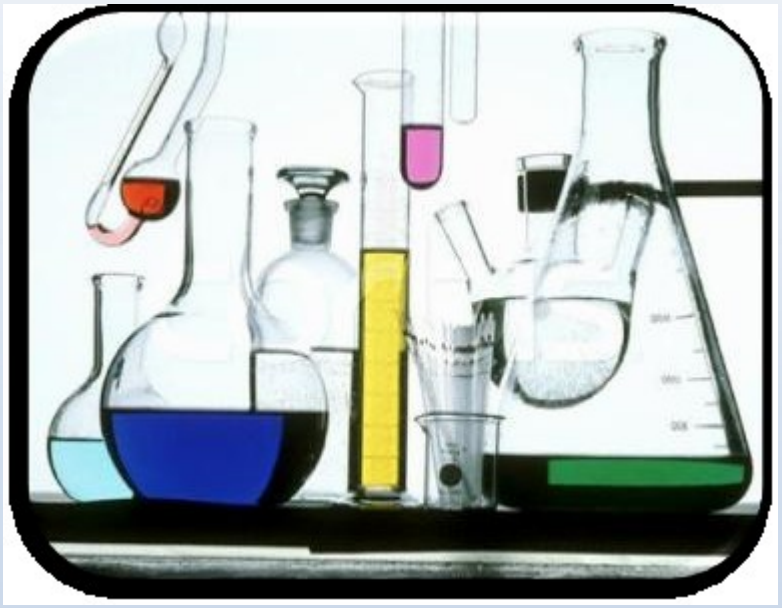
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE

INSTITUTO DE QUÍMICA

Aulas Experimentais

QUÍMICA INDUSTRIAL II (PRÁTICA) - QUI 0674.1



CURSOS: Licenciatura e Bacharelado em Química

Autora: Profa. Luciene da S. Santos

Colaboradores (Discentes do IQ da UFRN, monitores de Química do Petróleo): Keverson Oliveira, Ramoni Renan, Heloise Moura, Clenildo Longe, Anne Câmara, Rafael Sales, José Carlos Andrade, Etemístocles Silva.

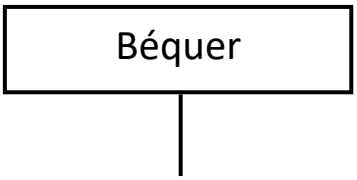
Versão nº 1, (Sob revisão)
março-2019 Natal, RN

SUMÁRIO

INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO FLUXOGRAMA……..3
INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO.....5
Prática 1: Síntese e caracterização de diacetato de hidroquinona..... 12
Prática 2: Obtenção do ácido tereftálico 14
Prática 3: Síntese da cicloexanona 16
Prática 4: Síntese de ésteres aromáticos de frutas.....19
Prática 5: Preparação de álcool gel..... .22
Prática 6: Preparação de polímeros.....24
Prática 7: Síntese do acetato de celulose 28
Prática 8: Bioplástico: Síntese a partir de amido de batata.....31
Prática 9: Síntese da Carboximetilcelulose (CMC)..... 34

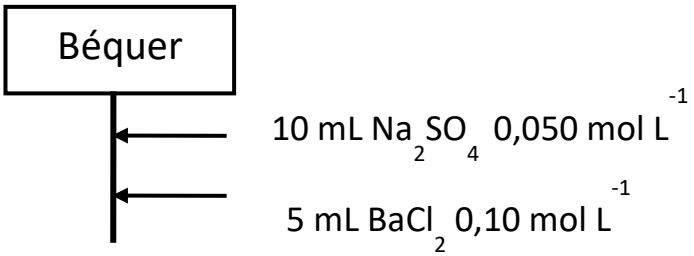
INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO FLUXOGRAMA

1°. Os equipamentos, vidrarias nas quais serão realizados os procedimentos iniciais são inscritos em um retângulo colocado no início do fluxograma. A partir da base do retângulo traça-se uma linha vertical que chega até a fase operacional seguinte:

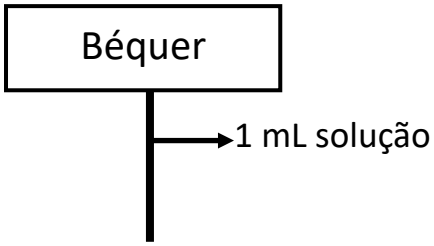


2°. A adição de um reagente aos materiais iniciais é indicada por meio de uma flecha perpendicular à linha vertical que une as duas fases do processo. As substâncias devem ser mencionadas, somente, pela fórmula, seguindo a seguinte sequência:

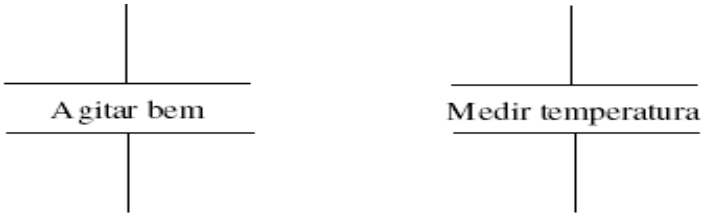
volume – fórmula – concentração.



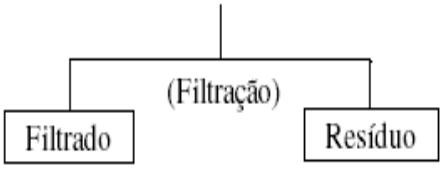
3°. Indica-se a retirada de uma porção da mistura de reação com uma flecha que parte da linha vertical.

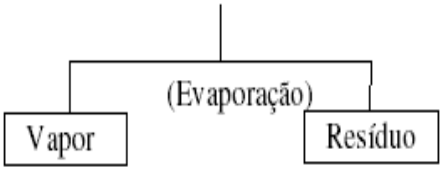


4°. As operações realizadas na mistura de reação que não impliquem em separação de componentes devem ser representadas pela interrupção da linha vertical, por duas linhas horizontais paralelas. A descrição da operação fica compreendida no espaço entre as duas linhas:

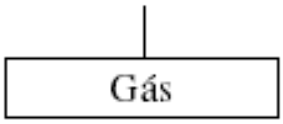


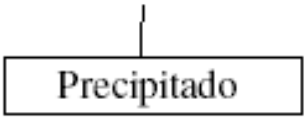
5°. Uma operação que implique na separação dos componentes da mistura é indicada traçando-se uma linha horizontal no fim da linha vertical. O nome da operação é escrito entre parênteses, debaixo da linha horizontal. Os produtos resultantes de uma separação são encerrados em retângulos, os quais são unidos por linhas verticais às extremidades da linha horizontal:



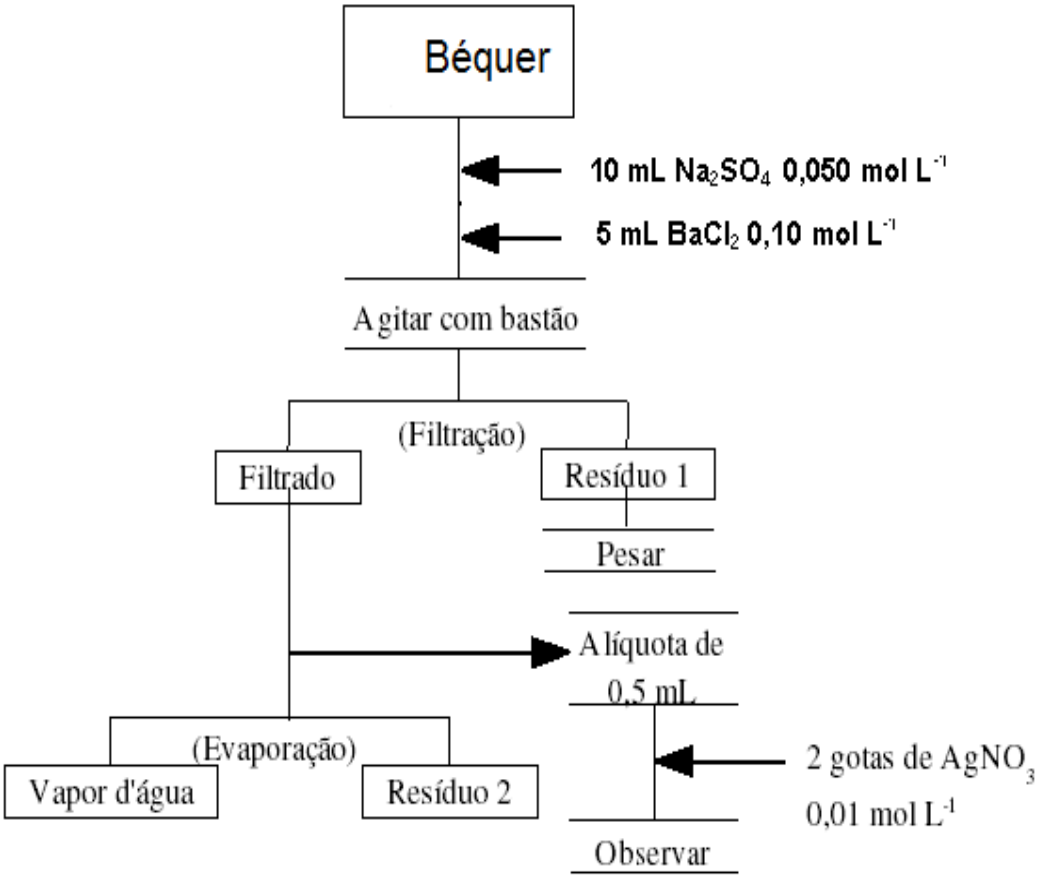


6° Os produtos resultantes de qualquer operação também são fechados em retângulos:





