

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO
CENTRO DE CIÊNCIA EXATAS E TECNOLOGIA
CURSO DE QUÍMICA BACHARELADO

KASSIA LAYS RABELO GOMES

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE TENSOATIVOS
ANFÓTEROS A BASE DOS ÓLEOS DE ARIRI E BABAÇU

SÃO LUÍS
2022

KASSIA LAYS RABELO GOMES

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE TENSOATIVOS
ANFÓTEROS A BASE DOS ÓLEOS DE ARIRI E BABAÇU**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
ao curso apresentado ao curso de Química da
Universidade Federal do Maranhão, para
obtenção do título de **Bacharel em Química**

Orientador (a): Prof.^a Dr.^a Gilza Maria Piedade
Prazeres

SÃO LUÍS

2022

Ficha gerada por meio do SIGAA/Biblioteca com dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Diretoria Integrada de Bibliotecas/UFMA

Gomes, Kassia Lays Rabelo Gomes.

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE TENSOATIVOS
ANFÓTEROS A BASE DOS ÓLEOS DE ARIRI E BABAÇU / Kassia Lays
Rabelo Gomes Gomes. - 2022.

65 f.

Orientador(a): Gilza Maria Piedade Prazeres Prazeres.

Curso de Química, Universidade Federal do Maranhão, São
Luís, 2022.

1. Surfactante. 2. Anfótero. 3. Oleo vegetal. I.
Prazeres, Gilza Maria Piedade Prazeres. II. Título.

KASSIA LAYS RABELO GOMES

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE TENSOATIVOS
ANFÓTEROS A BASE DOS ÓLEOS DE ARIRI E BABAÇU**

Monografia apresentada ao Curso de Química
da Universidade Federal do Maranhão, para
obtenção do título de Bacharel em Química.

Aprovada em: ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof.^a Dr.^a Gilza Maria Piedade Prazeres (Orientadora)

Universidade Federal do Maranhão

Prof.^a Dr.^a Caritas de Jesus Silva Mendonça

Programa de Pós-Graduação em Energia e Ambiente PPGEA-UFMA

Prof. Dr. Ulisses Magalhães Nascimento

Universidade Federal do Maranhão - DETE

*Dedico essa conquista os meus pais **Jeovane Sodr  Gomes e Mariana Cantanhede Rabelo**,
obrigada por acreditarem nesse sonho, e por
me apoiarem incondicional at  nos piores
momentos.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradecer a Deus, por sustentar a minha fé e a minha confiança, por me trazer conforto nos momentos difíceis, por iluminar os meus caminhos, por todo amor, bondade e a graça de poder alcançar essa realização tão desejada.

A minha orientadora, Prof.^a Dr.^a Gilza Maria, pelos ensinamentos e orientações, por me auxiliar e aconselhar da melhor forma possível, e por todo respeito, atenção e apoio durante a minha trajetória.

Aos meus pais, Mariana Catanhede Rabelo e Jeovane Sodrê Gomes, por acreditarem nesse sonho, por estarem ao meu lado nos momentos difíceis, pela dedicação diária para poder proporcionar o melhor para futuro das suas filhas, por todo respeito amor e dedicação, a vocês eu dedico.

A Prof.^a Dr.^a Caritas de Jesus, que gentilmente me orientou durante todo a minha trajetória, por todos os ensinamentos e auxílios, por todas as palavras gentis de apoio e preocupação, por todo o tempo dedicado para que esse trabalho fosse realizado.

Aos meus companheiros de UFMA, David Nunes e Layana de Sousa, por fazerem parte dessa jornada, pelas risadas e momentos de leveza, pelas várias horas de estudo na biblioteca ao de som Charlie Brown, pelo companheirismo e irmandade.

As minhas irmãs, Larissa, Jeovana, e Monnyze por todo respeito e amor, por cada gesto gentil de compreensão e apoio.

Aos meus amigos de laboratório, Poliana, Deanroger e Marcelo, por cada momento o apoio, pelas palavras auxílio e momentos de leveza.

Ao meu amigo e confidente Dani, por cada palavra gentil, por todos os momentos de relaxamento, por me incentivar e me mostrar que eu era capaz.

A minha amiga Lacerda, que sempre acreditou no meu potencial, que com palavras gentis me dizia que eu seria capaz de fazer qualquer coisa, por todo amor e carinho.

Aos meus amigos, Alex e Rosane, pelos momentos de leveza, risadas e distrações.

A todos os professores que foram essenciais na minha formação.

A Universidade Federal do Maranhão – UFMA e ao Núcleo de Combustível, Catalise e Ambiental – NCCA pelo apoio necessário no qual possibilitou a realização dessa pesquisa.

E a todos que contribuíram de alguma maneira para concretização desta etapa importante.

