

XI JORNADA BRASILEIRA DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA MINI-CURSOS EM RMN

Programa



www.auremn.org.br

04 a 06 de agosto de 2010
Curitiba, PR, Brasil



TR54

MONITORAMENTO DA CURA DA RESINA EPÓXI UTILIZANDO RMN UNILATERAL

Luis Fernando Cabeça¹, Rodrigo Bagueira Vasconcellos de Azeredo², Luiz Alberto Colnago^{1*}

1. Embrapa – Instrumentação Agropecuária, R. XV de Novembro, 1452, São Carlos – SP

2. Universidade Federal Fluminense, IQ, Depto. Química Orgânica, Niterói - RJ

colnago@cnpdia.embrapa.br

keywords: RMN Unilateral; Relaxação; Resina Epóxi

Os principais trabalhos envolvendo instrumentação de RMN unilateral vêm sendo desenvolvidos pelo grupo do professor Blümich e tem sido denominado de NMR-MOUSE (Móvil Universal Surface Explorer)^{1,2}. A sonda (ímã e bobina de excitação e detecção) do NMR-MOUSE (Figura 1) consiste em dois ímãs com magnetização anti-paralela produzindo o campo magnético B_0 com as linhas de campo magnético paralelas a superfície dos ímãs. A bobina de RF é posicionada no gap entre os dois ímãs produzindo o campo de radiofrequência (RF) B_1 perpendicular a superfície dos ímãs. Esta configuração do sensor elimina as restrições no tamanho da amostra impostas pelo tamanho do bore ou gap dos ímãs dos espectrômetros e tomógrafos de RMN convencionais.

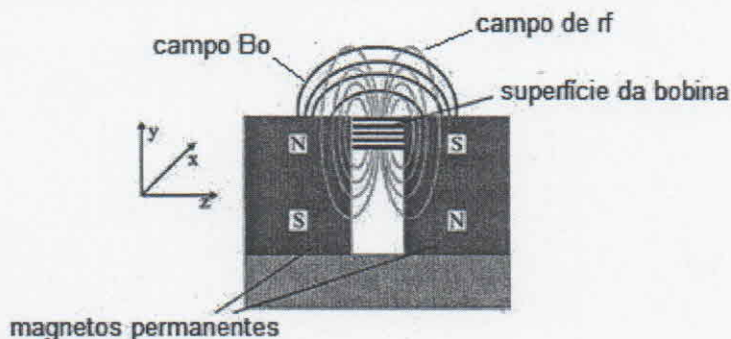


Figura 1. Princípio do NMR-MOUSE, no qual o campo magnético B_0 e o campo de RF B_1 são aproximadamente ortogonais (Figura adaptada da referência Blümich *et al.* 1998).

RMN unilateral apresenta uma penetração pequena, sendo uma ferramenta importante para investigação de danos em superfícies. Nessa área, elastômeros e polímeros são classes de materiais interessantes para análise de superfície, bem como na análise de alimentos³.

Uma utilização inovadora do RMN unilateral seria a aplicação do sensor no acompanhamento de cinética de reações químicas *in situ*. Assim, o objetivo desse trabalho é o monitoramento da reação de cura da resina epóxi através das medidas da intensidade dos ecos obtidos pela técnica de CPMG utilizando o sensor de RMN unilateral.

A resina epóxi foi obtida no comércio local (Araldite), e consiste de uma resina acompanhada de um endurecedor (amina primária) (Figura 2a). O tempo total de cura indicado pelo fabricante é de 10 minutos. Os experimentos foram realizados com um RMN unilateral ligado a um transmissor/receptor CAT-100 da Tecmag. As medidas de CPMG, com $\tau = 200\mu s$, foram feitas a cada 2,0 minutos. Para cada experimento foi feito a soma dos



ecos e um único eco com valor máximo de intensidade foi obtido. A intensidade máxima deste eco foi plotada em função do tempo (Figura 2b). As medidas foram feitas até obtenção de um decaimento exponencial do sinal com um bom ajuste dos pontos (20 minutos).

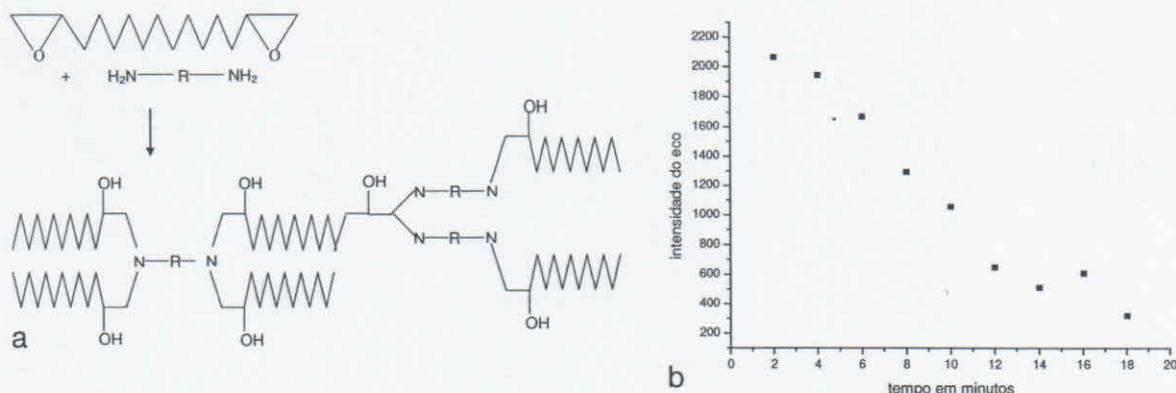


Figura 2. A) Reação de polimerização de resina epóxi. B) Variação da amplitude do sinal de CPMG da mistura resina epóxi-endurecedor em função do tempo em minutos.

Nos primeiros instantes verificam-se valores altos nas intensidades dos ecos, indicando maior mobilidade dos hidrogênios e menor viscosidade da mistura (Figura 2b). Com passar do tempo ocorre formação de ligações entre as cadeias, aumentando a viscosidade do meio, diminuindo a mobilidade dos núcleos de hidrogênio com consequente diminuição dos valores das intensidades dos ecos.

Sendo assim, a utilização de RMN unilateral permitiu realizar o estudo cinético de uma reação química *in situ*. Através da análise das intensidades dos ecos fornecida pela técnica de CPMG foi possível observar a velocidade de cura da resina epóxi. A utilização dessa metodologia pode ser aplicada industrialmente na análise da cura da resina monitorando a secagem nas diversas aplicações industriais: eletrônica, construção civil, manutenção industrial e outros. Um novo sensor de RMN unilateral está sendo construído com configuração apropriada para estudos de outras reações *in situ*.

Referências

1. Eidmann G, Savelsberg R, Blümler P, Blümich B. *J. Magn. Reson. A*. 1996; **122**: 104.
2. Blümich B, Blümler P, Eidmann G, Guthausen A, Haken R, Schmitz U, Saito K, Zimmer G. *Magn. Reson. Imaging*. 1998; **16**: 479.
3. Blümich B, Anferova S, Klein M, Fechete R. *Macromol. Matr. Eng.* 2003; **288**: 312.

FAPESP (2009/01104-9, LFC), EMBRAPA