

Preparo e caracterização do éster de ácido algínico e anidrido acético

Rita de Cássia da Silva (PG) e Éder Tadeu Gomes Cavalheiro*(PQ)

1 – Universidade de São Paulo – Instituto de Química de São Carlos

*cavalheiro@iqsc.usp.br

Palavras Chave: alginato, anidrido acético, infravermelho, análise térmica.

Introdução

Em meio a tantos produtos sintéticos é interessante ver como os alginatos, que são produtos naturais, têm assumido papéis importantes como valiosas matérias-primas industriais¹. O ácido algínico (Halg) é um polissacarídeo natural, extraído de uma classe de algas marrons conhecidas como *Phaeophyceae*. É amplamente usado como um agente espessante, estabilizador de emulsão e meio gelificante na fabricação de medicamentos e cosméticos². O objetivo deste estudo foi o de sintetizar um derivado de alginato-anidrido com base na metodologia proposta por Yamagushi *et al*, 1981, para quitosana³, com algumas modificações tais como tempo de reação, secagem e o uso do próprio Halg ao invés de quitosana. Foram misturados 2,0 g de Halg e 30 g de anidrido acético. O ácido fosfórico concentrado foi usado como catalisador. A mistura foi mantida sob agitação e aquecimento em refluxo (2h). Quando o volume da mistura diminuiu foram adicionados 20 mL de água para que o excesso de anidrido fosse convertido a vapor de ácido acético e liberado da solução. Após o cheiro característico de ácido acético ter desaparecido, a mistura foi colocada em banho de gelo para precipitação dos cristais. Filtrou-se e secou (12h). O rendimento da reação foi de 79%, próximo ao rendimento da reação de Yamagushi (81%).

Resultados e Discussão

Foram obtidos espectros na região do infravermelho para o Halg e para o seu produto de reação com o anidrido acético, na região entre 4000 e 400 cm^{-1} . A partir dos espectros foi possível observar que houve modificações na estrutura do ácido algínico. A banda na região de 3400 cm^{-1} corresponde aos grupos hidroxila, provenientes dos OH do HALg.

Houve aumento considerável na banda de 1730 cm^{-1} , correspondente à carbonila, confirmando a esterificação. Os sinais em 1374 e 1247 cm^{-1} são atribuídos ao estiramento C-O, de éster. O sinal observado em 1045 cm^{-1} corresponde ao estiramento OH de álcool secundário. A Tabela 1 resume os picos das bandas correspondentes.

A Figura 1 (a) mostra a curva TG do éster derivado do anidrido acético e Halg. Pode-se observar que em torno de 100°C o éster perde 26,5% de sua massa inicial, atribuídos à desidratação. Entre 100 e 200 °C o Halg apresenta uma pequena perda de 4,0% de massa. Em seguida, entre 200 e 400 °C a amostra perde 52,5% da massa, atribuído decomposição dos anéis estruturais e liberação de CO_2 . Aumentando a

temperatura observa-se entre 400 e 700 °C que há perda de 18,0%, atribuída à queima de toda a matéria orgânica, sem resíduo no suporte de amostra. Podem-se observar mudanças no perfil em relação ao Halg. A Figura 1 (b) mostra o perfil da curva DSC e corrobora os eventos observados na curva TG, com a decomposição com $T_{\text{on set}}$ em 374°C e T_{pico} em 420°C.

Tabela 1. Bandas de absorção na região do infravermelho para compostos obtidos a partir do ácido algínico e do anidrido acético

Atribuição	Número de onda/ cm^{-1}
OH	3399
C=O	1727
C=O	1636
C-O	1374
C-O	1247
OH (álcool secundário)	1046
Resíduo de ac.manurônico	882

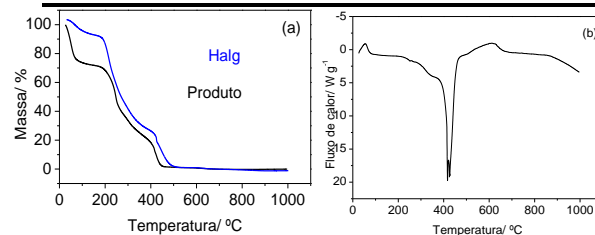


Figura 1. Curva (a) TG e (b) DSC do éster de anidrido acético e ácido algínico. Condições experimentais: razão de aquecimento de 10 °C min^{-1} até 1000°C, fluxo de 100 mL min^{-1} , atmosfera de ar sintético.

Conclusões

De acordo com os resultados observados foi possível observar que procedimento utilizado, foi eficaz, uma vez que o rendimento foi próximo ao observado por Yamagushi *et al*. A espectrometria na região do infravermelho pode-se observar que houve a esterificação do Halg com o anidrido acético. Também foi possível observar que todo o ácido acético liberado na reação de esterificação foi eliminado.

A análise térmica mostrou o processo de decomposição do material, com a desidratação seguida da fusão e decomposição do produto.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e a Fapesp (12/09911-3) pelo auxílio financeiro.

1. Lesser, M. A. *Economic Botany*. **1950**, 4, 4, 317.

2. Meera G. e Abraham, T. E. *Journal of Controlled Release*. **2006**, 1, 114.

3. Yamaguchi, R.; Arai, Y. and Itoh, T. *Carbohydrate Research*, **1981**, 88, 172.