



Síntese e caracterização do monoestearato de glicerila

Gabriella Martins Andrade (IC)^{1*}, Fabyana Aparecida Soares (PG)¹, Olacir Alves Araújo (PQ)¹

***gabriella.martins22@outlook.com**

¹⁾ Universidade Estadual de Goiás – Campus Central

Resumo: O glicerol conhecido comercialmente como glicerina, é um líquido viscoso, incolor, inodoro e higroscópico, solúvel em água e álcool, insolúvel em éter e clorofórmio. É o principal subproduto gerado na produção de biodiesel, correspondendo a aproximadamente 10% do volume total. Apesar da indústria utilizar parte do glicerol gerado na produção de biodiesel ainda existem grandes quantidades estocadas sem uma destinação final. E com isso faz-se necessária a busca de novas alternativas para sua utilização. Este trabalho visou realizar a síntese e caracterização do monoestearato de glicerila. O produto obtido foi caracterizado por meio de espectroscopia na região do infravermelho e termogravimetria, cujos resultados indicaram a formação do monoestearato de glicerila (MEG). O MEG obtido foi submetido a testes de solubilidade no qual foi insolúvel em acetona, hexano e DMSO, e no dicloroetano, 1-Metil-2-pirrolidona e THF apresentou uma faixa de solubilidade, demonstrando algumas características do produto.

Palavras-chave: Glicerol. Espectro Infravermelho. Termogravimetria. Monoestearato de glicerila.

Introdução

O glicerol é o principal subproduto gerado na produção de biodiesel, correspondendo a aproximadamente 10% do volume total de biodiesel (ORO, et al., 2019). O glicerol que recebe o nome comercial glicerina, é um líquido viscoso, incolor, inodoro e higroscópico, solúvel em água e álcool, insolúvel em éter e clorofórmio. (RODRIGUES, et al., 2019).

Dentre as novas aplicações do glicerol no Brasil, tem-se a produção de propeno, utilizado na produção de polipropileno, que encontra aplicação na indústria de automóveis, eletrodomésticos, produção de ração para alimentação animal, produção de etanol e hidrogênio por processos biotecnológicos, produção de ácido fórmico a partir da oxidação do glicerol, além da sua polimerização e produção de aditivos de combustíveis (EZE e HARVEY, 2018; RODRIGUES, et al. 2019; LEMOS, 2018).

Material e Métodos

Reação de condensação entre o glicerol e o ácido esteárico (funcionalização)

As reações de condensação do glicerol com ácido esteárico foram





conduzidas em um sistema reacional constituído por um reator do tipo Kettle de 0,5 L ao qual foi acoplado um tubo de Dean Stark e um condensador de bolas. Com o objetivo de homogeneizar a temperatura foi utilizado um agitador mecânico (Fisatom 713D) acoplado com uma haste de vidro e hélice de teflon. O aquecimento foi realizado usando uma manta térmica e para monitorar e controlar a temperatura do sistema reacional foi utilizado um sistema de controle de temperatura constituído de um controlador universal NOVUS N1200, um termopar tipo K e um diodo de estado sólido (SED). As reações foram realizadas adicionando 25 mL de glicerol (0,35 mol) ao sistema reacional juntamente com o ácido esteárico na proporção molar 1:1 e o catalisador. Como catalisador foi usado o Nafion 417[®] (catálise heterogênea), o qual trata-se de uma membrana perfluorinada e reforçada com politetrafluoroetileno (PTFE) sulfonado, adicionado na forma de fita de 1 cm². Após adicionar o glicerol, ácido e catalisador o sistema foi aquecido até a temperatura de 160 °C, permanecendo durante 210 minutos. A água, subproduto da reação, coletada no tubo de Dean Stark, foi usada como parâmetro para identificar o fim da reação.

Caracterização das amostras

As amostras foram caracterizadas por espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho, utilizando um espectrômetro Perkin Elmer, modelo Spectrum Frontier, e análise termogravimétrica, usando um equipamento Perkin Elmer modelo Pyris 1 TGA no CAITEC, ambos no Centro de Análises, Inovação e Tecnologia em Ciências Naturais e Aplicadas da UEG, CAITEC.