“Não seja controlado pelos medos da sua mente. Seja conduzido pelos sonhos do seu coração.” (Roy T. Bennett)

RESUMO

Os tensoativos estão presentes em diferentes setores da indústria, como produtos de limpeza doméstica, cosméticos e higiene pessoal, limpeza industrial e entre outros. A maioria desses compostos tem a base de origem sintética, e podem potencialmente trazer problemas ambientais e toxicológicos devido à sua natureza recalcitrante e persistente. Com a finalidade de incorporar carbono renovável de forma responsável nessa categoria de produtos, o presente trabalho teve por objetivo a síntese de tensoativos anfóteros a base de oleaginosa nativas, sendo eles os cocos ariri e babaçu. A obtenção do óleo de ariri ocorreu por meio da coleta dos frutos, a quebra artesanal das amêndoas e a obtenção do óleo por meio da extração a frio utilizando Hexano como solvente. Já o óleo de babaçu utilizado na síntese foi fornecido pela cooperativa (COPPALJ), ambos foram submetidos a uma caracterização físico-química que incluíram a determinação do índice de acidez, peróxido, iodo e saponificação, além da determinação da densidade e do perfil cromatográfico. A síntese das betaínas ocorreu em duas etapas, a primeira por meio da reação direta do óleo com o solvente N, N-Dimetil-1,3-propanodiamina (DMPA), e a segunda com adição de uma solução aquosa de Cloraacetato de sódio. O material sintetizado foi identificado por meio da técnica de espectroscopia no infravermelho, utilizando um anfótero de babaçu comercial como referência. Foram realizadas análises para determinar as características e propriedades do material sintetizado, sendo eles, a determinação do pH, o teor de amidoamina por meio de titulação alcalimétrica, o teor de sólidos não voláteis baseado na metodologia que determina o teor de sólidos não voláteis por secagem na estufa, o teste e espuma que determina o poder de formação da espuma usando o método de agitação em um cilindro de vidro fechado e teste de turbidez cuja a determinação se baseia no ponto em que o aspecto do produto muda de transparente para turvo. Com relação as caracterizações dos tensoativos sintetizados, as betaínas apresentaram ótimos desempenhos com relação ao poder de formação de espuma, que pode estar relacionado ao teor elevado de ácido láurico presente nos óleos. O pH dos anfóteros sintetizados estão de acordo com o que é determinado pelo órgão regulador, além disso, o teor de amidoamina para as betaínas de ariri e babaçu estão de acordo com níveis determinado para betaínas comerciais. No geral, os tensoativos de ariri e babaçu apresentaram resultados promissores, no entanto, adaptações devem ser estudadas com relação a rota de síntese, de maneira a otimizar o processo, mantendo a qualidade das betaínas sintetizadas.

Palavras chaves: Surfactante; Anfótero; Óleo vegetal.

ABSTRACT

Surfactants are present in different industry sectors, such as household cleaning products, cosmetics and personal hygiene, industrial cleaning, among others. Most of these compounds are based on synthetic origin, and can potentially pose environmental and toxicological problems due to their recalcitrant and persistent nature. With the aim of responsibly incorporating renewable carbon into this category of products, the present work aimed to synthesize amphoteric surfactants based on native oilseeds, namely ariri and babassu coconuts. Ariri oil was obtained by collecting the fruits, breaking the almonds by hand and obtaining the oil through cold extraction using hexane as a solvent. The babassu oil used in the synthesis was provided by the cooperative (COPPALJ), both were submitted to a physical-chemical characterization that included the determination of acidity, peroxide, iodine and saponification, in addition to the determination of density and chromatographic profile. The synthesis of betaines occurred in two stages, the first through the direct reaction of the oil with the solvent N,N-Dimethyl-1,3-propanediamine (DMPA), and the second with the addition of an aqueous solution of sodium chloracetate. The synthesized material was identified using the infrared spectroscopy technique, using a commercial babassu amphoter as a reference. Analyzes were carried out to determine the characteristics and properties of the synthesized material, namely, the determination of pH, the content of amidoamine through alkalimetric titration, the content of non-volatile solids based on the methodology that determines the content of non-volatile solids by drying in the oven, the foam test that determines the foaming power using the method of stirring in a closed glass cylinder and turbidity test whose determination is based on the point at which the appearance of the product changes from transparent to cloudy. Regarding the characterization of the synthesized surfactants, the betaines showed excellent performances in terms of foaming power, which may be related to the high content of lauric acid present in the oils. The pH of the synthesized amphoterans are in accordance with what is determined by the regulatory body, in addition, the amidoamine content for ariri and babassu betaines are in accordance with levels determined for commercial betaines. In general, the surfactants from ariri and babassu showed promising results, however, adaptations must be studied regarding the synthesis route, in order to optimize the process, maintaining the quality of the synthesized betaines.

