

## MONITORAMENTO DA SÍNTESE DE CERA POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO

BRUNA S. PACHECO; CAROLINE T. ROCHEMBAK<sup>2</sup>; MANUELA L. GOMES<sup>3</sup>;  
CLAUDIO M. P. PEREIRA<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – bruna.spacheco@hotmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – tuch\_rock@yahoo.com.br

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – manuugomes@hotmail.com

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – claudiochemistry@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

Ceras são ésteres formados por cadeias longas de ácido carboxílico (16-32 carbonos) e alcoóis de cadeia longa (16-30 carbonos) (NELSON e COX, 1995) ou de acordo com suas propriedades físicas características, podendo ser oriundas de fontes animais, vegetais ou sintéticas. No espectro de aplicações, apresentam uma variada aplicação biotecnológica e também farmacêutica, como por exemplo, antimicrobianos (SUNITHA, *et al.*, 2007; NIESHLAG *et al.*, 1977; HUANG, *et al.*, 2011, 2010). Além disso, estudos demonstram a possibilidade de sua inclusão na dieta, pois podem baixar os níveis de colesterol de baixa densidade (LDL - *low-density lipoprotein*), e também ser utilizadas como suplementação de ômega-3, ácidos graxos essenciais, não sintetizados pelo organismo (HARGROVE, *et al.*, 2004; BERNASCONI, *et al.*, 2007).

As metodologias descritas na literatura para a obtenção de ceras, baseiam-se na utilização de microrganismos (KAISER, *et al.*, 2013), isolamento a partir de plantas (METZ *et al.*, 2000) ou métodos sintéticos utilizando reagentes de alto custo ou até mesmo metais pesados, como bromo (MANTRI, *et al.*, 2005; SINGH, *et al.*, 2007), o que evidencia a necessidade do desenvolvimento de novas tecnologias para a síntese destes compostos.

Atualmente, a identificação de compostos orgânicos são empregadas técnicas como cromatografia gasosa (CG), espectrometria de massas (EM), ressonância magnética nuclear de hidrogênio e carbono 13 (RMN de <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C) e espectroscopia de infravermelho (IV). A espectroscopia na região do infravermelho, especialmente, tem se mostrado uma técnica fundamental para a análise orgânica qualitativa, no que diz respeito à identificação de grupos funcionais e pureza de compostos, por apresentar facilidades como curto período de tempo para realização das análises e fácil manuseio do equipamento (SILVERSTEIN, 2000). Além disso, sua aplicação se dá em diversas áreas, como síntese orgânica (CARVALHO, *et al.*, 2013), oleoquímica (KUDRE *et al.*, 2013; RADHI, *et al.*, 2013) e fármacos (MEHTA, *et al.*, 2013).

Com base nisso, este trabalho tem como objetivo a obtenção de cera semi-sintética a partir de fonte vegetal e monitoramento da síntese através de espectroscopia na região do infravermelho.

### 2. METODOLOGIA

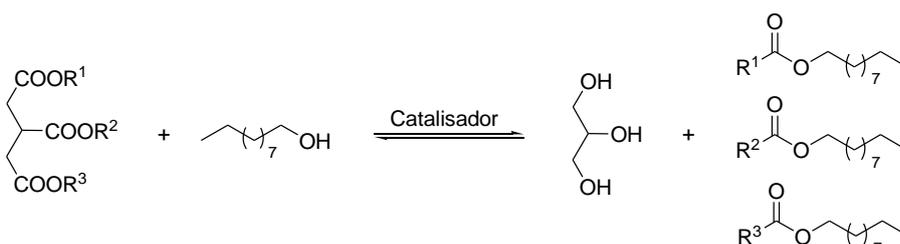
A reação de transesterificação para obtenção da cera foi realizada utilizando-se 25 mL de óleo de canola, 0,17g de hidróxido de potássio (KOH) à temperatura de 70°C durante 1 hora. Logo após, o excesso de decanol foi destilado sob pressão reduzida. A formação da cera foi acompanhada por cromatografia de

camada delgada (CCD) e confirmada por espectroscopia na região do infravermelho.

A análise por IV foi realizada utilizando janela de KBr em equipamento de infravermelho da marca Agilent Technologies, modelo Cary 640 FTIR.