Exemplo de um fluxograma completo:



INSTRUÇÕES PARA ELABORAÇÃO DO RELATÓRIO

1. O que é um relatório?

O relatório de uma atividade prática é uma exposição escrita de um determinado trabalho ou experiência laboratorial. Não é apenas uma descrição do modo de proceder (técnicas, reagentes, material, etc.), pois este conjunto de informações constitui o protocolo. Um relatório é o conjunto da descrição da realização experimental, dos resultados nele obtidos, assim como das idéias associadas, de modo a constituir uma compilação completa e coerente de tudo o que diga respeito a esse trabalho. De alguma forma, elaborar um relatório deve ser visto pelo aluno como uma etapa importante na sua formação acadêmica, para que mais tarde, como profissional, possa ter adquirido e desenvolvido a prática e o raciocínio crítico necessários à elaboração de um artigo científico.

2. Como escrever?

O relatório, como instrumento de trabalho, deve utilizar uma linguagem simples, clara, objetiva e precisa. A clareza do raciocínio, característica do método científico, deve transparecer na forma como o relatório é escrito.

O relatório deve ser conciso e coerente, incluindo a informação indispensável

à compreensão do trabalho. A forma pela qual alguma informação pode ser apresentada (tabelas, gráficos, ilustrações), pode contribuir consideravelmente para reduzir a extensão de um relatório.

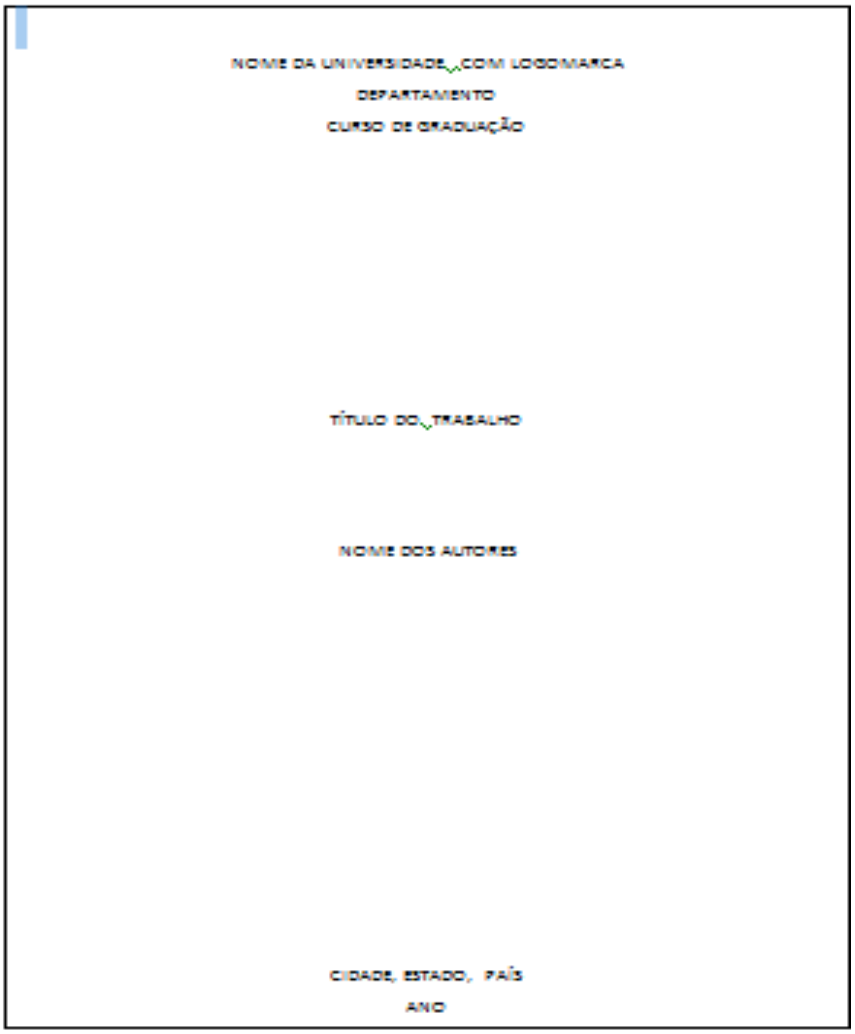
As frases utilizadas devem ser completas, para que, através da sua leitura seja possível seguir um raciocínio lógico. Em ciência, todas as afirmações devem ser baseadas em provas fatuais e não em opiniões não fundamentadas. Fatos especulativos não podem tomar o lugar de outros já demonstrados. De igual modo, o aluno (futuro investigador) deve evitar o excesso de conclusões, sendo estas precisas e sintéticas. As conclusões devem, igualmente, ser coerentes com a discussão dos resultados.

3. Estrutura de um relatório

A divisão metodológica de um relatório em várias seções ajuda a sua organização e escrita por parte dos autores e, de igual modo, permite ao leitor encontrar mais facilmente a informação que procura.

3.1. CAPA (1ª.página) → Título, autor(es) e data

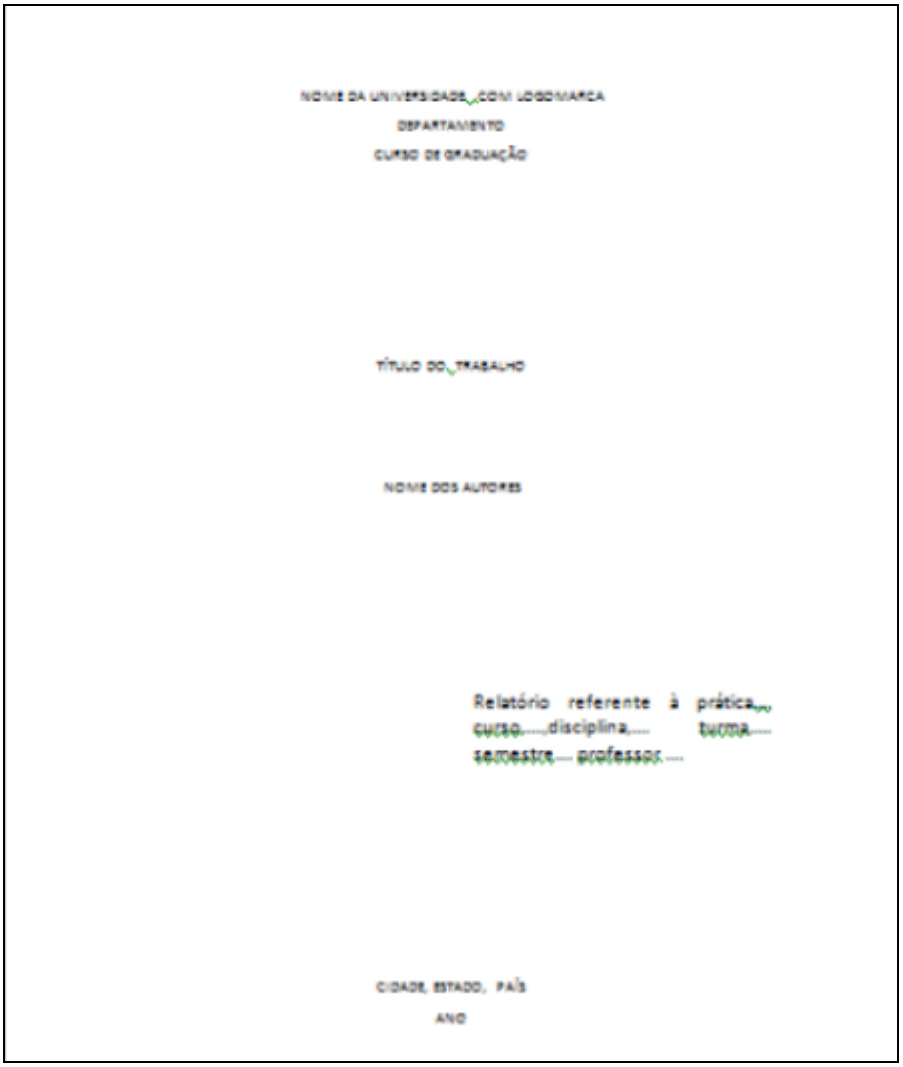
Identificação da faculdade, do departamento do curso de graduação, identificação do trabalho (título centralizado horizontalmente e verticalmente). Identificação dos autores. Cidade, Estado e País, data em que o relatório foi realizado.
Formatação: Papel A4, fonte Arial, tamanho 12, todas maiúsculas centralizadas horizontalmente.