Keywords: Surfactant; Amphoteric; Vegetable oil;

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Estrutura de um tensoativo.	17
Figura 2- Estrutura ordenada dos tensoativos em solução.	18
Figura 3 - Reação de saponificação do óleo ou gordura a base de um agente alcalinizante. ...	20
Figura 4 - Mercado global de surfactantes por subsegmento (US\$)	21
Figura 5 - Representação da reação de obtenção de quaternários de amônio.	22
Figura 6- Ionização das moléculas de tensoativos aniônicos de acordo com a variação de pH.	22
Figura 7- Processo de reação da cocamidopropil betaína (R representa a cadeia do ácido graxo do coco que varia entre C-8 e C-18)	25
Figura 8 - Forças de atração atuando em uma molécula no interior e na superfície	26
Figura 9 - Concentração micelar crítica de tensoativos.....	27
Figura 10- Estrutura do fruto de ariri, epicarpo, endocarpo e amêndoa	29
Figura 11- Fluxograma do processo de coleta tratamento e extração do óleo de ariri.....	34
Figura 12 - Reação de obtenção das betaínas sendo (a) etapa de formação da amidoamina intermediária (b) etapa de quaternização da amina terciária.....	39
Figura 13 - Coco ariri coletado (a) e óleo de ariri extraído (b).....	43
Figura 14 – CCD das reações de transesterificação dos óleos de (a) ariri, (b) babaçu.....	48
Figura 15 - Perfil cromatográfico dos ésteres metílicos fruto da reação de transesterificação do óleo de ariri.	49
Figura 16 - Perfil cromatográfico dos ésteres metílicos fruto da reação de transesterificação do óleo de babaçu.....	50
Figura 17 - Estruturas químicas de alquil amidopropil betaínas.	51
Figura 18 - Estabilidade da espuma formada com relação ao tempo.	55
Figura 19 - Estrutura da lauril amidopropil betaína (LAPB).....	56
Figura 20 - espectro de infravermelho da betaína sintetizada e do anfótero comercial.	57

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades físico-química do óleo de ariri.	30
Tabela 2 - Reagentes.	32
Tabela 3 - Equipamentos.....	33
Tabela 4 - Valores de rendimento da extração do óleo de ariri.	44
Tabela 5 - Caracterização físico-química dos óleos de ariri e babaçu.	45
Tabela 6 - Ésteres metílicos de ácidos graxos do óleo do coco ariri.....	49
Tabela 7 - Ésteres metílicos de ácidos graxos do óleo do coco babaçu.....	50
Tabela 8 - Análise físico-química realizadas.	52
Tabela 9 - Determinação da estabilidade das espumas produzidas pelos tensoativos.	54
Tabela 10 - Tensoativos (concentração = $2 \times \text{CMC}$) e o tempo necessário para a espuma atingir a linha (ou seja, um volume fixo) e degradar.....	56

LISTA DE ABREVIATURAS

ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
CABE	Betaina de Castanha
CG-MS	Cromatógrafo a Gás acoplado com Espectrômetro de Massas
CG-FID	Cromatógrafo a Gás com Detector por Ionização em Chama
CMC	Concentração micelar crítica
COPPALJ	Cooperativa dos Pequenos Produtores Agroextrativistas de Lago do Junco
DMPA	N, N-Dimetil-1,3-propanodiamina
HCl	Ácido clorídrico
IA	Índice de acidez
IBAMA	Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis
IO	Índice de iodo
IP	Índice de peróxido
IS	Índice de saponificação
IUCN	União Internacional para a Conservação da Natureza e dos Recursos Naturais
FTIR	Espectrômetro Infravermelho com Transformador de Fourier
KBr	Brometo de potássio
KI	Iodeto de potássio
KOH	Hidróxido de potássio
LC	Pouco Preocupante
MCA	Ácido monocloroacético
MUBE	Betaina de Murumuru
NaOH	Hidróxido de sódio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVOS	16
2.1	Objetivo geral	16
2.2	Objetivos específicos	16
3	REFERENCIAL TEÓRICO	17
3.1	Tensoativos	17
3.2	Classificação dos tensoativos	19
3.2.1	Tensoativos aniônicos	19
3.3	Breve histórico do mercado de tensoativos anfóteros	23
3.4	Betaína	24
3.5	Propriedades dos tensoativos em solução aquosa	25
3.5.1	Tensão superficial.....	25
3.5.2	Concentração Micelar Crítica (CMC).....	26
3.6	Matéria prima para síntese de tensoativos	28
3.6.1	Coco ariri (Saygrus cocoides)	29
3.6.2	Coco babaçu	30
4	METODOLOGIA	32
4.1	Reagentes e equipamentos	32
4.2	Óleo de babaçu	33
4.3	Coleta e extração do óleo de ariri	33
4.4	Extração do óleo	34
4.5	Caracterização físico-química dos óleos de ariri e babaçu	35
4.5.1	Determinação do índice de acidez – Ca 5a – 40(AOCS).....	35
4.5.2	Determinação do índice de peróxido (IP) – Cd 8-53 (AOCS).....	35
4.5.3	Determinação do Índice de Saponificação (IS) – Cd 3-25 (AOCS)	36
4.5.4	Determinação do Índice de Iodo (IO) – Cd 1c-85 (AOCS)	37
4.5.5	Determinação do teor de ésteres	37
4.6	Síntese das betaínas de ariri e babaçu	38
4.7	Caracterização das betaínas obtidas	39
4.7.1	Espectroscopia de infravermelho	39
4.7.2	Determinação do pH.....	40
4.7.3	Teste de formação de espuma	40

4.7.4	Determinação do teor de sólidos	41
4.7.5	Determinação do teste de turvação	41
4.7.6	Determinação no teor de amidoamina	41
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
6	CONCLUSÃO	59
7	REFERÊNCIAS	60