

ESPECTROS ELETROMAGNÉTICOS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO: UTILIZAÇÃO NA CARACTERIZAÇÃO DE NOVOS MATERIAIS.

Clarissa Magalhães Barbeta¹, Prof. Dr^a Máira Rodrigues Magini²

¹UNIVAP/FEAU, Av. Shishima Hifumi, 2911 - Urbanova – SJC/SP, clabarbeta@yahoo.com.br

²UNIVAP/IP&D, Av. Shishima Hifumi, 2911 - Urbanova – SJC/SP, mrr@univap.br

Resumo - A Espectroscopia de Infravermelho é, atualmente, uma das mais importantes técnicas instrumentais utilizadas em Ciência, sendo útil tanto na realização de trabalhos de controle de qualidade, como na identificação de estruturas moleculares complexas. A uma frequência específica ao longo do tempo, mudanças no caráter ou na quantidade de uma ligação em uma particular podem ser medidas; isso é especialmente útil na medida do grau de polimerização na manufatura de polímeros. Quitosana é um polissacarídeo linear obtido da desacetilação da quitina. Derivados hidrofóbicos da quitosana obtidos por reação de esterificação com cloretos de acila foram caracterizados pela espectroscopia de infravermelho. A presente Proposta tem por objetivo utilizar a técnica para caracterizar materiais produzidos em laboratório levando em conta os princípios eletro-eletrônicos envolvidos na aquisição dos dados.

Palavras-chave: Espectroscopia, Infravermelho, polímeros, novos materiais, quitosana.

Área do Conhecimento: Engenharia Biomédica

Introdução

A espectroscopia de infravermelho é um tipo de espectroscopia de absorção e usa a região do infravermelho do espectro eletromagnético (BUENO, 1989). Baseia-se no fato de que as ligações químicas das substâncias possuem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula (chamados nesse caso de níveis vibracionais). A radiação infravermelha provoca vibração de átomos ou grupos de átomos em um composto e estas vibrações podem ter amplitudes e velocidades diferentes. As energias das vibrações são quantizadas, ou seja, existem determinadas quantidades de energia que fazem os grupos vibrarem.

Um detector ou sensor de radiação infravermelha é um transdutor de energia eletromagnética, isto é, um dispositivo que converte a energia radiante incidente sobre o mesmo em alguma outra forma conveniente de sinal mensurável, geralmente, um sinal elétrico (COLTHUP, 1964). O espectro obtido no infravermelho fornece um agregado muito rico de bandas de absorção. A análise das bandas características de determinados grupos funcionais de uma molécula fornece, através de um simples exame do espectro e consulta a tabelas de dados, um conjunto valioso de informações sobre a estrutura da molécula.

Com a perspectiva de aplicações reais o artigo atual investiga um método para a hidrofobização da quitosana pela reação com o cloreto de estearoila e de lauroila e a caracterização de seus produtos (GOOSEN, 1996).

Devido ao grande leque de aplicações da técnica, a proposta busca descrever o funcionamento do equipamento e os princípios teóricos envolvidos na maneira simples e objetiva para usuários pouco familiarizados, mostrando como ele pode ser útil na caracterização de produtos naturais e sintéticos com aplicação em Bioengenharia e Engenharia Biomédica.

Materiais e Métodos

Um feixe de luz infravermelha é produzido e dividido em dois raios separados. Um passa pela amostra e o outro por uma referência que é normalmente a substância na qual a mostra está dissolvida ou misturada. Ambos os feixes são refletidos de volta ao detector, porém, primeiro eles passam por divisor que rapidamente alterna qual dos dois raios entra no detector. Os dois sinais são comparados e então os dados são coletados. (VIANA, 2006) (Para visualização analisar Figura 1)

É possível obter espectros de amostras líquidas, sólidas e gasosas. Dependendo da quantidade disponível de amostra e de suas características físico-químicas, pode-se optar por uma técnica adequada de preparo.

Quitina (WHISTLER, BEMILLER, 1973) é um polissacarídeo encontrado geralmente na carapaça de crustáceos como caranguejos, camarão ou em fungos, mas a insolubilidade em muitos solventes resulta em um número pequeno de aplicações. O derivado principal da quitina é a quitosana, obtida por um processo de desacetilação que é solúvel em meio aquoso ácido.