3.2. FOLHA DE ROSTO (2ª. página)

Identificação da faculdade, do departamento do curso de graduação, identificação do trabalho (título centralizado horizontalmente e verticalmente). Identificação dos autores. Cidade, Estado e País além de um pequeno texto de encaminhamento contendo o nome do experimento, curso, disciplina, semestre e o nome do professor,data em que o relatório foi realizado.

Formatação: Verificar a norma ABNT atual ou da Biblioteca de química da UFRN.


NOME DA UNIVERSIDADE COM LOGOMARCA
DEPARTAMENTO
CURSO DE GRADUAÇÃO

TÍTULO DO TRABALHO

NOME DOS AUTORES

Relatório referente à prática,,,
curso,,,,disciplina,,,,, turma,,,,
semestre,,,, professor,,,,

CIDADE, ESTADO, PAÍS
ANO

3.3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA (3ª página em diante)

Descrição de toda teoria necessária ao entendimento da prática e da discussão dos resultados. Particularmente no caso de Química Analítica, a introdução deve conter a teoria do método analítico, das fontes e efeitos dos erros, descrição da amostra. Deve ser uma síntese própria dos vários livros consultados. Evite rodeios. Indicar durante o texto a referência usada. Ex.: ... segundo o modelo atômico de Bohr [1].

3.4. OBJETIVOS

Incluir sumariamente qual ou quais os objetivos do trabalho a realizar.

3.5. MATERIAIS E REAGENTES

Listar todos os materiais (vidrarias e equipamentos) utilizados na prática; listar todos os reagentes utilizados indicando as concentrações e/ou o grau de pureza.

3.6. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Descrição de todo o procedimento experimental realizado (conforme o roteiro da prática ou com as adaptações orientadas pelo professor).

3.7. RESULTADOS

Consiste na apresentação de todos os dados colhidos em laboratório ou dos calculados decorrentes dos dados. Devem ser apresentados na forma de tabelas, gráficos, etc, de modo a comunicar melhor a mensagem.

3.8. DISCUSSÃO

Interpretação dos resultados. Discutir os dados obtidos à luz da teoria exposta na fundamentação teórica e comparar com os dados da literatura. Analisar as fontes de erros, a exatidão e precisão da análise e, sempre que possível, comparar com a literatura ou com informações sobre a amostra. A discussão deve comparar os resultados obtidos face ao objetivo pretendido. Não se devem tirar hipóteses especulativas que não possam ser fundamentadas nos resultados obtidos. A discussão constitui uma das partes mais importantes do relatório, uma vez que é nela que os autores evidenciam todos os conhecimentos adquiridos, através da profundidade com que discutem os resultados obtidos.

OBS$_1$: A discussão é a parte do relatório que exige maior maturidade do aluno.

3.8. QUESTIONÁRIO

O questionário deverá ser devidamente respondido como um item do relatório

3.10. CONCLUSÕES

Esta parte do relatório deve sumarizar as principais conclusões obtidas no decurso do trabalho realizado. Faça uma síntese pessoal sobre as conclusões alcançadas com o seu trabalho. Enumere os resultados mais significativos do trabalho.

OBS$_2$: Não deve apresentar nenhuma conclusão que não seja fruto da discussão.

3.11. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS (Página posterior à da conclusão)

A bibliografia deve figurar no fim do relatório. Nela devem ser apresentadas todas as referências mencionados no texto, que podem ser livros (ou capítulos de livros), artigos científicos, CD-ROM e web sites consultados.

Obs: Verificar a norma ABNT atual ou da Biblioteca de Química da UFRN

INSTRUÇÕES PARA FAZER CORRETAMENTE UMA REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.

3.12. ANEXOS

Figuras, fotografias etc.

3.13. INSTRUÇÕES PARA FORMATAÇÃO DO RELATÓRIO

- **PAGINAÇÃO:**

✓ Folha = A4 (Papel = 90 g/cm²))
✓ Espaçamento entre linhas = 1,5 (Formatar / Parágrafo / Entre Linhas)
✓ Fonte texto = Arial 12 (Formatar / Fonte = Estilo da Fonte, Tamanho)
✓ Fonte nota rodapé e citações longas = Arial 10
✓ Margens: (Verificar a norma ABNT atual ou da Biblioteca de química da UFRN.
✓ Recuo (Parágrafo) = Verificar a norma ABNT atual ou da Biblioteca de química da UFRN.
✓ Alinhamento = Justificado

- **DIGITAÇÃO:** Verificar a norma ABNT atual ou da Biblioteca de química da UFRN.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE

INSTITUTO DE QUÍMICA

AULAS EXPERIMENTAIS

Disciplina: Química Industrial II

QUI 0674.1

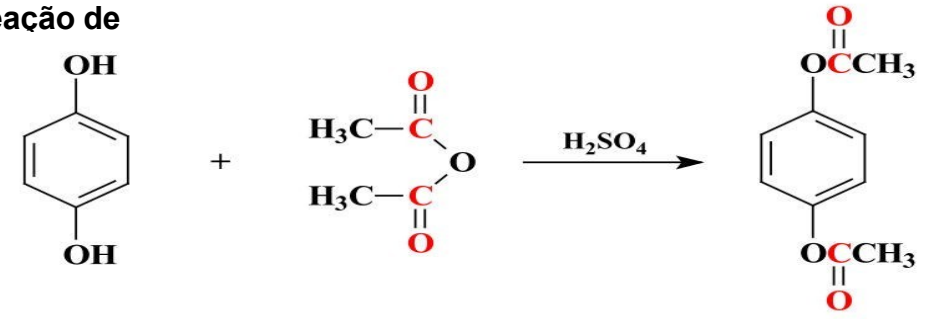
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE – UFRN
QUÍMICA INDUSTRIAL II – QUI 0674.1
AULA EXPERIMENTAL

Prática 1: Síntese e caracterização de diacetato de hidroquinona

Objetivo: Preparação do diacetato de hidroquinona.

Constantes Físicas:
Agulhas incolores; PF= 124 °C
Solubilidade:
Em água quente.....Ligeiramente Solúvel
Em álcool etílico.....Solúvel
Em éter Etílico.....Solúvel
Em Clorofórmio.....Solúvel

Reação de



Hidroquinona
P.M. 110,11 g/mol

Anidrido Acético
P.M.102,09 g/mol

Diacetato de Hidroquinona
P.M. 194,19 g/mol

Procedimento experimental:

ATENÇÃO!!! Tenham o máximo de cuidado. Todas as normas de segurança aprendidas durante o curso deverão ser seguidas. Na dúvida consulte o Professor.

I Etapa

Em um erlenmeyer de 50 mL colocar 1,83 g de hidroquinona, e 3,43 g ou (3,2 mL) de anidrido acético (considerando o percentual de pureza), e adicionar uma gota de ácido sulfúrico concentrado (d: 1,84). Agitar a solução para facilitar a dissolução. A reação desprende calor. Após 5 minutos, verter a mistura reacional sobre 40 g de gelo picado, com agitação. Filtrar os cristais formados em Buchner, e lavar os mesmos com aproximadamente 50 mL de água destilada gelada, em pequenas porções.

O diacetato de hidroquinona obtido é purificado por dissolução em etanol / água 50 % a ebulição (aquecimento em chapa ou banho-maria em erlenmeyer). Adicionar um pouco de carvão ativado e filtrar a quente, em banho maria, com uso de funil de vidro previamente aquecido (não permitir a presença de chama nas proximidades).

II **Etapa**

Concentrar o filtrado em chapa se necessário, e deixar em repouso para recristalizar. Filtrar os cristais em Buchner, lavando com pequenas porções de etanol 50 % gelado, secar ao ar, e depois em estufa a 50 °C. P. F. = 124 °C.

Reação de confirmação:

Em cadinho de porcelana, dissolver alguns cristais do produto em cerca de 1 ml de álcool etílico a 50%, aquecendo a chapa elétrica, se necessário. Adicionar algumas gotas de solução alcoólica saturada de cloridrato de hidroxilamina e gotas de solução de KOH alcoólica. Aquecer em chapa elétrica, até a reação se iniciar, o qu é indicado por ligeiro borbulhamento. Resfriar, acidular com solução aquosa a 5% (v/v) de HCl, e adicionar 1 gota de solução aquosa a 1% de $FeCl_3$.

Uma coloração vermelha a violeta intensa aparece, devido à formação de hidroxamato férrico, que é teste positivo para éster carboxílico.