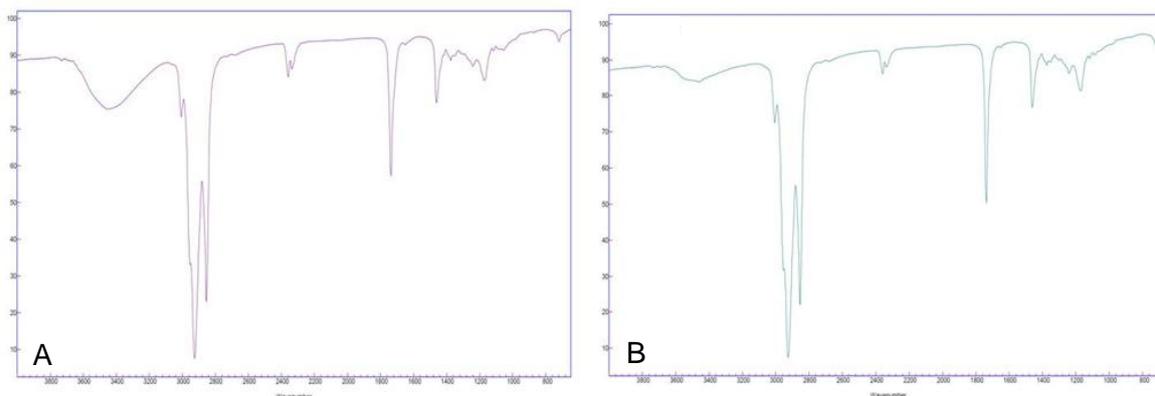
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Recentemente, nosso grupo de pesquisa vem se dedicando à pesquisa de ésteres (HOBBUS, *et al.*, 2012), com isso, tendo em vista a vasta gama de aplicações das ceras, que são ésteres de cadeia longa, este trabalho vem ao encontro da nossa linha de pesquisa, propondo a transesterificação do óleo de canola utilizando decanol, como demonstrado no Esquema 1.



Através do acompanhamento da reação por CCD, pode-se observar que houve o consumo do decanol e a formação do produto.

Analisando-se o espectro obtido por IV (Figura 1) juntamente com o resultado da CCD, pode-se observar no espectro (A) a presença de decanol após o término do período reacional, devido à presença de absorção característica de ligação O-H (banda intensa e larga em aproximadamente  $3000\text{ cm}^{-1}$ ). O espectro (B) foi realizado após a destilação do decanol, onde pode-se observar a ausência da banda de álcool. Em ambos os espectros estão presentes a absorção característica de ligação C=O de carbonila (banda intensa em  $1700\text{ cm}^{-1}$ ) e absorção de ligação C-O característica de éster (banda em aproximadamente  $1200\text{ cm}^{-1}$ ).



**Figura 1.** Espectros na região do infravermelho da cera obtida (A) após período reacional; (B) após destilação do decanol

A espectroscopia na região do infravermelho trata-se de uma excelente análise para a determinação dos mais variados compostos, em especial, ácidos

graxos e álcoois, devido à absorção característica e de fácil identificação que estes grupos funcionais apresentam.

Com base nos espectros apresentados, pode-se observar que a espectroscopia de infravermelho se mostrou uma técnica eficiente para o acompanhamento desta reação.

#### 4. CONCLUSÕES

Nesse contexto, foi desenvolvida uma nova metodologia para a síntese de ceras, substâncias que apresentam grande potencial tecnológico em diversas áreas através da utilização de uma matéria-prima biorenovável e de baixo custo. Além disso, obteve-se sucesso no acompanhamento da formação da cera através da espectroscopia na região do infravermelho.

Vantagens significativas do trabalho incluem os fatos de que: (i) a reação é de fácil execução; (ii) o tempo reacional é curto; (iii) o equipamento apresenta baixo custo e (iv) a análise por IV é rápida e de fácil execução.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BERNASCONI, R.; BOLZACCHINI, E.; GALLIANI, G.; GUGLIERSI, F.; RINDONE, B.; RINDONE, M.; TACCONI, M. T.; TERRANEO, A. Determination of the content of wax esters in some sea foods and their molecular composition. A comparison with o-3 enriched wax esters. **LWT – Food Science and Technology**, v. 40, n. 4, p. 569-573, 2007.