Resultados e Discussão

Reação de condensação entre o glicerol e o ácido esteárico (funcionalização)

Os produtos gerados na reação de condensação do glicerol com o ácido esteárico, é denominado de glicerol funcionalizado ou monoestearato de glicerila (MEG), possui como subproduto da reação a água a qual foi coletada durante toda a reação, sendo também um indicativo de que a reação está ocorrendo, correlacionando o fim da reação ao fim da produção de água. O produto formado possui aspecto ceroso e o tempo da reação foi de 5 horas.

Nas Figura 1 e 2 estão os espectros vibracionais de absorção na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do glicerol e do ácido esteárico,





respectivamente. Já a Figura 3 mostra o espectro vibracional na região do infravermelho do monoestearato de glicerila. O espectro do glicerol apresenta uma banda alargada na região de 3400 cm^{-1} característica do estiramento de O-H, assim como a banda em 1639 cm^{-1} associada à deformação angular da ligação O—H, e as bandas em 2918 e 2850 cm^{-1} referentes ao estiramento C-H dos carbonos sp^3 . No espectro do MEG, em 1737 cm^{-1} aparece uma banda intensa que é atribuída ao estiramento de C=O. O deslocamento dessa banda em relação ao ácido esteárico evidencia a formação do grupo éster. Os estiramentos da ligação C—O de álcool secundário e primário localizam-se respectivamente em 1109 e 1046 cm^{-1} . Observa-se que houve a inversão na intensidade dessas bandas de absorção quando comparado ao glicerol puro, indicando que a quantidade de hidroxilas primárias diminuiu em relação à secundária, sugerindo que a funcionalização ocorreu preferencial nas hidroxilas primárias (PAIVA, *et al.*, 2016).

Figura 1: Espectro vibracional de absorção na região do infravermelho do glicerol.

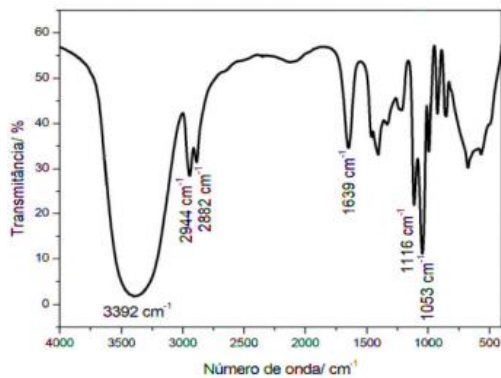


Figura 2: Espectro vibracional de absorção na região do infravermelho do ácido esteárico.

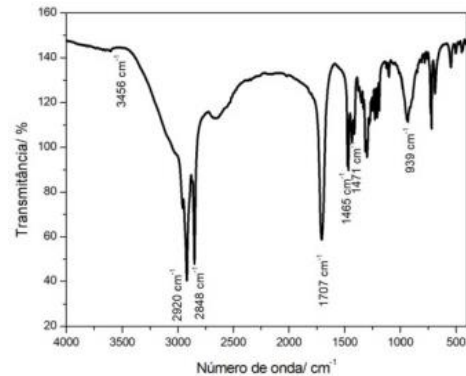
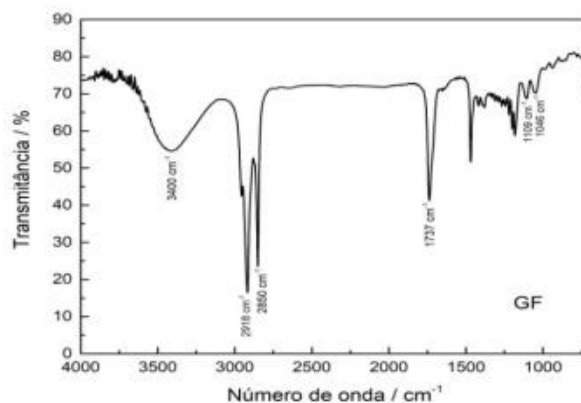


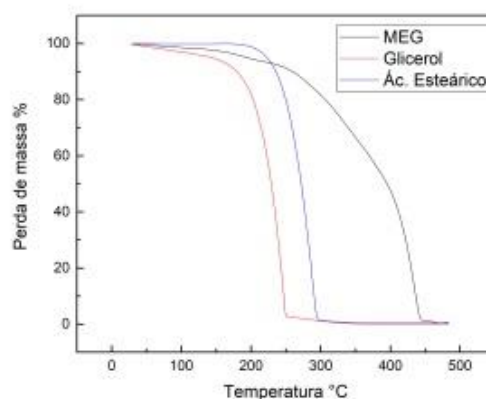
Figura 3: Espectro vibracional de absorção na região do infravermelho do glicerol funcionalizado com ácido esteárico.





