

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SOLVENTES EUTÉTICOS PROFUNDOS POR INFRA-VERMELHO E EM RMN¹

Nicole Cristine de Souza², Edmar Martendal Dias de Souza³, William Henrique Slominski⁴.

¹ Vinculado ao projeto “Monitoramento de contaminantes orgânicos e parâmetros físico-químicos de águas de chuva da cidade de Joinville/SC – Parte 2”

² Acadêmica do Curso de Licenciatura em Química – CCT – Bolsista PROBIC

³ Orientador, Departamento de Química – CCT – edmar.martendal@udesc.br

⁴ Mestrando em Química Aplicada – CCT

Buscando alternativas e métodos de quantificação para defensivos agrícolas, que possuem efeitos adversos ao meio ambiente, o presente trabalho visa o desenvolvimento e a avaliação de um método analítico para determinação destes a partir da aplicação dos solventes eutéticos profundos, sendo uma alternativa ao uso dos solventes orgânicas convencionais, sendo formado por meio da ligação de hidrogênio entre os doadores e receptores, resultando em um ponto de congelamento menor que os componentes puros ^{1,2}.

Para a síntese dos solventes, os componentes utilizados para a síntese foram o cloreto de colina, cloreto de tetrabutilamônio, ácido decanóico, ácido octanóico, ácido oxálico, 1,4-butanodiol e ácido acético (Sigma aldrich, Saint Louis, EUA). Os solventes preparados se deram pela combinação entre os aceitadores de ligação de hidrogênio com os doadores de ligação de hidrogênio. O procedimento para a síntese ocorreu por meio da adição de 10 milimol de cada componente, adicionando-os em um frasco de 15 mL, colocando-o em uma chapa de aquecimento a 80°C com uma agitação de 250 rpm, resultando em 9 solvente preparados.

Para a caracterização e elucidação das interações foram realizadas as análises de espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) e espectroscopia de ressonância magnética nuclear com transformada de Fourier (RMN) (1H, 13C e Noesy). No espectro do cloreto de colina (CHCl) na figura 1 (a), observamos na região de 1476 cm⁻¹ uma banda correspondente ao sinal do estiramento de ligação C-N. Para o espectro do ácido oxálico (OX) observamos duas bandas na região de 1675cm⁻¹ e 1238 cm⁻¹, correspondente as ligações C=O e C-O, respectivamente.

Para o espectro do DES CHCl:OX do FT-IR observamos a banda em 1476 cm⁻¹ e 950 cm⁻¹, correspondente a ligação C-N, preservado do cloreto de colina, a diferença está sobre a banda na região de 1772 cm⁻¹, correspondente a ligação C=O. Quando comparamos com o espectro do ácido oxálico, a ligação C=O em 1675 cm⁻¹ ocorre devido a interação da ligação de hidrogênio entre os ácidos carboxílicos, já no espectro do solvente, a banda da ligação C=O foi deslocado e intensificada devido à quebra de interação entre o ácido oxálico, indicando a interação entre o cloreto de colina e o ácido oxálico. Para o espectro de RMN, por meio da análise de noesy é possível observar as interações com uma distância de até 5 angström, para realizar as atribuições dos sinais de ¹H foram realizadas as análises dos componentes puros para posteriormente realizar as análises dos DES, o espectro está apresentado na figura 1 (b) abaixo.

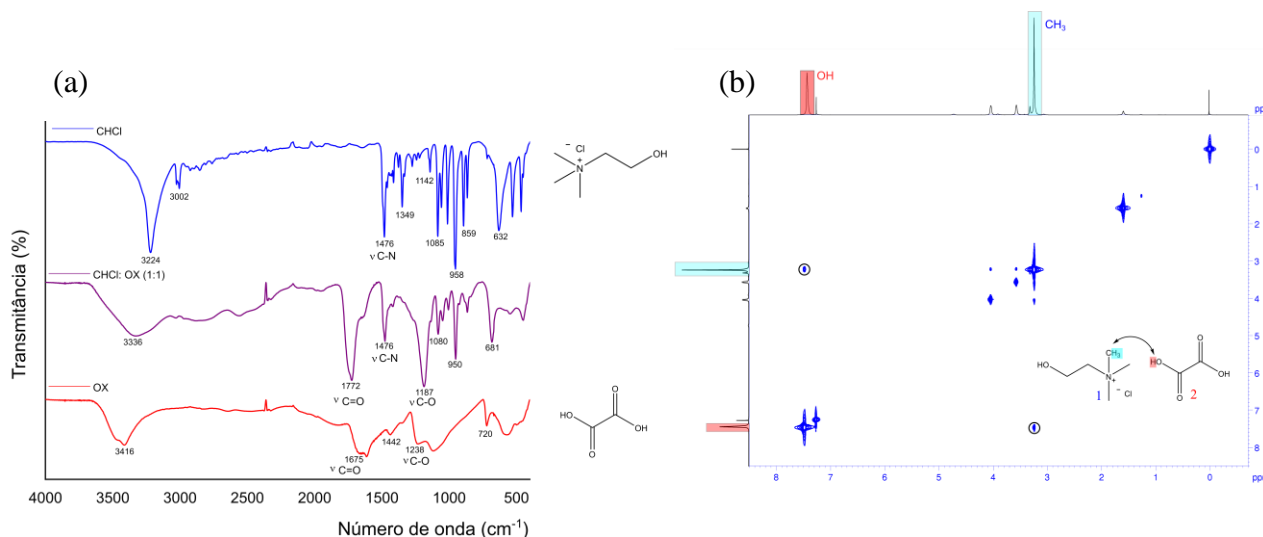


Figura 1- (a) Comparação dos espectros de infravermelho do cloreto de colina (CHCl), ácido oxálico (OX) e do solvente CHCl:OX em uma razão molar de 1:1, adquirido com uma resolução de 4 cm^{-1} com 32 scans. (b) Análise de NOESY do cloreto de colina e ácido oxálico na razão molar de 1:1 com um mixing time de 0,8 segundos.

A partir do espectro da figura 1 (b), é possível observar as interações entre a metila (CH_3) do cloreto de colina com a hidroxila (OH) do ácido oxálico, evidenciando a interação entre os dois componentes para a formação do solvente eutético profundo. De forma geral é possível verificar a interação entre os componentes por meio dos deslocamentos das análises de FT-IR e elucidar os grupos onde ocorrem as interações dos componentes por meio das análises de RMN. Como perspectiva futura na metodologia deste, pretende-se realizar análises de calorimetria de varredura diferencial (DSC), determinar algumas propriedades físico-químicas como densidade, viscosidade e polaridade para que, posteriormente, os solventes sejam utilizados para o desenvolvimento de uma metodologia para determinação de organofosforados e piretróides por cromatografia a gás acoplado a espectrometria de massas.

Palavras-chave: Solventes eutéticos profundos. Síntese. Caracterização.

Referências

- MISHRA, C. S. K.; SAMAL, S.; SAMAL, R. R. Evaluating earthworms as candidates for remediating pesticide contaminated agricultural soil: A review. *Frontiers in Environmental Science*, v. 10, p. 924480, 25 out. 2022. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.924480>.
- LIU, Y.; FRIESEN, J. B.; MCALPINE, J. B.; LANKIN, D. C.; CHEN, S.-N.; PAULI, G. F. Natural Deep Eutectic Solvents: Properties, Applications, and Perspectives. *Journal of Natural Products*, v. 81, n. 3, p. 679–690, 23 mar. 2018. <https://doi.org/10.1021/acs.jnatprod.7b00945>.