Questões:

1) Encontre o Rendimento Experimental para a produção do Diacetato de Hidroquinona e descreva o mecanismo da reação de preparação do diacetato de hidroquinona.
2) Obter o espectro de IR do produto final e comparar com o existente na literatura. Encontrar o RMN do produto obtido.
3) Uma pequena quantidade de ácido sulfúrico acelera a obtenção do equílibrio da esterificação catalisada por ácido, a adição de uma grande quantidade de ácido sulfúrico pode resultar na diminuição do equilíbrio e em baixo rendimento do éster. Qual a função do H_2SO_4 nesta reação. Explique o efeito inibitório da alta concentração do ácido sulfúrico nesta reação?
4) Descreva, com fluxograma e reações, o processo de obtenção das MP's e do Produto dessa reação.
5) Descreva aplicações Industriais dos produtos obtidos
6) Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referências: Mano, Eloisa Biasotto; Seabra, Affonso do Prado; Práticas de Química Orgânica.(Adaptação)

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE – UFRN
QUÍMICA INDUSTRIAL II (PRÁTICA) - QUI 0674.1
AULA EXPERIMENTAL

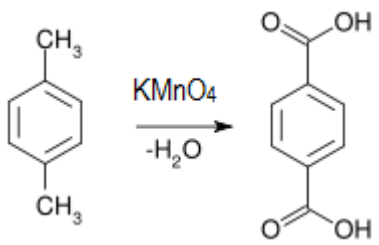
Prática 2: Obtenção do ácido tereftálico

Introdução

O ácido carboxílico produzido em maior quantidade é o ácido benzodióico também chamado ácido tereftálico ou ácido 1,4-benzoldicarboxílico. É o composto orgânico com fórmula C6H4(COOH)2, possui massa molar de 166,13 g/mol. Tem ponto de fusão de 427 °C e densidade de 1,522 g/cm³. É formalmente conhecido por seu acrônimo em inglês PTA (*purified terephthalic acid*). Este sólido incolor é uma *commdity* química que tem seu principal uso como precursor na formação do polímero poliéster (PET), em combinação com o etilenoglicol, que formam um polímero termoplástico, ou seja, que pode ser processado diversas vezes através do mesmo ou de outros processos. Também é utilizado na produção de vestuário e garrafas plásticas.

Cerca de 2,3 milhões toneladas por ano são produzidas no EUA como material de partida para preparação de fibras de poliéster. O ácido benzodióico é pouco solúvel em água e alcoóis, por consequência, até cerca de 1970 a maior parte do ácido era convertido no éster dimetílico para purificação. Ele sublima quando aquecido.

O xileno, reagente da reação de obtenção do ácido benzodióico, refere-se ao conjunto de compostos dimetil benzeno, onde a diferença é a posição relativa dos radicais metil (orto- xileno, meta-xileno e para-xileno). Este conjunto de compostos é conhecido como xilol. O para- xileno é usado em grande escala para a fabricação de ácido tereftálico, que serve de base para o plástico PET.



Reação de obtenção do ácido tereftálico (via oxidação do p-xileno).

Reagentes:

- Etanol;
- Permanganato de potássio;
- Solução aquosa a 20% de ácido clorídrico;
- Xileno P.A.

Materiais:

- Aparelhagens para refluxo (GPQO);
- Balão de fundo redondo DE 250 mL;
- Béquer 250 mL;
- Funil de bucher;
- Kitassato 500 mL;
- Placa de agitação magnética.

Procedimento Experimental:

I **Etapa**

Em um balão de 250 mL, colocar 2,0 mL de xileno, 5,5 g de $KMnO_4$ e 125 mL de água. Refluxar a mistura sob agitação até que haja descoramento da mistura reacional, o que leva aproximadamente 2h a 3 h. Se a solução permanecer violeta após aquecimento, adicionar 4 mL de etanol.

II **Etapa**

Após o termino da reação, resfriar a mistura, filtrar o MnO_2 precipitado em funil buchner e lavar com 10 mL de água quente por 2 vezes. Converter o filtrado de dibenzoato de potássio em ac. benzodióico pela adição de HCl 20%, até que o pH do meio se torne ácido. Filtrar o ác. benzodióico precipitado em funil de Buchner, lavar com 10 mL de água gelada e secar ao ar.

Rendimento: 70% (3,3g)

OBS: A adição do etanol nessa etapa de reação completa a redução do permanganato e há descoramento da solução.

Questionário

2. Indique técnicas para caracterização do produto obtido. Pesquise na literatura os espectros de IR e de massa do produto obtido.
3. Determine o rendimento reacional.
4. Indique duas rotas “verdes” para produção do ácido benzodióico.
5. Descreva o mecanismo de obtenção do ácido 1,4-benzodióico.
6. Descreva aplicações Industriais dos produtos obtidos
7. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
QUI 0674 – QUÍMICA INDUSTRIAL II

Prática 3: Síntese da cicloexanona

Introdução

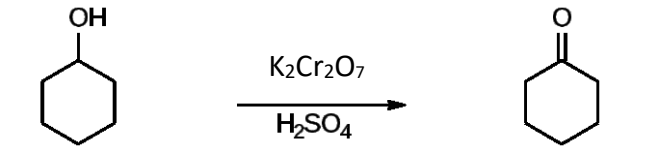
O produto formado a partir da oxidação de álcoois depende do agente oxidante empregado e da natureza do álcool de partida. Os álcoois primários sofrem oxidação produzindo aldeídos enquanto os álcoois secundários sofrem oxidação produzindo cetonas.

A cicloexanona, o produto de oxidação do cicloexanol, é um líquido incolor e oleoso que possui um odor residual de pimenta e acetona, e com o tempo, a cor deste líquido tende ao amarelo. É levemente solúvel em água, mas miscível com a maior parte dos solventes orgânicos mais comuns.

Possui a fórmula $C_6H_{10}O$ e o peso molecular de 98.15 g/mol. Tem ponto de ebulição de 155.65ºC e densidade de 0.9478 g/mL. Deve-se ter cuidado com o seu manuseio, uma vez que os vapores da ciclo-hexanona irritam os olhos, a pele e o aparelho respiratório.

É um composto químico utilizado na fabricação de tintas a base de solventes pesados. Dentre as suas principais aplicações, destacam-se: aditivo para óleo lubrificante e detergente; solvente para materiais macromoleculares, como polímeros e copolímeros de cloreto de vinila; esmaltes e agentes niveladores.

Reação:



cicloexanol cicloexanona

Reagentes:

- Ácido sulfúrico concentrado; - Cicloexanol;
- Dicromato de potássio; - Ácido oxálico;
- Diclorometano.

Materiais:

- Béquer de 150 mL; - Termômetro; -Funil de separação;
- Proveta; - Pipeta Graduada; - Espátula;
- Agitador magnético com aquecimento; - Rota evaporador; - Suporte universal.
-

Procedimento Experimental:

Parte I

1. Colocar cerca de 30 g de gelo picado em um béquer de 150 mL e adicionar 4 mL de ácido sulfúrico concentrado.
2. Adicionar a essa mistura 5 mL de cicloexanol (0.962 g/mL). Manter essa mistura em banho de gelo.
3. Retirar a mistura cicloexanol-ácido do banho de gelo e mergulhar um termômetro para monitorar a temperatura durante a reação.
4. Com a ajuda de uma pipeta graduada, adicionar aproximadamente 1 mL da solução de dicromato de potássio à mistura cicloexanol-ácido (anotar hora). A solução fica amarela e em pouco tempo fica verde. Nesta etapa, a temperatura deve ser mantida a 30 ºC (não se deve ultrapassar 35 ºC, pois pode ocorrer oxidação da porção de hidrocarboneto do cicloexanol, formando assim sub-produtos e diminuindo o rendimento final).
5. Resfriar a mistura reacional em banho de gelo antes de adicionar uma outra porção de solução aquosa de dicromato de potássio. A adição de mais solução de dicromato deve ser feita com agitação do meio reacional e sempre que a solução ficar verde.
6. Continuar a adição e o resfriamento até que sejam gastos 5 mL de solução de $K_2Cr_2O_7$.
7. Adicionar então, de uma única vez, 3 mL da solução de $K_2Cr_2O_7$ (totalizando 8 mL).
8. Agitar a mistura e deixar a temperatura subir até cerca de 50 ºC (sob aquecimento). Quando a temperatura retornar, espontaneamente, a 35ºC, adicionar, com cuidado, 0.5 g de ácido oxálico, sob agitação constante, para destruir o excesso de $K_2Cr_2O_7$. O tempo estimado entre o inicio da adição de $K_2Cr_2O_7$e a adição de ácido oxálico deverá ser de aproximadamente 45 minutos.