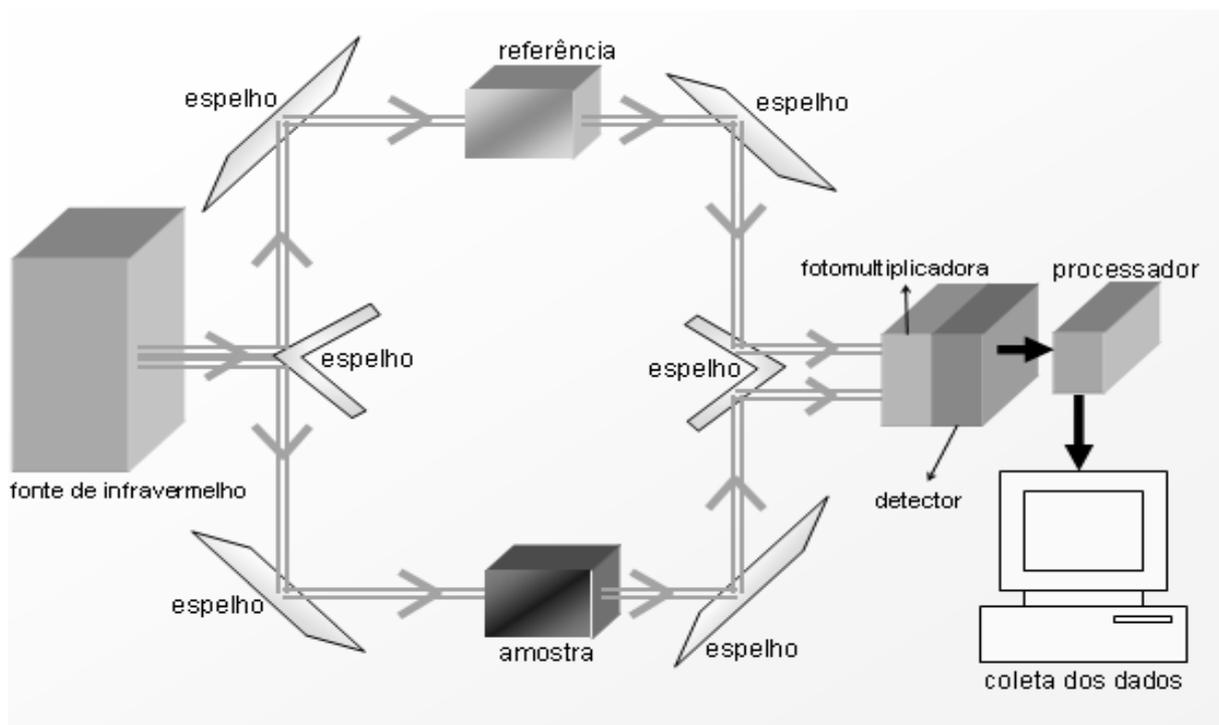


Figura 1. Aparato típico de espectroscopia de infravermelho.

A Tabela 1 descreve os reagentes utilizados.

Tabela 1- Reagentes utilizados.

Reagentes	Grau	Procedência
Quitosana peso molecular de 50.000	75 – 85% desacetilada	ALDRICH
Cloreto de Lauroíla (dodecanoíla) <chem>CH3(CH2)10C(=O)Cl</chem>	98%	ACROS ORGANICS
Cloreto de estearoíla (octadecanoíla) <chem>CH3(CH2)16C(=O)Cl</chem>	99%	ALDRICH
Trietilamina (TEA)	99%	ACROS ORGANICS
KBr	99+% FTIR	ALDRICH

A quitosana foi adicionada lentamente e sob agitação sobre 100 mL de uma solução aquosa de ácido acético 1%. Após 20 minutos todo o polissacarídeo foi solubilizado e então a síntese de derivados de quitosana e caracterização foram conduzidos conforme descrito por Rodrigues (2002), conforme a Tabela 1.

A proporção entre os reagentes é dada na Tabela 2.

Tabela 2- Razões molares usadas para síntese dos lauroíla (QL) e estearoíla (QS) derivados de quitosana.

Amostra	Razões Molares	Quitosana	Cloreto de Acila	TEA
QS-1	1:1:6,7	0,006	0,006	0,040
QS-3	1:0.33:6.7	0,006	0,0060	0,040
QL-1	1:1:6,7	0,006	0,006	0,040
QL-3	1:0.33:6.7	0,006	0,006	0,040

Os espectros de infravermelho das amostras foram obtidos pela Espectroscopia de Infravermelho pela Transformada de Fourier (FT-IR, spectrum Perkin 2000 Elmer). As amostras foram preparadas em pastilhas de KBr (5mg de produto em 200mg de KBr) e estabilizadas sob umidade relativa controlada antes de adquirir o espectro.

Resultados

A Espectroscopia de FT-IR foi usada para confirmar a estrutura química de derivados da quitosana. A Figura 2 dá o espectro da quitosana e de seus lauroíla e estearoíla derivados. Os demais espectros obtidos foram semelhantes a estes.

