

Caracterización de nuevos componentes en resinas poliésteres insaturadas

Santos, L.; López, E. E.; Hardmeier, I.; Rouge, P.; Feltrinelli, M.; Nardini, L.; Lagomarsino, A.

Centro de Investigación y Desarrollo en Química y Petroquímica (CEQUIPE)

La resonancia magnética nuclear (RMN) es una herramienta analítica fundamental para la determinación estructural de diferentes polímeros.

En particular, resulta muy útil para la caracterización de Resinas Poliéster

OBJETIVOS

Este trabajo presentará resinas poliésteres típicas, cuya composición es ampliamente conocida, y resinas poliésteres de última generación, donde se caracterizan los nuevos componentes y aditivos empleados, por medio de técnicas de RMN de alta resolución utilizando experimentos monodimensionales (^1H , ^{13}C , DEPT) y bidimensionales (COSY, TOCSY, HMQC, HMBC).

MATERIALES Y METODOS

Los espectros se obtuvieron en un espectrómetro de resonancia magnética nuclear FT-NMR Bruker Avance DPX400 (de 400 MHz para RMN ^1H y 100 MHz para RMN ^{13}C). Para la preparativa de la muestra se utilizó una estufa de vacío y diferentes solventes comunes y deuterados.

Las muestras, generalmente disueltas en estireno ó dimetilformamida, se lavan sucesivamente con diferentes solventes y se secan al vacío hasta llegar a sequedad.

Posteriormente, las mismas se redissuelven en solventes deuterados (CDCl_3 ó DMF-d_6) y se registran diferentes espectros de RMN.

RESULTADOS

En base a la interpretación de los distintos espectros obtenidos se identificaron y

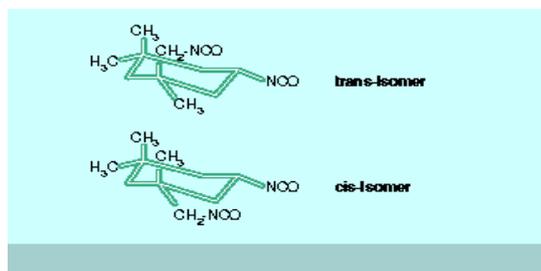
cuantificaron los diferentes componentes de los nuevos materiales.

A título de ejemplo se presentan los datos obtenidos de una de las muestras analizadas, en forma de tabla (fig. 1) resultantes de la interpretación de los diferentes espectros de RMN obtenidos.

	^1H (p.p.m)	^{13}C (p.p.m)
metilenos de AA	2.34 - 2.46 1.68 - 1.72	33.8 44.16 - 47.36
metilenos del 1,4-BG	1.61 - 1.72 3.40 - 3.72	64.26 29.33
metilos de IPDI	0.89 - 1.47	21.56 - 25.97
metilenos de IPDI	1.49 - 1.65	42.17 - 44.77
metilos de MPSil	0.09 - 0.12	3 - 5

(fig. 1) Asignación de señales de los espectros de RMN ^1H y ^{13}C .

Sobre la base de la interpretación de los datos obtenidos, se concluye que la muestra analizada está formada por una resina poliéster a base de ácido adipico (AA) y 1,4-butilén glicol (1,4-BG), un poliuretano alifático compuesto por poli(isocianatos) derivados de una mezcla de isómeros del di-isocianato de isofoforona (IPDI) (fig. 2) y una baja proporción de siliconas del tipo metil fenil siloxano (MFSil)



(fig. 2) Isómeros de di-isocianato de isofoforona

La introducción de poli(isocianatos) derivados de isómeros del di-isocianato de isofoforona (IPDI) incorporados a una resina poliéster

tradicional modifica sensiblemente sus propiedades físicas.

CONCLUSIONES

- La RMN resulta una herramienta analítica muy útil para caracterizar los distintos componentes de RPI.
- Mediante RMN se pueden hallar las relaciones molares entre componentes y, conociendo las masas moleculares relativas de las diferentes unidades monoméricas identificadas, se puede llegar a una relación en peso.
- Las determinaciones son rápidas, ya que la preparativa de las muestras demanda unas dos (2) horas y los experimentos de RMN se programan para adquirirlos automáticamente durante la noche ó durante un fin de semana.
- Es una técnica que requiere poca cantidad de muestra (apenas unos mg) y se puede recuperar la totalidad de la misma (ensayos no-destrutivo).

REFERENCIAS

- [1] Lic. Mario Bisso, "Análisis de Resinas Poliester no saturadas por Resonancia Magnética Nuclear" INTI-Depto. Química, 1986 .
- [2] Eberhard Breitmaier, Wolfgang Voelter "Carbon-13 NMR Spectroscopy" VCH, 1987.
- [3] W.W. Simons, M. Zanger, "The Sadtler Guide to the NMR Spectra of Polymer", 1973.

Para mayor información contactarse con:

Eduardo E. López – eeopez@inti.gov.ar

[Volver a página principal](#) ◀