

# SÍNTESE DE ÁLCOOL ALÍLICO A PARTIR DA GLICERINA: ESTUDOS DE ATIVAÇÃO POR MICROONDAS

Armin ISENMANN (Cefet MG)

**Objetivo:** A glicerina, subproduto do biodiesel, tem baixo valor no mercado. Dentro dos esforços de beneficiar essa matéria-prima abundante, foi estudada uma das poucas rotas redutivas, primeiramente descrita por Kamm em 1941. O produto principal é o álcool alílico, por sua vez um procurado monômero para copolímeros hidrofílicos. **Metodologia:** Os materiais foram glicerina bidestilada e ácido fórmico 98%, nas proporções 1,1 : 1.

Foi montado um reator de fluxo contínuo, a partir de material alternativo.

O forno de microondas foi otimizado para atender as exigências da síntese.

Foram verificados 3 diferentes catalisadores ácidos cujos ânions são de baixa nucleofilia: ácido sulfúrico concentrado, bissulfato de potássio e ácido fosfotungstênico, sendo o último um promotor eficaz de desidratações.

Embora o produto seja um líquido de baixa volatilidade, a GC-MS se mostrou adequado para análise.

Foi estimada a viabilidade da produção de álcool alílico **Resultados:** Uma cânula de teflon dentro do forno de microondas mostrou-se imprópria por bloquear a radiação, logo foi substituída por um condensador de vidro. Dentre os catalisadores testados obteve-se o melhor resultado com bissulfato de potássio (0,1 % da massa da glicerina), enquanto ácido sulfúrico e fosfotungstênico levaram a produtos paralelos, evidenciados pelo escurecimento excessivo da mistura reativa.

Para controlar a formação de acroleína a mistura foi levada, rapidamente, acima de 200 °C. Somente nestas condições o monoformiato da glicerina pode desidratar e descarboxilar, levando ao álcool alílico e gás carbônico.

Para chegar a estas condições foram necessários em torno de 2 minutos usando o forno de microondas, potência de 900 W.

A mistura reacional foi recolhida e lavada por uma solução de Ca(OH)<sub>2</sub>. A análise de GC-MS revelou que a primeira etapa da síntese, a esterificação da glicerina, foi insuficiente (cerca de 10%), sob as condições aplicadas. Por titulação ácido-base foram confirmadas grandes quantidades de ácido fórmico no produto. **Conclusão:** Bom rendimento em álcool alílico requer a ausência de oxigênio atmosférico. Para evitar evaporação prévia do ácido fórmico, é preciso ajustar tempo, temperatura e catalisador da primeira etapa da síntese. A baixa temperatura de ebulição do ácido fórmico pede uma esterificação prévia e completa, fora do microondas.

**Palavras-chave:** Microondas. Álcool alílico. Glicerina.

**Agências de fomento:** FAPEMIG