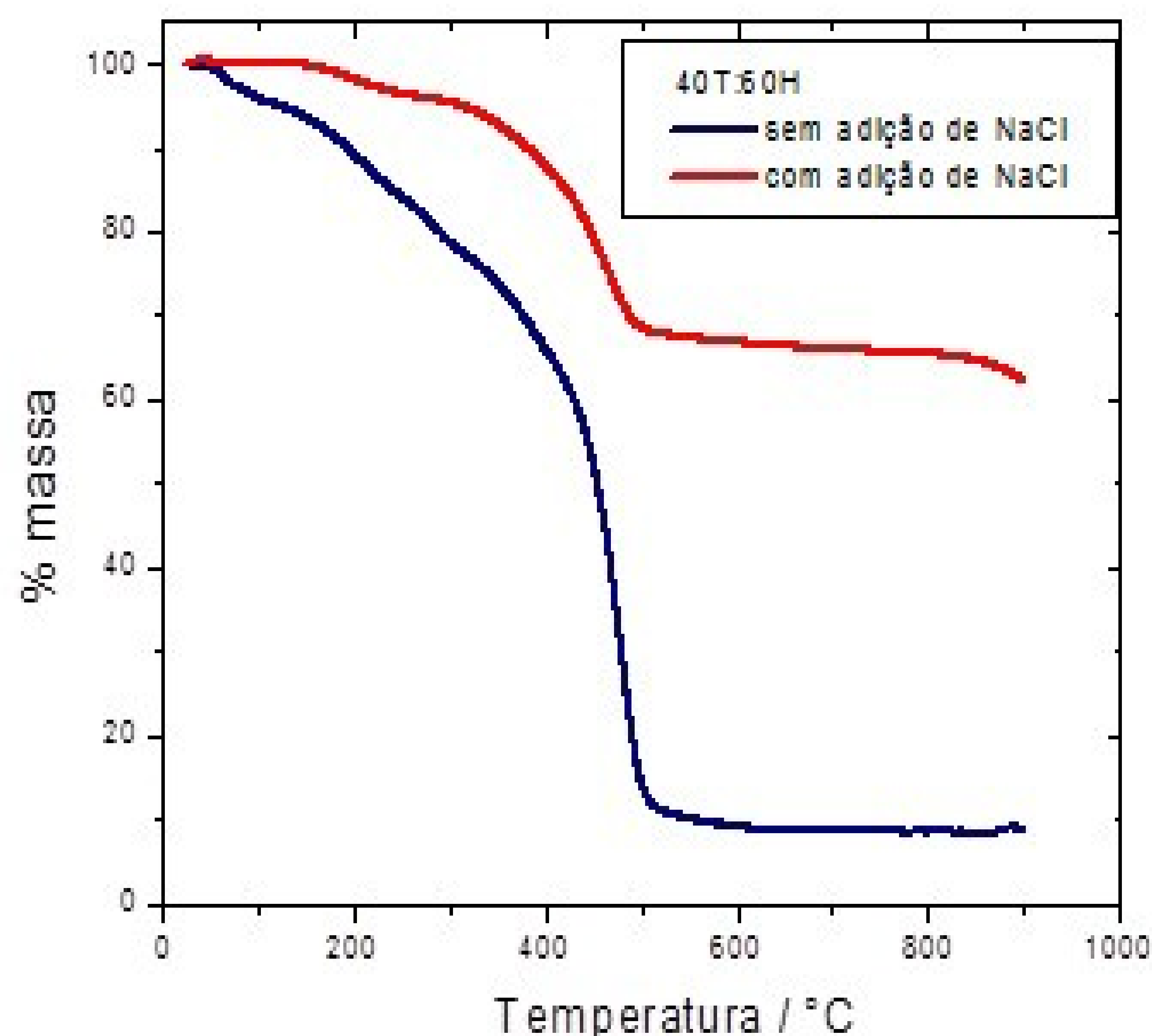


Figura 1: Termograma da amostra 40 tolueno – 60 heptano com e sem a adição de NaCl

### ➔ MEV

As imagens de MEV (Figura 2) mostram que na ausência do agente porogênico nanoesferas com superfície lisa foram obtidas (Figura 2a) enquanto que na presença do agente porogênico a superfície das mesmas é bastante irregular (Figura 2b-2f), indicando que houve a formação de um material poroso.

