

5. CONCLUSÃO

Comparando-se o resultado obtido no laboratório para o material de referência certificado SGS 35/005, (66,46%), o resultado analítico para ferro total pelo método em estudo mostrou-se bastante satisfatório.

Através deste trabalho, o CETEM terá todos os seus métodos, de análise química avaliados estatisticamente, quanto à precisão, além de obter materiais de referência para sua utilização.

BIBLIOGRAFIA

1. AMERICAN NATIONAL STANDARD, AMERICAN NATIONAL STANDARDS INSTITUTE, D 3173-73.
2. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR-8389.
3. CUNHA, F., Apostila de Estatística Aplicada em Laboratório. Rio de Janeiro: CENPES/PETROBRÁS.
4. MORITA, T., ASSUMPÇÃO, R. M. V. Manual de soluções, reagentes e solventes (padronização, preparo, purificação). 2. ed. São Paulo: Edgard de Blucher. 1972 . p. 1 - 174, 380 - 394.
5. VOGEL, A. I. Química Analítica Cuantitativa, Teoría y Prática. Bueno Aires: E. Kapelus. 1960 . V.1.
6. WELCHER, F.J. Standard Methods of Chemical Analysis. 6. ed. Princeton: Van Nostrand Reinhold, 1962.

PAINEL 6

Emprego de Catalisadores Poliméricos na Preparação de Extratantes Orgânicos à Base de Derivados da Quinolina. Reatividade da 8-hidroxiquinolina

Luciana de Oliveira Rodrigues
Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

Paulo Roberto Nagipe da Silva
Orientador, Químico, D.Sc.

1. INTRODUÇÃO

De acordo com o projeto PADCT para "Tecnologia Mineral", o objetivo do Centro de Tecnologia Mineral-CETEM é preparar extratantes alternativos nos processos de separação líquido/líquido, que é uma das técnicas mais modernas utilizadas pela metalurgia extrativa na recuperação de metais. Dentre os extratantes pesquisados, optou-se pela classe das 7-alquil-8-hidroxiquinolinas, mais conhecidas comercialmente como KELEX, que são compostos orgânicos bastante efetivos, pois formam complexos com vários metais de interesse, como por exemplo o gálio. A primeira etapa da preparação dessas substâncias é a obtenção da quinolina a partir da síntese de Skraup. As etapas posteriores resumem-se ao seguinte procedimento:

- (a) sulfonação da quinolina a 220°C gerando o ácido 8-sulfoquinolínico;
- (b) fusão alcalina do ácido 8-sulfoquinolínico produzindo a 8-hidroxiquinolina(oxina);
- (c) alquilação da 8-hidroxiquinolina.(Figura1).

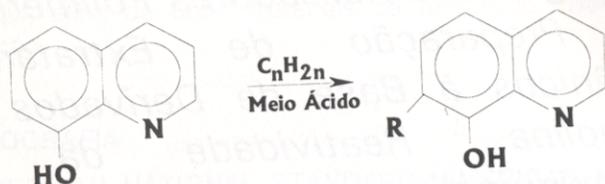


Figura 1 - Alquilação da 8-hidroxiquinolina

Para a obtenção desses extratantes, procede-se a alquilação da 8-hidroxiquinolina com olefinas e álcoois primários, oriundos dos óleos vegetais, que são matéria-prima abundante e de baixo custo no país.

2. OBJETIVO

O presente trabalho tem como finalidade o estudo da reação de alquilação da 8-hidroxiquinolina, empregando-se à resina de troca iônica Amberlyst-15 como catalisador.

3. METODOLOGIA

A Amberlyst-15 é uma resina fortemente ácida, formada pelo copolímero estireno-divinilbenzeno, contendo o grupo funcional sulfônico. Além disso, tem estrutura macroporosa, o que permite o fácil acesso de reagentes líquidos ou gasosos aos íons hidrogênio presentes na resina (1). Essa característica confere porosidade fixa à resina, o que aumenta a atividade catalítica (3).

A alquilação da 8-hidroxiquinolina, quando realizada através de catálise ácida heterogênea, utilizando a resina de troca iônica Amberlyst-15, tem vantagem sobre os procedimentos convencionais, pois a reação é limpa e com um mínimo de produtos indesejáveis, sendo o catalisador facilmente removido do meio reacional (2, 4).