Parte II

1. Transferir a mistura obtida pelos grupos para um funil de separação de 500 mL e efetuar extração com 50 mL de diclorometano. Em seguida realizar nova extração com auxílio de mesmo volume (50 mL) de diclorometano em funil de separação 250 mL.
2. Separar a fase orgânica da fase aquosa e secá-la com cloreto de cálcio. Filtrar e transferir o conteúdo para um balão de 250 mL.
3. Evaporar o solvente em um rotaevaporador até o momento em que não for mais observada à condensação dos vapores e diclorometano na serpentina de água.
4. Medir o volume final do produto obtido (ciclohexanona) em proveta de 25 mL e dividir pelo número de grupos para obtenção de um volume médio.

Questionário

1. Além da oxidação de álcoois secundários, indique outros métodos para a

preparação de cetonas.
2. Sugira um mecanismo para a oxidação de um álcool secundário, utilizando-se $K_2Cr_2O_4/H_2SO_4$ como oxidante.
3. Indique outra rota para a síntese da cicloexanona, a partir do benzeno
4. Com base no volume médio obtida de ciclohexanona e conhecendo-se a densidade da mesma determinar o rendimento da reação produzida em laboratório.
5. Indique os métodos mais adequados para a caracterização do produto obtido. Obtenha o IR do produto.
6. Descreva aplicações Industriais dos produtos obtidos
7. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referências

MCMURRY, John. **Química orgânica.** 4. ed Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1997. v. 1. SOLOMONS, T. W.; FRYHLE, C. B. *Química Orgânica.* 8ª Ed. Vol. 2. Rio de Janeiro: LTC, 2006.

SYKES, Peter. **Guia de mecanismos da química orgânica.** Rio de Janeiro: [São Paulo]: Ao Livro Técnico, Editora da Universidade de São Paulo, 1969. 302 p.

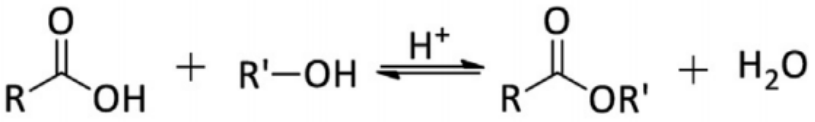
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
QUI 0674 – QUÍMICA INDUSTRIAL II

Prática 4: Síntese de ésteres aromáticos de frutas

Introdução

Ésteres constituem uma das classes de substâncias químicas largamente encontradas na natureza. Ésteres são compostos usados em diversos setores industriais com atuação destacada na indústria alimentícia, cosmética e petroquímica através de sua aplicação como flavorizantes, essências e biodiesel, respectivamente. Os ésteres podem ser sintetizados através da reação entre um ânion carboxilato e um haleto de alquila ou ainda pela reação de esterificação de Fischer. Industrialmente, a reação de esterificação de Fischer (Figura 1) é um dos principais métodos para a síntese dos ésteres. Essas reações acontecem com baixa velocidade e por esse motivo são usados catalisadores como ácidos, bases, enzimas e radiação por microondas. (Santos; Oliveira et al., 2014; Calvalcante et al., 2015).

Figura 1 Esterificação de Fischer catalisada por ácido.



Fonte: Calvalcante et al., 2015).

Devido à reversibilidade da reação de Fischer é necessário utilizar alguns artifícios para deslocar o equilíbrio para formação dos produtos, tais como à adição de excesso de um dos reagentes, remoção de éster ou da água por destilação, remoção da água como agente desidratante. A remoção da água tem a finalidade de evitar a hidrólise do éster (Oliveira et al., 2014).

Um dos parâmetros interferentes na reação de esterificação de Fischer é o catalisador empregado, visto que, o processo catalítico convencional utiliza catalisadores homogênios como o ácido sulfúrico, que fica dissolvido no meio reacional e precisa ser removido. Uma alternativa para esses problemas é a utilização de catalisadores heterogêneos como argilominerais e resinas reaproveitáveis (Oliveira et al., 2014).

Materiais e Reagentes

- Álcool (etanol, álcool benzílico, álcool isoamílico, isobutílico, butanol-2 dentre outros, a depender do éster a ser obtido);
- Ácido acético; ácido benzóico
- Água destilada;
- Bicarbonato de sódio;
- Sulfato de sódio/sulfato de magnésio anidro;
- Catalisadores: Montmorilonita ; ácido sulfúrico, Resina Amberlyst 35
- Balão de fundo redondo; Condensador de refluxo; Banho de óleo;
- Funil de Büchner; Bomba a vácuo; Papel de filtro; Funil de separação.

Procedimento experimental

Etapa 1: Ativação do Catalisador

Aquecer o catalisador em estufa a 100 °C durante 24 horas.

Etapa 2: reação de esterificação

- Adicionar em um balão de fundo redondo 0,125 mol de álcool, 0,250 mol de ácido carboxílico e 3,75 g do catalisador e manter sob aquecimento em refluxo por 2 horas em banho de óleo na temperatura de ebulição do álcool (78,37 °C).
- Ao término das duas horas, realize uma filtração a vácuo para remoção do catalisador.
- Colocar o filtrado em um funil de separação e adicionar cuidadosamente 100 mL de água destilada.
- Despreze a fase aquosa inferior, colete a fase orgânica e lave duas vezes com 50 mL de uma solução de bicarbonato de sódio.
- Despreze novamente a fase aquosa e lave a fase orgânica com 25 mL de água.
- Transfira o éster bruto para um béquer e adicione sulfato de sódio ou sulfato de magnésio anidro e faça uma filtração a vácuo.

Questionário

1. Industrialmente, quais vantagens e desvantagens de utilizar catalisadores ácidos? O que significa e qual o objetivo de ativação dos catalisadores sólidos?

2. Quais as reações principais e etapas determinantes na obtenção dos ésteres?
3. Encontre na literatura resultados de caracterizações químicas dos reagentes utilizados e produtos, tais como espectros de IV e RMN, e discuta as principais características destes. Obs. Busque obter caracterizações dos materiais sintetizados nas aulas.
4. Descreva aplicações Industriais dos reagentes utilizados e produtos obtidos
5. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referências

OLIVEIRA, C. A.; SOUZA, A. C. J.; SANTOS, A. P. B.; SILVA, B. V.; LACHTER, E. R.; PINTO, A. C. Síntese de Ésteres de Aromas de Frutas: Um Experimento para Cursos de Graduação dentro de um dos Princípios da Química Verde. Revista Virtual de Química. v. 6, p. 152-167, dez. 2014. Disponível em: <http://rvq.sbq.org.br/imagebank/pdf/v6n1a12.pdf>. Acesso em: 08 fev. 2019.

CALVALCANTE, P.M.M; SILVA, R.L.; FREITAS, J.J.R.; FREITAS, J.C.R; FILHO, J.R.F. Proposta de preparação e caracterização de ésteres: um experimento de análise orgânica na graduação. Educación Química. v. 26, 319-326, oct. 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.eq.2015.07.003>. Acesso em: 08 fev. 2019.

SANTOS, G.R.P. Monografia Brasil Escola: Síntese de ésteres através de reações de esterificação e transesterificação, por via catalítica ácida, básica, enzimática e radiação microodas. Disponível em: <https://monografias.brasilescola.uol.com.br/quimica/sintese-esteres-atraves-reacoes-esterificacao-transesterificacao-por-via-catalitica.htm>. Acesso em: 08 fev. 2019.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
QUI 0674 – QUÍMICA INDUSTRIAL II

Prática 5: Preparação de álcool gel

Introdução

O álcool em gel é composto de uma solução de álcool etílico em água a 70% (somente nesta concentração o álcool etílico tem sua função esterilizante maximizada). A alguns anos atrás o álcool etílico a 70% era facilmente comprado em qualquer farmácia, no entanto, por decisão do governo federal, o álcool 70% dever ser comercializado na forma de gel, com a intenção de reduzir risco de incêndio, já que na forma de gel o álcool torna-se menos inflamável.

Neste contexto, polímeros são amplamente empregados nas mais diversas áreas da indústria como agente espessante, ou seja, aumenta a viscosidade do meio agregando a consistência característica de cada produto, como no caso do álcool gel.

Materiais

Carbopol;
Alcool Etílico 96%;
Bastão de Vidro;
Papel de pH;
Becker;
Trietanolamina;
Glicerina;

Procedimento Experimental I (Preparo do Álcool em Gel)

- Pese 0,5 g de carbopol;
- Em seguida, transfira o carbopol (peneirado) para o becker contendo 100 mL álcool etílico a 70%, agitando vigorosamente, com bastão de vidro, até a completa dissolução;
- Meça o pH da solução com papel indicador;
- Adicione, lentamente e sob agitação vigorosa, ao becker 0,6 mL de trietanolamina (neutralizante);
- Continue agitando vigorosamente, com bastão de vidro, por mais 3 minutos;

- Observe o aumento da viscosidade do meio;
- Meça novamente o pH do gel com papel indicador. O pH deve estar neutro, em torno 7. Se ainda não estiver com pH 7 adicione mais 0,1 mL de trietanolamina;
- Adicione 0,5 mL de glicerina (umectante);
- OBSERVAÇÃO: O carbopol deve ser peneirado antes da pesagem para facilitar sua dissolução.

