



## AVALIAÇÃO DA MISCIBILIDADE DE BLENAS DE POLI(EPICLORIDRINA-CO-ÓXIDO DE ETILENO) E POLI(METACRILATO DE METILA)

Renato Turchete e Maria Isabel Felisberti  
Instituto de Química – Universidade Estadual de Campinas

cx. postal 6154 cep: 13083-970 Campinas – SP

e-mail: g963123@iqm.unicamp.br

### Abstract

The miscibility of blends of poly(methylmetacrylate), (PMMA) and poly(epichlorohydrin-co-ethylene oxide), (ECO) were investigated by differential scanning calorimetry, DSC. The ECO was fractionated using two different systems: a solvent-nonsolvent system and by cooling the solution in tetrahydrofuran in the temperature range from 20 to 0°C. The fractions with different composition and molecular weight were used to prepare the blends by casting from solution in tetrahydrofuran.

The blends exhibit two glass transitions shifted in relation to the glass transitions of the pure polymers, indicating a partial miscibility. Blends containing copolymer richer in epichlorohydrin segments were more miscible than blends of non-fractionated ECO.

---

### PALAVRAS -CHAVE

Blendas, fracionamento, miscibilidade, poli(metacrilato de metila) e elastômero de epicloridrina

A miscibilidade de blendas de poli(epicloridrina-co-óxido de etileno) (ECO) e poli(metacrilato de metila) (PMMA) é controversa. Aparentemente, o principal motivo da controvérsia é a dependência da miscibilidade destas blendas com a massa molar do copolímero ECO. Este trabalho tem como objetivo a avaliação da miscibilidade das blendas ECO/PMMA em função da massa molar e da composição do copolímero ECO. Para tanto, o copolímero ECO, da Zeon-Chem. Inc com  $M_n = 90$  Kg/mol,  $M_w/M_n = 10$  e razão molar de epicloridrina e óxido de etileno igual a 1,3, foi submetido a fracionamento utilizando solventes e a fracionamento por abaixamento de temperatura, na faixa de 20 a 0°C. No fracionamento por solventes, partiu-se de uma solução de ECO em tetrahidrofurano anidro, THF, a 2% em massa e adicionou-se alíquotas do não-solvente. Foram utilizados o etanol e a água como não-solventes, sendo obtidas frações com diferentes composições e massas molares. Para o fracionamento por temperatura foram utilizadas soluções em THF, com diferentes concentrações (3 e 5% em massa). As soluções foram submetidas a um programa de resfriamento de 1°C/24 horas na faixa de temperatura entre 0 e 20°C, permanecendo a determinadas temperaturas o tempo necessário para a total separação de fases.

Tanto as frações obtidas por adição de não-solvente, como por temperatura foram caracterizadas por espectroscopia vibracional na região do infravermelho, IV, e por ressonância magnética nuclear de próton, RMN<sup>1</sup>H. Através desta caracterização constatou-se que o ECO foi fracionado por composição, sendo que o etanol foi o melhor não-solvente para diferenciar as frações por composição, pois com ele obteve-se uma fração rica em epicloridrina e duas outras, com composições diferentes. Utilizando-se água como não-solvente obteve-se uma fração com composição semelhante ao ECO não fracionado, e duas frações ricas em epicloridrina, mas não tão ricas como a obtida em etanol.

No fracionamento por abaixamento de temperatura, as frações obtidas não diferiram muito do ECO não fracionado em relação à composição, evidenciando que este não é um bom método para o fracionamento por composição.

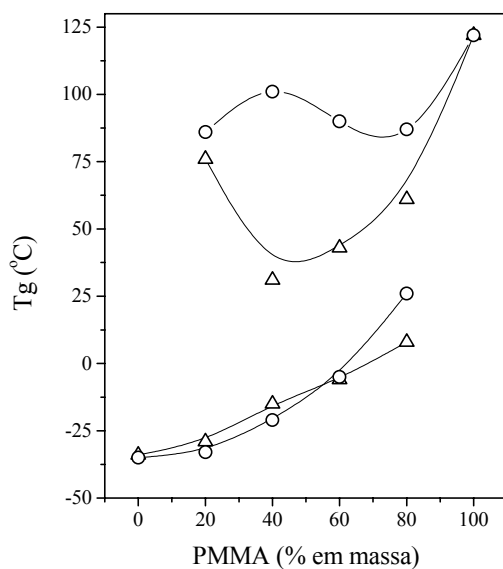
As blendas do copolímero ECO e de suas frações com PMMA foram preparadas por *casting* em tetrahidrofurano, nas composições 20, 40, 60 e 80% em massa de PMMA. A miscibilidade foi avaliada através da técnica de calorimetria diferencial de varredura, DSC.

As blendas PMMA/ECO-não fracionado apresentaram duas transições vítreas, T<sub>g</sub>, indicando a imiscibilidade. Entretanto, as transições estão deslocadas em relação às T<sub>g</sub>s dos componentes puros, e nota-se que quanto maior o teor de PMMA na blenda, maior é o deslocamento e, portanto, a miscibilidade. Este deslocamento é mais acentuado para a fase rica no copolímero, sendo observado um deslocamento de cerca de 60°C para a blenda

contendo 80% em massa de PMMA.

Já para as blendas de PMMA/ECO-fracionado, onde o copolímero é mais rico em epiclorigrina do que o ECO não fracionado, ambas as transições deslocam-se em relação à Tg dos componentes puros, porém de forma mais acentuada do que as correspondentes blendas com o copolímero não-fracionado, indicando uma maior miscibilidade. Isto pode ser melhor visualizado na Figura 1, onde são mostrados apenas os diagramas de fases para as blendas PMMA/ECO-não fracionado e PMMA/ECO-fracionado com razão molar epiclorigrina/óxido de etileno igual a 2,1.

**Figura 1:** Diagrama de fases para (o) blendas PMMA/ECO-não fracionado e ( $\Delta$ ) blendas PMMA/ECO-fracionado com razão molar epiclorigrina/óxido de etileno igual a 2,1.



Estes resultados mostram que a miscibilidade das blendas PMMA/ECO é dependente da composição.

#### AGRADECIMENTOS

A FAPESP, pelo apoio financeiro, processo n°: 98/03536-7.