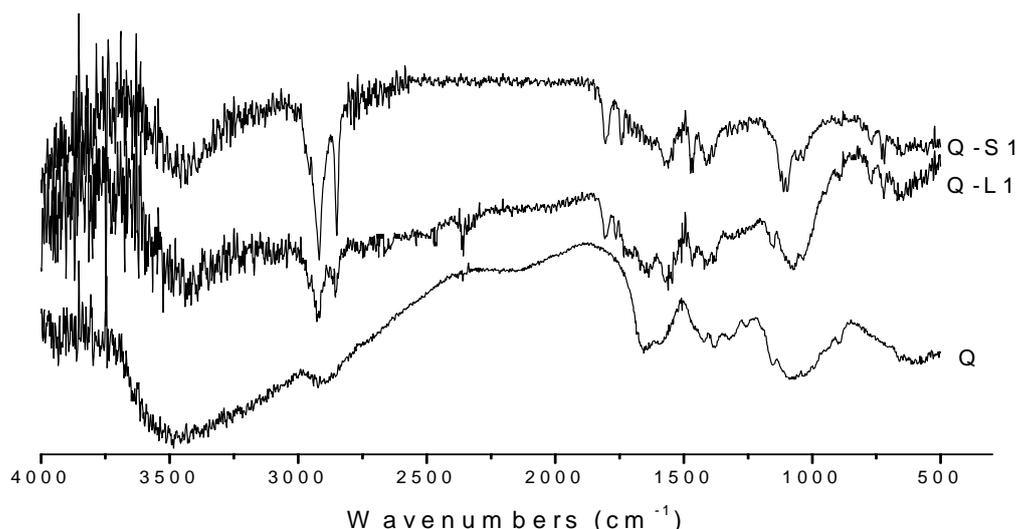


Figura 2– Espectro de FT-IR da quitosana (Q) e seus derivados, Q-L1 e Q-S1.

Discussão

No espectro da quitosana (Figura 2) pode ser observado uma absorção na faixa de 2900 cm^{-1} , atribuído ao estiramento do C-H, e em 3400 cm^{-1} , devido aos grupos terminais do hidroxila e alguns picos específicos deste polissacarídeo: amida I (~1700 cm^{-1}), amida II (~1585 cm^{-1}), e amida III (~1320 cm^{-1}) de acordo com a literatura (CAMPANA, SIGNINI, 2001; SANTOS, SOARES, DOCKAL, CAMPANA FILHO, CAVALHEIRO, 2003).

Os espectros de derivados de quitosana com os cloretos de lauroíla e estearoíla podem ser vistos na Figura 2, respectivamente, como Q-L1 e Q-S1. A região entre 2900 - 2800 cm^{-1} foi modificada e esta é uma consequência da colocação de diversos grupos $-\text{CH}_3$ na estrutura da quitosana após a reação de substituição. Pode-se observar o aparecimento de uma absorção em ~1800 cm^{-1} que corresponde ao grupo éster formado na reação de esterificação, que estava ausente na quitosana. O pico da amida I foi intensificado e foi deslocado de ~40 cm^{-1} ao mesmo tempo que o pico da amida II foi diminuído, sugerindo um pseudo-grau de acetilação mais elevado.

Conclusão

Os resultados mostram que o polissacarídeo quitosana pode ser modificado por reação de esterificação com cloretos de acila. Observa-se também o aparecimento de novos picos de absorção devido a mudanças estruturais após a reação.

A técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier mostrou-se muito útil no estudo e identificação de estruturas moleculares de compostos, tornando

possível a caracterização do polissacarídeo quitosana e seus derivados de forma a confirmar que a modificação ocorreu conforme o esperado.

Agradecimentos

Agradecimentos à FAPESP.

Referências

- BUENO, W.A.; Manual de espectroscopia vibracional - Conselho Nacional de Pesquisas. PADCT. São Paulo: McGraw-Hill, 1989.
- CAMPANA FILHO, S.P.; SIGNINI, R. Efeito de Aditivos na Desacetilação de Quitina. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. n. 11, p. 169, 2001.
- COLTHUP, N.B.; DALY, L.H.; WIBERLEY, S.E.; Introduction to infrared and Raman spectroscopy. 3. ed. Boston: Academic Press, 1964.
- GOOSEN, M.E.A., "Applications of chitin and chitosan", Technomic Publishing Company, Lancaster, 1996.
- LEHNINGER, A.L.; Princípios de bioquímica, Editora Saevier; 3ªed., 2002.
- REY, A.B.; Física - Química moderna. Físico-química básica. São Paulo: Cbl, p.346, 1970.
- RODRIGUES, M.R.; Synthesis and Investigation of Chitosan Derivatives formed by Reaction with Acyl Chloride. *J. Carbohydr. Chem.*, n. 24, p. 41, 2005.

- SANTOS, J.E.; SOARES, J.P.; DOCKAL, E.R.; CAMPANA FILHO, S.P.; CAVALHEIRO, E.T.G. Caracterização de quitosanas comerciais de diferentes origens. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. n. 13, p. 242, 2003.

- VIANA, L. Espectroscopia de Infravermelho. Disponível em: http://pt.wikipedia.org/wiki/Espectroscopia_de_infravermelho. Acesso em 16 abr. 2006.

- WHISTLER, R.L.; BEMILLER, J.N. "Industrial Gums – Polysaccharides and Their Derivatives", Academic Press. New York, 1973.