Questionário:

1. O carbopol, a trietanolamina e a glicerina foram utilizados para a formulação do álcool em gel. Destes, quem reagiu como ácido, base e umectante?. Explique suas funções detalhadamente.
2. Discuta quimicamente as razões das alterações quando adicionou a trietanolamina à solução de álcool etílico e carbopol. Porquê ocorreu um grande aumento na viscosidade do meio?
3. O que aconteceria se fosse adicionado um grande excesso de trietanolamina?
4. Descreva aplicações Industriais dos reagentes utilizados e produtos obtidos
5. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referências

MARQUES, J. A. **Práticas de Química Orgânica**. Campinas-SP: Editora Átomo, 2007

MANO, E. B.; DIAS, L. M.; OLIVEIRA, C. M F. **Química Experimental de Polímeros.** ed. São Paulo: Editora Edgard Blucher. 2004

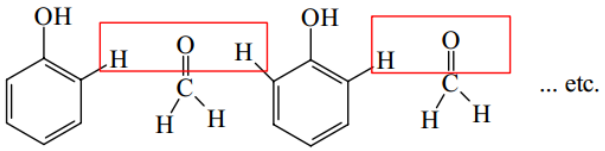
ALLINGER, N.L, **Química Orgânica**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara, 1978.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE – UFRN QUÍMICA INDUSTRIAL II (PRÁTICA) - QUI 0674.1

Prática 6: Preparação de polímeros

A polimerização é um processo de formação de moléculas de alto peso molecular a partir da combinação de diversas moléculas de menor tamanho, idênticas ou não, denominadas monômeros. Usualmente os monômeros possuem duas ou mais funções químicas em sua estrutura. Estas funções podem ser: ligações múltiplas reativas (C=C, C=O, C≡C, etc.), hidroxilas, carboxilas seus derivados, compostos heterocíclicos (epóxidos, lactamas, lactonas, etc.). O tamanho das cadeias e a possibilidade de interligação entre elas fazem com que polímeros possuam propriedades físicas e mecânicas próprias. As reações de polimerização, na verdade, são reações clássicas dos compostos orgânicos e podem envolver adição ou condensação. A polimerização por adição, também chamada de polimerização em cadeia ou poli-adição, ocorre principalmente com monômeros vinílicos ou que contenham ligações múltiplas reativas. Pode ser radicalar ou iônica, com mecanismos muito semelhantes àqueles de reações de adição.

A reação envolve, basicamente, três etapas: -Iniciação: ao monômero é adicionado uma molécula iniciadora, dando origem a um intermediário reativo. -Propagação: reações sucessivas e rápidas onde são consumidas e produzidas mais espécies reativas. -Finalização: interrupção da reação em cadeia, ou pelo consumo de material reativo, ou pela adição de uma espécie reativa à porção terminal da cadeia. As poli-adições são caracterizadas pelo crescimento rápido das cadeias. As macromoléculas resultantes geralmente possuem cadeias longas, formadas por unidades estruturais idênticas. A polimerização por condensação, geralmente ocorre entre grupos funcionais diversos dando origem a novas funções. Assim, um ácido policarboxílico pode reagir com uma diamina ou um diol, fornecendo uma poliamida ou um poliéster, respectivamente. As reações se processam de forma semelhante àquelas entre moléculas mono-funcionais. O crescimento da cadeia é lento e geralmente, depende da extração, do meio de reação, dos subprodutos gerados (água, amônia, etc.).



Quando cada monômero possui apenas dois grupos funcionais, a cadeia formada é linear, mas quando no monômero está presente ao menos mais um grupo funcional, o polímero resultante é ramificado. Em 1909, L. Baekeland demonstrou que era possível produzir plásticos com formol, em presença de ácido ou base como catalisador. Estes polímeros são denominados baquelite. O nylon é o nome genérico para polímeros de amida e foi preparado pela primeira vez por W.Carothers, no início do século.

A tendência atual é a substituição das fontes minerais - óleo e carvão - pelos recursos regenerativos. Uns exemplos onde isso é praticado com sucesso: o furfural, extraído do destilado da madeira, é aplicado em resinas fenólicas e Nylon 6.6; o etanol de açúcar pode ser transformado em etileno, então é material de partida do PE; ácido 11-aminoundecanóico de óleos pode ser processado para Nylon 11. Além destas transformações químicas que fornecem os monômeros polimerizáveis a partir de recursos naturais, existe a possibilidade de modificar um biopolímero quimica ou mecanicamente, sem alterar o comprimento da cadeia polimérica. Estas reações são conhecidas como "polímero-análogas": • Reyon ("seda de viscose") que pode ser feita por regeneração de xantatos da celulose (celofane) ou solução da celulose em reagente de Schweizer, [Cu(NH3)4](OH)2, 1 • papel. Uma lista completa dos solventes no processamento da celulose, • celulose esterificada com ácido acético (CA; acetato da celulose) ou nítrico (celulóide; que era usado até 1950 para filmes do cinema). A partir destas características mecânicas, podem ser classificados como:

-Elastômeros: polímeros que, à temperatura ambiente, possuem uma boa elasticidade. -Plásticos: sólidos à temperatura ambiente, mas que em determinado estágio de seu processamento são fluidos, podendo ser moldados. -Fibras: polímeros lineares, cujas cadeias são orientadas longitudinalmente.

Quanto à fusibilidade, podem ser:

-Termoplásticos: capazes de fundir-se por aquecimento e solidificar-se por resfriamento.

-Termorrígidos: capazes de adquirir, por aquecimento ou outro tratamento, uma estrutura

tridimensional, com ligações cruzadas, insolúveis e não passíveis de serem fundidos.
Critérios químicos: Para o químico é mais interessante classificar os polímeros sintéticos conforme o mecanismo da síntese. • Polimerização (iniciação radical, catiônica ou aniônica); • Poli-inserção (catálise Ziegler-Natta); • Poli-metatese (usando carbenos de metais pesados, p.ex. R4W=CHR´, inclusive reações pericíclicas do tipo Diels-Alder) • Policondensação e trans-esterificação (formando os poliésteres e poliamidas); • Poliadição (levando à família dos poliuretanos).

Reagentes:

- Solução de formol 40%; - Anilina; -Fragmentos de estanho;
- Ácido clorídrico 6 mol/L; - Fenol; - Solução de NaOH 40%.

Materiais:

- Pipeta graduada (5 ml e 1 ml); - Béquer (10 ml); - Bastão de vidro;
- Balão de fundo chato de 125 ml; - Sistema para refluxo; - Vidro de relógio.

Procedimento experimental:

Procedimento 1: obtenção de polianilinas (Resina FA)

1) Em um béquer, adicionar 3,3 mL de solução de ácido clorídrico 6 mol/L a 1,7 mL de anilina obtendo-se assim uma solução de cloreto de anilina. Misturar bem, reservar e observar. Deixar a solução em repouso, até que atinja a temperatura ambiente.

2) Em outro béquer, colocar 2,5 mL de solução de formaldeído 40% (formalina) e adicionar a solução concentrada de cloreto de anilina (5mL) preparada anteriormente. Adicionar um pequeno fragmento de estanho. Observar. Examinar o produto e anotar suas propriedades.

Procedimento 2: síntese da resina de ureia- formaldeído I- resina UF (Grupos alternados)

a) Em um erlenmeyer de 50 mL, coloque a uréia (3 g), o formaldeído (5 mL; solução de 30 a 37%) e a solução aquosa de hidróxido de sódio 10% (1 mL). Aqueça a mistura em banho-maria (80 °C) durante 15 minutos.

b) Resfrie a mistura em banho de gelo por aprox. 10 minutos, agitando com movimentos circulares não muito lentos. Durante esta etapa ocorrerá ligeira turbidez na mistura e ela se torna cada vez mais viscosa.

c) Retire o erlenmeyer do banho de gelo e adicione solução de ácido sulfúrico 30%, gota a gota, até a completa neutralização da mistura (aprox. 4 gotas), verificando o pH com papel de tornassol. Nesta etapa podem ser adicionados corantes à mistura para obter uma resina colorida.

d) Aqueça novamente a mistura em banho-maria (80 °C) e adicione lentamente, gota a gota, solução de ácido sulfúrico 30% até que este se torne bastante consistente. Neste ponto, verta a mistura rapidamente em moldes apropriados (copinho de café descartáveis) e lave imediatamente o erlenmeyer. O material devidamente acondicionado deverá ser mantido na estufa a 50 °C, para que

ocorra o endurecimento (curamento) da resina.

II- resina UF (Grupos alternados)

a) Em um erlemeyer, colocar 6 g de formol (formalina) que corresponde a 5,5 mL.

b) Acrescente 1 mL de solução aquosa a 10% de NaOH.

c) Adicione 3 g de uréia e aqueça a mistura com cuidado, em placa (usar pinça de madeira).

d) Manter em ebulição por cerca de 15 minutos, de modo a causar a evaporação de ~1/3 do volume inicial.

e) Resfriar a mistura reacional e adicionar ácido acético glacial até que o papel de tornassol mostre reação ligeiramente ácida.

f) Aquecer durante 20 min em banho de água fervente, contida em béquer, para completar a polimerização.