Para realizar os ensaios de reatividade da 8-hidroxiquinolina, utilizam-se um balão de fundo redondo tritubulado de 100ml, adaptado a um condensador de refluxo, um funil de adição com equalizador de pressão e um sistema de entrada de nitrogênio super seco, adicionam-se quantidades determinadas de 8-hidroxiquinolina, de resina Amberlyst-15 e nitrobenzeno. Em seguida agita-se a mistura vagarosamente até, atingir uma temperatura entre 70-80°C para então, adicionar lentamente o agente alquilante. Na etapa seguinte, o sistema é mantido na faixa de temperatura por mais 3 h. A mistura resultante é filtrada ainda quente, e a resina recuperada por lavagem com solvente.

Foram utilizados os seguintes sistemas de alquilação: 8-hidroxiquinolina/1-octanol, 8-hidroxiquinolina/1-noneno e 8-hidroxiquinolina/isopropanol. Para cada um dos sistemas, foram realizadas mais de uma reação, em que procurou-se modificar algumas variáveis do processo (concentrações, temperatura, tempo, agitação etc.), a fim de otimizar o mesmo.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram realizadas análises por cromatografia gasosa das reações de 8-hidroxiquinolina/1-octanol, utilizando-se nitrobenzeno como solvente. Os dados obtidos mostraram que poderia não ter ocorrido a alquilação, porque os picos de nitrobenzeno (solvente) e 1-octanol saíram juntos. Uma possível explicação seria a de que o nitrobenzeno pudesse estar impuro, o que se comprovou com uma análise cromatográfica.

As reações de alquilação da 8-hidroxiquinolina, nas quais não foi utilizado nitrobenzeno como solvente, ocorreu a pulverização da resina. Não se conseguiu explicar a razão desse fenômeno da pulverização da resina. Os produtos das reações de alquilação foram analisados por cromatografia gasosa.

5. CONCLUSÃO

De acordo com os dados obtidos pela cromatografia gasosa, não se pode chegar a nenhuma conclusão final a respeito da realização da alquilação da 8-hidroxiquinolina. Acredita-se que o fato de não ocorrer a alquilação pode estar ligado à ocorrência de uma reação de neutralização. Análises químicas adicionais da resina poderiam esclarecer melhor o fenômeno.

AGRADECIMENTOS

À professora Elisabeth Zodith, do Instituto de Química da UFRJ, pelo auxílio a alguns experimentos realizados na Universidade e às análises por cromatografia gasosa.

BIBLIOGRAFIA

1. ADAMS, B.A., HOLMES, E.L. *J. Soc. Chem. Ind.*, v. 54, n. 1, 1935. British Patents 450308-9 (1936).
2. BERG, E.W., *Physical and Chemical Methods of Separation*, New York: McGraw-Hill, 1963. (Chapter 10, 11).
3. KUNIN, R. In: SEMINÁRIO BRASILEIRO DE CATALISE, 3. Salvador: Inst. Brasileiro do Petróleo, p. 438-449, 1985.
4. WEATON, R.M., SEAMSTER, A.H. In *KIRK-OTHMER Encyclopedia of Chemical Technology*, New York. Interscience Publishers, 1986. v. 11, p. 81-97.

PAINEL 7

Banco de Dados de Métodos em Química Analítica

Marcos Roberto Teixeira Halasz
Bolsista de Inic. Científica, Eng. Química, UFF

José Antonio Pires de Mello
Orientador, Eng^o. Químico e Químico Industrial

Nilza Maria M. de Oliveira
Co-orientadora, Química

1. INTRODUÇÃO

Em virtude da necessidade de aprimorar os métodos de análise, inserir maior precisão aos resultados e facilitar os trabalhos técnicos, são realizados os trabalhos de revisão crítica da metodologia analítica de laboratório (6)

Este trabalho permite a catalogação de métodos, bem como revisões e alterações, podendo serem feitas diretamente pelos técnicos, mediante a aprovação dos químicos responsáveis.

As revisões abrangem a parte ortográfica, verificação experimental no laboratório e a adequação às normas da ABNT, ASTM e ISO.