

Obtenção de ciclocarbonato via fixação de dióxido de carbono a partir de N,N-Diglycidyl-4-glycidyloxyaniline

Autor: Yago Randolpho Ruella

Outros Autores: Anderson Maida Siqueira Oliveira (Doutorando)

Orientador: Prof. Dr. Ubirajara Pereira Rodrigues Filho

Universidade de São Paulo – Instituto de Química de São Carlos

e-mail: yago.ruella@usp.br

Objetivos

Utilizar dióxido de carbono (CO₂), um gás poluente, intimamente ligado ao aquecimento global, para produzir carbonatos cíclicos a partir do poliepóxido N,N-Diglycidyl-4-glycidyloxyaniline (DGOA). Tentar atingir o maior rendimento possível da reação, baseando-se em metodologias de síntese semelhantes às desenvolvidas com outros poliepóxidos em trabalhos anteriores no Laboratório de Materiais Híbridos e Inorgânicos do Instituto de Química de São Carlos.

Métodos e Procedimentos

O procedimento consistiu numa adaptação da síntese do bis(ciclocarbonato) derivado de polidimetilsiloxano, desenvolvida por Lima [1], mantendo-se as proporções de catalisador e solvente, dado o número de cadeias epóxi.

Foram utilizados como reagentes: Brometo de tetra(etilamônio) (TEBA) como catalisador, 2-etoxietanol, como solvente, CO₂ e a N,N-Diglycidyl-4-glycidyloxyaniline (DGOA).

Primeiramente, o catalisador foi pesado na proporção de 0,0225g por grama de epóxido e o solvente foi medido na proporção 2,25ml por grama de epóxido. Então, a massa requerida de DGOA é adicionada e agitou-se a mistura até a dissolução total.

Em seguida, a solução foi colocada num reator químico com atmosfera controlada de dióxido de carbono, à temperatura de 150°C, pressão

de 1,1MPa e mantendo-se uma agitação de 250rpm, pelo período de 12h.

Na sequência, para a purificação do ciclocarbonato realizou-se a evaporação do solvente, seguida da dissolução em acetato de etila. A nova solução passou por um processo de extração líquido-líquido com água deionizada para a remoção do TEBA. O controle para detectar a presença do catalisador na solução foi feito adicionando-se nitrato de prata à fase aquosa, extraída no fundo do balão de separação, sendo a presença do TEBA indicada pela formação de um precipitado branco, o brometo de prata. Por fim, evaporou-se o acetato de etila e obteve-se ciclocarbonato derivado de DGOA (CCDGOA) puro.

Resultados

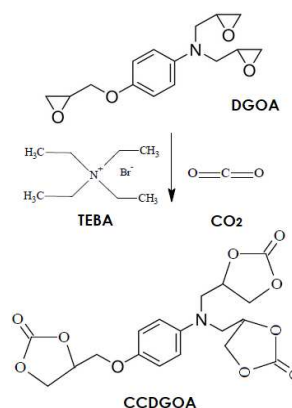


Figura 1: Síntese CCDGOA

A síntese mostrou-se promissora. O espectro FTIR da amostra, comprovou a formação de ciclocarbonato pela presença da banda em 1800cm^{-1} , correspondente ao modo vibracional da ligação C=O, destacado na imagem:

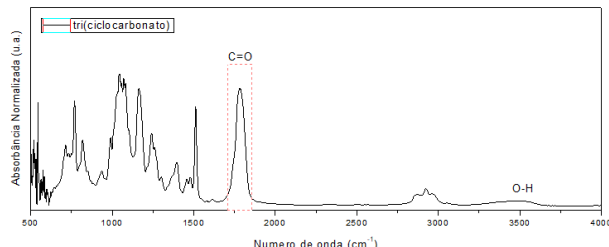


Figura 2: Espectro infravermelho CCDGOA

Além disso foi feito o cálculo de rendimento pelo equivalente epóxi (EEW), baseando-se na Norma ASTM D1652-97: "Standard Test Methods for Epoxy content of Epoxy Resins" [2], chegando a um resultado de rendimento calculado da reação de 87,95%, nos moldes descritos.

Conclusões

Fica constatado que a rota utilizada para a síntese apresentou bom rendimento e tem potencial para ser replicada com diferentes epóxidos. Destaca-se ainda que se trata de uma via sustentável para a utilização do CO_2 .

Referências Bibliográficas

1. LIMA, Elton Faria de Souza. **Materiais híbridos obtidos via fixação de CO_2 com potencial para serem empregados como biomateriais: obtenção de compósitos de poli(hidroxiuretana)s derivadas de polidimetilsiloxano com fosfato de cálcio.** 2020. 90 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciências (Química), Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos - Sp, 2020.
2. UNITED STATES OF AMERICA. Astm. American Society For Testing And Materials. **Standard Test Method for Epoxy Content of Epoxy Resins.** 1997. Disponível em: <https://www.astm.org/Standards/D1652.htm>. Acesso em: 12 abr. 2021.
3. LEITE, Daniel Fujimura. **Estudo teórico/experimental comparativo do catalisador brometo de 1-propil-4- azo-1-azôniobiciclo[2,2,2]octano (P-DABCO) para a ciclo-adição catalítica de CO_2 aos epóxidos para a formação de ciclocarbonatos orgânicos.** 2015. 98 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciências (Química), Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos - Sp, 2015.
4. FERMINO, Tainá Zampieri. **Filmes e Compostos de Hidroxiuretana - Poli(dimetilsiloxano) com terminação Dopamina para aplicações médico, odontológicas e ambientais.** 2018. 63 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciências (Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais), Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos - Sp, 2018.
5. ZHANG, Feng; WANG, Yanyan; ZHANG, Xiaochun; ZHANG, Xiangping; LIU, Huizhen; HAN, Buxing. **Recent advances in the coupling of CO_2 and epoxides into cyclic carbonates under halogen-free condition.** 2020. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/345869327_Recent_Advances_in_the_coupling_of_CO2_and_epoxides_into_cyclic_carbonates_under_halogen-free_condition. Acesso em: 12 abr. 2021.