Questionário:

1- Classifique seu material sob os diversos aspectos/critérios, mencionados na introdução.

2- Descreva as características dos polímeros formados.

3- Formule a reação que leva à resina FA. Desenhe uma parte representativa do polímero curado.

4- Escreva o mecanismo da reação que leva à resina UF. Indique em quais etapas você usa catalise ácida e onde básica.

5- Explique as expressões "durômero" (também chamados de "termofixo"), "elastômero" e "termoplástico". Diferencie-os em termos de estrutura molecular, comportamento mecânico a temperatura ambiente, comportamento a temperaturas altas e indique aplicações típicas.

6- Procure os nomes em extenso, das siglas que se usaram para os polímeros na Figura 2.

7- Informa-se sobre os seguintes derivados, parentes da melamina e da uréia (indique estrutura, síntese e aplicações no laboratório): a) urotropina; b) ácido cianúrico.

8- Na elaboração do relatório não pode faltar: 1) uma descrição detalhada das etapas operacionais, indicando período, quantidades, pH, temperatura e manipulação física (agitação) de cada etapa. Complete com as suas observações, tais como viscosidade, coloração, cheiros. 2) Descreva **rendimento,** aparência, comportamento frente solventes / reagentes químicos, do seu produto polimérico.

Referências:

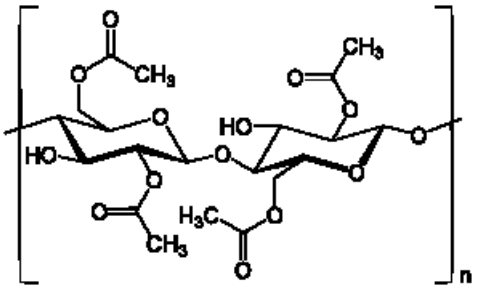
D. L. Pavia et al, "Organic Laboratory Techniques: a Contemporary Approach", W. B. Saunders Co, N. York, 2a Ed., 1976. 2)SOARES, B.G.,

SOUZA, N.A., PIRES, D.X. Química Orgânica: Teoria e Técnicas de Preparação, Purificação e Identificação de Compostos Orgânicos. Rio de Janeiro: Editora Guanabara S.A. 1988. 322p

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE – UFRN
QUÍMICA INDUSTRIAL II (PRÁTICA) - QUI 0674.1
AULA EXPERIMENTAL

Prática 7: Síntese do acetato de celulose (AC)

O acetato de celulose é um polímero biodegradável oriundo da celulose, de grande importância comercial, devido a sua larga aplicação em diversos setores com aplicação na indústria têxtil, de filtros como constituinte de membranas, materiais plásticos, cápsulas para a indústria farmacêutica, etc. A forma comumente utilizada para produzir o acetato de celulose é com base na madeira.



Estrutura do acetato de celulose. Fonte: Wikipédia (2015).

Porém, os resíduos lignocelulósicos agroindustriais como, por exemplo, a casca do arroz, o bagaço e a palha da cana-de-açúcar, o sabugo do milho, dentre tantos outros, possuem baixo valor econômico e sua transformação em bens de consumo contribui para o desenvolvimento sustentável e agregam valor a materiais antes tidos apenas como resíduos. Tais materiais são constituídos de forma majoritária por celulose, hemicelulose e lignina.

O acetato de celulose pode ser obtido através da reação de acetilação da celulose por meio do método homogêneo que se trata do mais comum. Em suma, é produzido pela reação da celulose com anidrido acético e ácido acético, na presença de ácido sulfúrico como catalisador. O produto desta reação é hidrolisado para remover o ácido sulfúrico e grupos sulfato e acetato, até adquirir as propriedades desejadas. Caracteriza-se como um éster orgânico e suas características térmicas, físicas, mecânicas e químicas são dependentes, sobretudo do grau de substituição dos grupos hidroxilas oriundos da celulose de origem.

Reagentes

- Ácido acético glacial P.A.;
- Anidrido acético P.A.;
- Ácido sulfúrico P.A.;
- Água destilada.

Materiais

- Becker de vidro (80 ml);
- Kitassato;
- Bastão de vidro;
- Bomba para filtração a pressão reduzida;
- Barra magnética (“peixinho”);
- Funil de buchner;
- Erlenmeyer;
- Papel filtro qualitativo;
- Agitador magnético;
- Papel tornassol (em fitas).

Procedimento experimental

(*) Antes de iniciar a prática, verifique qual o número do experimento do seu grupo na tabela no final deste roteiro, pois serão condições diferentes para os grupos. Se precisar, peça orientação ao professor.

1) Em becker de vidro (80 ml) pesa-se cerca de 1,0 g de celulose, em seguida leva-se o becker a capela onde adiciona-se V* =20 mL ou 15 mL de ácido acético glacial P.A, depois submete-se a agitação magnética por 30 min à temperatura ambiente;
2) Posteriormente, prepara-se uma mistura formada por quatro gotas de H_2SO_4 concentrado (P.A) e 9,0 mL de ácido acético glacial (P.A), homogeneíza-se a mistura e esta deve ser acrescentada ao becker contendo celulose, seguida de agitação por 15 min, à temperatura ambiente, de todo o acumulado. A mistura deve ser filtrada com auxílio de sistema a pressão reduzida, e a celulose retida no funil de buchner deve ser cuidadosamente retirada do papel filtro, e levada de volta ao becker de origem;
3) Ao filtrado (líquido contido no kitassato que foi separado da celulose) deve-se adicionar cerca de V= 20 ou 15 mL de anidrido acético (P.A), agitar para homogeneizar o líquido e por fim devolvê- lo ao becker contendo a celulose. A mistura final deve ser submetida à agitação magnética por mais 30 min a temperatura ambiente. Passados os 30 min, o material deve ser deixado em repouso por 24 h;

4) Após 24h adiciona-se água destilada ao meio reacional até que não haja mais formação de precipitado e logo em seguida filtra-se a pressão reduzida e lava-se o material sólido com água destilada até o pH do material formado atingir o pH da água de lavagem;
5) Após lavagem completa, o material deve ser seco em estufa a temperatura de 40-50 °C por cerca de 12 h.

Questionário:

1. Diante da atual preocupação com a disponibilidade de recursos naturais e no uso consciente de resíduos dos mais diversos setores da indústria, quais podem ser as possíveis fontes de matéria prima para confecção do acetato de celulose?
2. Descreva de forma simplificada o mecanismo de obtenção do acetato de celulose.
3. Cite possíveis aplicações industriais para o acetato de celulose.
4. Descreva aplicações Industriais dos reagentes utilizados e possíveis produtos obtidos.
5. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referências:

SILVA V. L.; CARVALHO L.S.; ANDRADE J.C.F. Síntese e caracterização de acetato de celulose obtido a partir do BCA. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Instituto de Química, 2014

O'Connell, D. W.; Birkinshaw, C.; O'Dwyer, T. F.; Bioresour. Technol. 2008, 99, 6709.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
QUÍMICA INDUSTRIAL II (PRÁTICA) - QUI 0674.1
AULA EXPERIMENTAL

Prática 8: Bioplástico: Síntese a partir de amido de batata

Introdução

O amido é composto por longas cadeias de moléculas de glicose unidas entre si. Estritamente constituída de dois polímeros: amilose, que é de cadeia linear e amilopectina, que está ramificada (Figura 1). Quando o amido é seco a partir de uma solução aquosa que forma um filme devido a ligações de hidrogênio entre as cadeias. No entanto, a amilopectina inibe a formação da película. Reagindo o amido com ácido clorídrico, este quebra a amilopectina, formando um filme mais satisfatório. Este é o produto que obtido sem propano-1,2,3-triol. As cadeias lineares do amido (amilose) podem alinhar-se; e, embora isso faça um bom filme, é frágil porque as cadeias são muito lineares. Como resultado áreas da película do bioplástico podem tornar-se cristalino, o qual faz com que aumente a fragilidade do filme. Adicionando propano-1,2,3-triol faz a diferença, devido às suas propriedades higroscópicas. As moléculas de água ligadas ao glicerol ficam no meio das cadeias de amido e para a formação de áreas cristalinas, impedindo a fragilidade e resultando em propriedades mais 'plásticas'. Dessa forma o glicerol age como um plastificante.