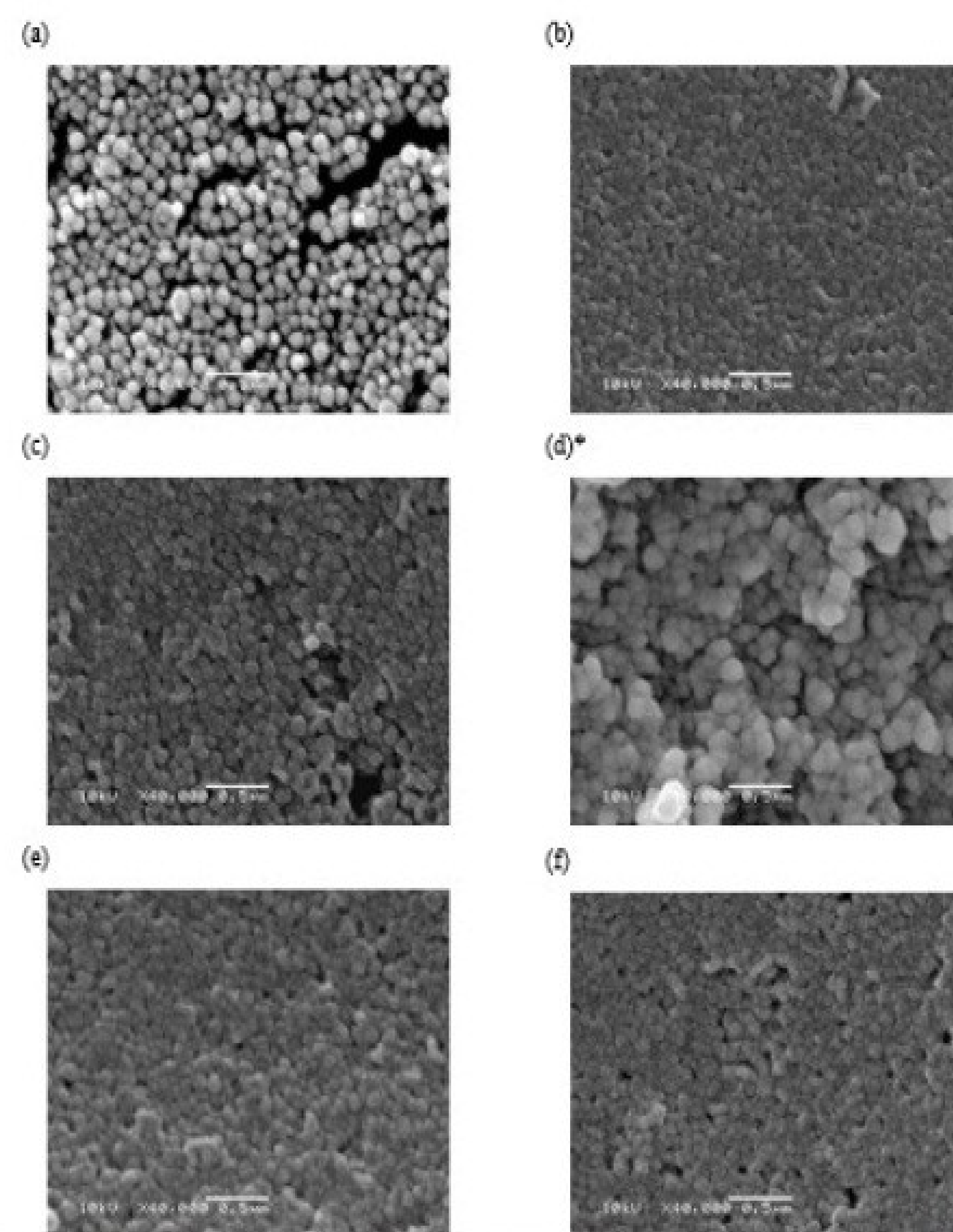


Figura 2: Imagens de MEV para amostras obtidas utilizando diferentes composições do agente porogênico: (a) sem agente porogênico; (b) 100% tolueno; (c) 80% tolueno - 20% heptano; (d) 60% tolueno - 40% heptano; (e) 40% tolueno - 60% heptano; (f) 20% tolueno - 80% heptano. \*Imagem obtida a partir da amostra seca. As demais imagens foram obtidas a partir de amostras em que uma gota de miniemulsão foi colocada sobre fita de carbono.

## CONCLUSÕES

Nanoesferas porosas de divinilbenzeno e metacrilato de dietilaminoetila foram obtidas com sucesso utilizando-se um surfactante não iônico. Entretanto, não foi possível remover adequadamente o surfactante.

## REFERÊNCIAS

1. CRESPIY, Daniel; LANDFESTER, Katharina. Miniemulsion polymerization as a versatile tool for the synthesis of functionalized polymers. *Beilstein Journal of Organic Chemistry*, Germany, p. 1132–1148, dec.2010.
2. ANTONIETTI, Markus; LANDFESTER, Katharina. Polyreactions in miniemulsions. *Elsevier: Progress in Polymer Science*, v. 27, p. 689-757, may.2002.
5. OLIVEIRA, Marco Antonio M.; NELE, Márcio; PINTO, José Carlos. Polimerização RAFT em Miniemulsão. *Polímeros*, vol. 23, n. 6, p. 784-797, 2013.
3. OLIVEIRA, Maurício Pinheiro de. Síntese de novos estabilizantes poliméricos do tipo poli(álcool vinílico-co-neo decanoato de vinila) para utilização na copolimerização em miniemulsão do acetato de vinila (VAc) com o neo-nonanoato de vinila (VEOVA-9). 2010. 266 f. Tese (Doutorado em Ciências – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais). Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena.
4. SCHORK, F. J.; POEHLEIN, G. W.; WANG, S.; REIMERS, J.; RODRIGUES, J.; SAMER, C. Miniemulsion polymerization. *Elsevier - Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 153, p.39-45, aug.1999.

## AGRADECIMENTOS