CARVALHO, D. L.; BORGES, L. E. P.; APPEL, L. G.; PISCINA, P. R. *In situ* infrared spectroscopic study of the reaction pathway of the direct synthesis of n-butanol from ethanol over MgAl mixed-oxide catalysts. **Catalysis Today**, v. 213, p. 115-121, 2013.

HARGROVE, J. L.; GREENSPAN, P. HARTLE, D. K.; Nutritional Significance and Metabolism of Very Long Chain Fatty Alcohols and Acids from Dietary Waxes. **Experimental Biology and Medicine**, v. 229, n. 3, p. 215-226, 2004.

HOBBUS, C. B.; VENZKE, D.; PACHECO, B. S.; SOUZA, A. O.; SANTOS, M. A. Z.; MOURA, S.; QUINA, F. H.; FIAMETTI, K. G.; OLIVEIRA, J. V.; PEREIRA, C. M. P. Ultrasound-assisted synthesis of aliphatic acid esters at room temperature. **Ultrason. Sonochem.**, v. 19, p. 387-389, 2012.

HUANG, C. B.; ALIMOVA, Y.; MYERS, T. M.; EBERSOLE, J. L. Short- and medium-chain fatty acids exhibit antimicrobial activity for oral microorganisms. **Archives of Oral Biology**, v. 56, n. 7, p. 650-654, 2011.

HUANG, C. B.; GEORGE, B.; EBERSOLE, J. L. Antimicrobial activity of n-6, n-7 and n-9 fatty acids and their esters for oral microorganisms. **Archives of Oral Biology**, v. 55, n. 8, p. 555-560, 2010.

KAISER, B. K.; CARLETON, M.; HICKMAN, J. W.; MILLER, M.; LAWSON, D.; BUDDE, M.; WARRENER, P.; PAREDES, A.; MULLAPUDI, S.; NAVARRO, P.; CROSS, F.;

ROBERTS, J. M. Fatty Aldehydes in Cyanobacteria Are a Metabolically Flexible Precursor for a Diversity of Biofuel Products. **Plos One**, v. 8, n. 3, art. e58307, 2013.

KUDRE, T. G.; BENJAKUL, S. Effects of binary organic solvents and heating on lipid removal and the reduction of beany odour in Bambara groundnut (*Vigna subterranean*) flour. **Food Chemistry**, v. 141, n. 2, p. 1390-1397, 2013.

MANTRI, K.; KOMURA, K.; SUGI, Y.  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  catalysts for the esterification of long chain aliphatic carboxylic acids and alcohols. The enhancement of catalytic performance by supporting on ordered mesoporous silica. **Green Chemistry**, v. 7, n. 9, p. 677-682, 2005.

MEHTA, S. K.; JINDAL, N. Formulation of Tyloxapol niosomes for encapsulation, stabilization and dissolution of anti-tubercular drugs. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 101, p. 434-441, 2013.

METZ, J. G.; POLLARD, M. R.; ANDERSON, L.; HAYES, T. R.; LASSNER M. W. Purification of a Jojoba Embryo Fatty Acyl-Coenzyme A Reductase and Expression of Its cDNA in High Erucic Acid Rapeseed. **Plant Physiology**, v. 122, n. 3, p. 635-644, 2000.

NELSON, D. L.; COX, M. **Lehninger – Princípios de Bioquímica**. São Paulo: Sarvier, 1995. 2ed.

NIESCHLAG, H. J.; SPENCER, G. F.; MADRIGAL, R. V.; ROTHFUS, J. A. Synthetic Wax Esters and Diesters from Crambe and Limnanthes Seed Oils. **Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development**, v. 16, n. 3, p. 202-207, 1977.

RADHI, M. M.; AL-MULLA, E. A. J.; HOIWDY, W. H. Effect of temperature on frying oils: infrared spectroscopic studies. **Research on Chemical Intermediates**, v. 39, n. 7, p. 3173-3179, 2013.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos**. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2000. 6ed.  
SINGH, S.; BHADANI, A.; Singh, B. Synthesis of Wax Esters from  $\alpha$ -Olefins. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 46, n. 8, p. 2672-2676, 2007.

SUNITHA, S.; KANJILAL, S.; REDDY, P. S.; PRASAD, R. B. N. Liquid-liquid biphasic synthesis of long chain wax esters using the Lewis acidic ionic liquid choline chloride- $2ZnCl_2$ . **Tetrahedron Letters**, v. 48, n. 39, p. 6962-6965, 2007.