Materiais

- Batata
- Béquer
- HCℓ (0,1 mol/L) / vinagreL
- Espátula
- NaOH (0,1 mol/L) / NaHCO3
- Balança semi-analítica
- Corante alimentício Cores
- Vidro de relógio grande
- Glicerina
- Pipetas de 10 mL graduadas
- Bico de Bunsen
- Tripé
- Tela de amianto
- Bastão de vidro
- Pinça para calor ou luva térmica
- Placa de Petri

- Coador de plástico
- Papel indicador pH
- Liquidificador

Extração do Amido da batata

- Lave bem uma batata, não precisa descascar.
- Corte em pedaços e pese cerca de 100 g.
- Coloque em um Becker de 250 mL e adicione 100 mL de água destilada.
- Utilizando um mixer ou liquidificador triture cuidadosamente a batata.
- Despeje o líquido sobre um coador e colete o filtrado para um becker de 1 L. Deixando a pasta de batata no coador.
- Volte a pasta que ficou no coador para o becker onde triturou e repita as etapas 3 – 5 por mais duas vezes.
- Deixe a mistura do filtrado no Becker em repouso por 5 minutos para decantar o amido.
- Cuidadosamente transfira o sobrenadante para becker de descarte e deixe o amido depositado no fundo.
- Adicione cerca de 100 mL de água destilada misture cuidadosamente e deixe em repouso novamente até decantar.
- Retire o sobrenadante para descarte.

Preparação do Bioplástico

- Em um becker de 100 mL coloque 22 mL de água destilada e 4 g de amido de batata isolado, ou (25 mL de água e 2,5 g de amido comercial) 3 mL de HCl e 2 mL de propano-1,2,3-triol (glicerina) (a glicerina é muito viscosa, alternativamente pode ser pesada, verificar a densidade no frasco).
- Cubra com vidro de relógio e aqueça a mistura usando o bico de Bunsen. Cuidadosamente a ferver e, em seguida, ferva-a suavemente durante 5 minutos. Não ferva-o seco. Se parece seco, parar o aquecimento.
- Mergulhe o bastão de vidro na mistura e depois em papel indicador para medir o pH.

- Adicionar solução de NaOH suficiente para neutralizar a mistura, e teste o pH após cada adição com papel indicador. Você provavelmente vai precisar adicionar a mesma quantidade de base que adicionou de HCl no início (3 mL).
- Adicionar uma gota de corante alimentício e misture bem.
- Verter a mistura numa placa de Petri identificada e empurrá-lo com o bastão de vidro, de modo que forme uma cobertura uniforme.
- Rotular as misturas e deixá-los secar. Demora cerca de um dia ensolarado na janela, ou dois dias à temperatura ambiente. Como alternativa, use uma estufa. Demora cerca de 90 minutos a 100 ° C.

Questionário:

1. Comente sobre o aspecto físico da adição de glicerol ao bioplástico.
2. Sugira um material alternativo à batata para extração de amido.
3. Defina: a) higroscópico. b) ligação de hidrogênio. c) plastificante
4. Sobre o glicerol ou glicerina ou propano-1,2,3-triol justifique a interação com a água. Que tipo de interação ocorre?

Referências

Making plastic from potato starch. Disponível em: <http://www.nuffieldfoundation.org/practical-chemistry/makingplastic-potato-starch>. Acesso em 13/12/18.

LIMA, R.R.S. Síntese e aplicação de aditivos provenientes de material lignocelulósico residual em fluidos de perfuração de poços de petróleo. Monografia. Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Instituto de Química, 2016.

ADINUGRAHA, M. P.; MARSENO, D. W. Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from cavendish banana pseudo stem, **Carbohydrate Polymers** v.62 p.164–169, 2005.

THOMAS, José Eduardo. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2. Ed. – Rio de Janeiro: Interciência: PETROBRAS, 2004.

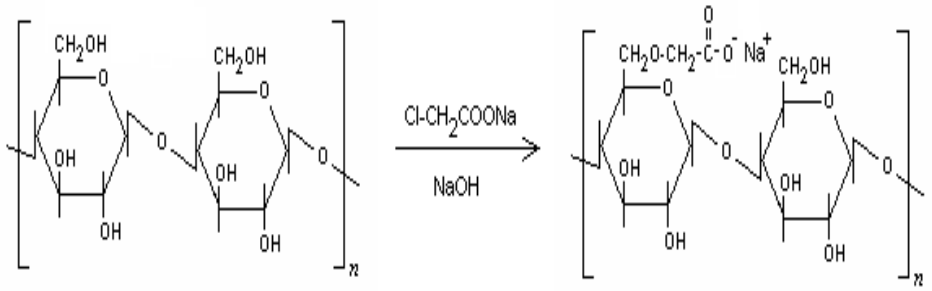
YANG, X. H. and ZHU, W. L. Viscosity properties of sodium carboxymethylcellulose solutions. **Cellulose**, 14, pp. 409-417, 2007.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
QUI 0674 – QUÍMICA INDUSTRIAL II
Prática 9: Síntese da Carboximetilcelulose (CMC)

Introdução

A carboximetilcelulose de sódio (CMC), é um derivado obtido pela modificação da celulose, através da reação desta com ácido monocloroacético, em meio alcalino, na presença de solventes orgânicos, sob condições heterogêneas (ALAM et al, 2013). Essa reação, denominada de síntese de Willianson, visa a substituição parcial dos grupos hidroxila (OH) da cadeia da celulose por grupos carboximetil (-CH_2COO^-) nas posições 2, 3 e 6 (ADINUGRAHA, 2005) como demonstrado pela Figura 1. É usualmente vendida na forma de sal de sódio, uma vez que sua forma ácida tem pequena solubilidade em água. Atualmente, a CMC tem ampla atenção científica, especialmente devido ao seu caráter polieletrolítico. É um derivado do tipo éter e por ter características aniônicas quando dissolvido em água, possui grandes aplicações em toda a indústria de alimentos, detergentes, cosméticos, produtos farmacêuticos, têxteis, papel, adesivos, bem como cerâmica (YANG E ZHU, 2007).

Figura 1: Reação de carboximetilação da celulose



Fonte: ADINUGRAHA, 2005.

A relevante aplicação da CMC na área de Petróleo, está na obtenção de fluidos de perfuração, que podem ser usados como viscosificantes ou controlador de filtrado, com a finalidade de reduzir as perdas por filtração produzindo rebocos muito finos e capazes de impedir o escoamento do fluido através das formações geológicas que são perfuradas.

]No cenário comercial, destaca-se, devido a sua importância econômica, e

pela variedade de aplicações com diversas propriedades, tais como, agente espessante, doador de viscosidade, estabilizante de fluidos, emulsificante, agente tixotrópico, engomante, agente adesivo, agente de suspensão, entre outras (THOMAS, 2004).

Materiais

- Celulose;
- Solução de NaOH (20%);
- Alcool Isopropílico (Propanol);
- Ácido Monocloroacético;
- Metanol;
- Álcool Etílico P.A;
- Funil de Buchner;
- Agitador magnético;
- Kitassato;
- Becker;
- Bastão de Vidro;
- Termômetro;

Procedimento experimental

- Adicionar a um béquer de 250 mL a fibra de celulose (2 g), sem nenhum tratamento prévio, juntamente com 15 mL de uma solução de NaOH 20% e 80 mL de isopropanol;
- O sistema obtido deve ser deixado sob um agitador magnético à temperatura ambiente, por 1 hora, com agitação.
- Terminado esse processo, adicionar 6 g de ácido monocloroacético e elevar a temperatura para 60 °C, onde a reação prosseguirá por 4 horas;
- Após o término da reação, o meio reacional deve ser filtrado em funil de buchner;
- Ao sólido obtido deve-se adicionar 100 mL de metanol e neutralizar com ácido acético com ajuda de papel de pH.
- Em seguida, lava-se o sólido 3 vezes com 100 mL de etanol para retirada de possíveis solventes aderidos ao material;

- A CMC obtida foi secada a 60°C em estufa, até obtenção de massa constante.

Questionário

1. Diante da atual preocupação com a disponibilidade de recursos naturais e no uso consciente de resíduos dos mais diversos setores da indústria, quais podem ser as possíveis fontes de matéria prima para obtenção da carboximetilcelulose?
2. Descreva de forma simplificada o mecanismo de obtenção da carboximetilcelulose.
3. Qual a função do ácido monocloroacético na reação?
4. Descreva aplicações Industriais dos produtos obtidos.
5. Busque e descreva rotas verdes para a obtenção dos produtos sintetizados, em processos biorrefinários.

Referencias

LIMA, R.R.S. Síntese e aplicação de aditivos provenientes de material lignocelulósico residual em fluidos de perfuração de poços de petróleo. Monografia. Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Instituto de Química, 2016.

ADINUGRAHA, M. P.; MARSENO, D. W. Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from cavendish banana pseudo stem, **Carbohydrate Polymers** v.62 p.164–169, 2005.

THOMAS, José Eduardo. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2. Ed. – Rio de Janeiro: Interciência: PETROBRAS, 2004.

YANG, X. H. and ZHU, W. L. Viscosity properties of sodium carboxymethylcellulose solutions. **Cellulose**, 14, pp. 409-417, 2007.