Na Figura 4 estão as curvas termogravimétricas do MEG, ácido esteárico e glicerol funcionalizado. Na curva do glicerol, observa-se que a curva apresenta um estágio de perda de massa que inicia em 140 °C e termina em 255 °C, com velocidade máxima de perda de massa em 246 °C, e 100% de perda de massa. A perda de massa em uma etapa e a inclinação instantânea na curva indica uma taxa de perda de massa relativamente rápida, sugerindo que o evento térmico está associado principalmente à vaporização por ebulição do glicerol, ocorrendo também decomposição térmica simultânea. Na curva do ácido esteárico observou-se uma etapa com 100% de perda de massa, iniciando em 250 °C e terminado em 300 °C, com velocidade de perda máxima em 286 °C. O perfil da curva apresenta uma inclinação rápida, que é característica de eventos térmicos associados à vaporização por ebulição. Portanto, a perda de massa foi atribuída principalmente à vaporização do composto por ebulição. Na amostra MEG, a primeira etapa de 135-237 °C, com 6,43% de perda de massa, foi atribuída a vaporização simultânea de água e glicerol que não reagiu, a segunda etapa de 237-294 °C, com 10,70% de perda de massa, corresponde à vaporização parcial da amostra, e a terceira etapa na faixa de 394-356 °C, com 18,56% de perda de massa, corresponde a vaporização parcial da amostra, e a quarta etapa na faixa de 356-461 °C, com 64,31% de perda de massa, foi atribuída à decomposição térmica.

Figura 4: Curvas termogravimétricas do ácido esteárico, do glicerol, e das amostras do glicerol funcionalizado.



Teste de solubilidade

Realizou-se o testes qualitativos de solubilidade, colocando pequenas quantidades de MEG em alguns solventes. Na Tabela 1 está indicado o comportamento do MEG em





relação aos solventes usados. O THF solubilizou a amostra, e em meio do dicloroetano o produto foi pouco solúvel já em meio da 1-Metil-2-pirrolidona foi muito pouco solúvel, e nos demais solventes se apresentou insolúvel.

Tabela 1 – Resultados do teste de solubilidade

Reagentes	MEG
Acetona	Insolúvel
Dicloroetano	Pouco solúvel
DMSO	Insolúvel
Hexano	Insolúvel
1-Metil-2-pirrolidona	Muito pouco solúvel
THF	Solúvel

Fonte: Própria do autor

Considerações Finais

Por meio das análises dos espectros de infravermelho e análise termogravimétrica foi possível confirmar a formação do Monoestearato de glicerila, indicando que o procedimento de síntese foi adequado. Os testes de solubilidade indicaram os melhores solventes para o MEG.

Agradecimentos

BIC/UEG – Bolsas de Iniciação Científica da UEG

REFERÊNCIAS

- EZE, V. C.; HARVEY, A. P. Continuous reactive coupling of glycerol and acetone – A strategy for triglyceride transesterification and in-situ valorisation of glycerol by-product. **Chemical Engineering Journal**, 347, 41–51, 2018.
- LEMONS, C. O. T. Estudo da eterificação catalítica de glicerol em reator contínuo. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia – Minas Gerais.
- ORO, C. E. D.; BONATO, M.; OLIVEIRA, J. V.; TRES, M. V.; MIGNONI, M. L.; DALLAGO, R. M. A new approach for salts removal from crude glycerin coming from industrial biodiesel production unit. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, 7, 1-6, 2019.
- RODRIGUES, C. V.; NESPECA, M. G.; SAKAMOTO, I. K.; DE OLIVEIRA, J. E.; VARESCHE, M. B. A.; MAINTINGUER, S. I. Bioconversion of crude glycerol from waste cooking oils into hydrogen by sub-tropical mixed and pure cultures. **International Journal of Hydrogen Energy**, 44, 144-154, 2019.

