

CENTRO DE TECNOLOGIA DA INDÚSTRIA QUÍMICA E TÊXTIL
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA SENAI: CENTRO DE TECNOLOGIA DA
INDÚSTRIA QUÍMICA E TÊXTIL

Brenno da Costa Mendes Nascimento

**Estudo Experimental de Síntese e Caracterização de poli(glicerol succinato) com Análise
de Variância e FTIR**

Rio de Janeiro

2024

Brenno da Costa Mendes Nascimento

Estudo Experimental de Síntese e Caracterização de poli(glicerol succinato) com Análise de Variância e FTIR

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de graduação em engenharia química, da Faculdade de Engenharia Química SENAI CETIQT, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em engenharia química.

Orientador(a): Letícia Quinello

Rio de Janeiro

2024

Exemplo:
Ficha Catalográfica

n. autor

Sobrenome, Nome completo do autor sem abreviações.
Título do trabalho: subtítulo, quando houver - somente a primeira letra do título em maiúscula / Nome completo do autor. -- ano entrega.
nº. f. : il.

Orientador:
Tipo do trabalho (Grau de titulação) - Nome da Instituição a que é submetido, Unidade, Local, ano da defesa.

1. Assunto. 2. Assunto. 3. Assunto. 4. Assunto. 5. Assunto. I. Título.

Número de classificação do assunto principal.

→

CDD

Brenno da Costa Mendes Nascimento

Estudo Experimental de Síntese e Caracterização de poli(glicerol succinato) com Análise de Variância e FTIR

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao curso de graduação em engenharia química, da Faculdade de Engenharia Química SENAI CETIQT, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em engenharia química.

Aprovada em:

Aprovado por:

LETÍCIA QUINELLO PEREIRA (DSc.), SENAI CETIQT

Banca Examinadora:

André Simões, MSc., SENAI CETIQT

Rafael Araújo, DSc., SENAI CETIQT

Flávia Pimenta, DSc., Colégio Nós

Rio de Janeiro

2024

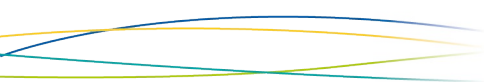
AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus por me permitir chegar tão longe, como também quero agradecer a minha família que me apoiou de todas as formas nessa jornada, principalmente meus pais, meus avós, meus irmãos e tios. Agradeço a todos os meus professores que me ensinaram e ajudaram muito, em especial a minha orientadora Letícia Quinello, e os professores Marta Picardo e André Simões que também ajudaram e muito no meu projeto de conclusão. Não posso deixar de agradecer aos amigos que fiz ao longo do curso e que me auxiliaram em diversos momentos, como a Karina, Laura, Vitor, Rodrigo, Matheus, Maria Eduarda e muitos outros.

RESUMO

O poli(glicerol succinato) (PGSu) é um poliéster que foi desenvolvido a partir da reação do glicerol com um ácido dicarboxílico, o ácido succínico, que vem sendo estudado ao longo dos anos demonstrando variedades de aplicações, como por exemplo, no uso de material aderente e biodegradável, como substituto de partes do corpo (regiões do osso) e para o encapsulamento de remédios. Para a síntese do PGSu, foram realizadas reações policondensação, seguindo um planejamento fatorial completo do tipo 2^3 . Os resultados da análise de variância mostraram que os fatores do sistema estudados como, a temperatura (90 °C e 100°C), o catalizador H_2SO_4 (0,5 mL e 1 mL) e o agente reticulante $SNCl_2$ (0,5 mg e 1 mg), não afetaram significativamente a variável resposta (massa do polímero), a partir da compação dos parâmetros f e f (crítico), que validaram a hipótese nula e portanto, sem interferência significativa dos fatores do sistema. Além disso, o valor – p de ANOVA foi maior que o nível de significância (α), 0,05, sugerindo que não há provas suficientes para rejeitar a hipótese nula, reforçando o impacto não significativo dos fatores. Os resultados de FTIR mesclados a partir das amostras do polímero raspadas na célula de KBr e depositadas no equipamento de espectroscopia, demonstraram que os espectros analisados apresentaram picos característicos dos grupos funcionais existentes no mero do polímero, como os grupos funcionais de éster, ácido carboxílico e hidroxila, fato que contribui na análise de FTIR comparando reagentes com o produto, em que ficou evidenciado o deslocamento dos picos dos grupos funcionais (principalmente da ligação de carbonila) para todas as substâncias, sugerindo a formação do produto desejado, o PGSu.

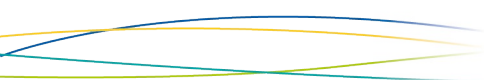
Palavras-chave: Poli (glicerol succinato); FTIR; ANOVA.



ABSTRACT

Poly(glycerol succinate) (PGSu) is a polyester that was developed from the reaction of glycerol with a dicarboxylic acid, the succinic acid, which has been studied over the years and demonstrating a variety of applications, such as in the use of adherent and biodegradable material, as a replacement for body parts (bone regions) and for encapsulating medicines. For the synthesis of PGSu, polycondensation reactions were carried out, following a complete factorial planning of type 2^3 . The results of the analysis of variance showed that the analyzed system factors such as temperature (90 °C and 100 °C), the catalyst H_2SO_4 (0,5 mL and 1 mL) and the crosslinking agent $SNCl_2$ (0,5 mg and 1 mg) did not significantly affect the variable response (polymer mass), from the comparison of parameters f and f (critical), which validated the null hypothesis and therefore, without significant interference from system factors. Furthermore, the ANOVA p-value was greater than the significance level (α), 0,05, indicating that there is not enough evidence to avoid the null hypothesis reinforcing the non-significant impact of this factors. The FTIR results merged from the polymer samples scraped in the KBr cell and deposited in the spectroscopy equipment revealed that the analyzed spectra contained peaks characteristic of the functional groups existing in the polymer mer, such as ester, acid carboxylic and hydroxyl, a fact that contributes to the FTIR analysis comparing reactants and product, in which the displacement of the peaks of the functional groups (mainly the carbonyl bond) for all substances was evident, providing the formation of the desired product, PGSu.

Keywords: Poly(glycerol succinate); FTIR; ANOVA.



LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 -	Reação de síntese do poli(glicerol succinato).....	15
Figura 2.2 -	Reação de obtenção do glicerol pelo biodiesel.....	16
Figura 1.3 -	Reação de obtenção do ácido succínico.....	17
	Estrutura do ácido succínico.....	17
Figura 1.4 -	Reação de policondensação.....	19
Figura 1.5 -	Viscosidade x Tempo.....	19
Figura 1.6 -	Variáveis do sistema.....	20
Figura 1.7 -	Conceito de planejamento experimental.....	21
Figura 1.8 -	Fluxograma do processo.....	24
Figura 1.9 -	Sistema de polimerização.....	26
Figura 2.0 -	Grupos funcionais dos picos de onda.....	28
Figura 2.1 -	Equipamento de espectroscopia de infravermelho.....	28
Figura 2.2 -	Polímeros obtidos pela reação do glicerol com o ácido succínico...	29
Figura 2.3 -	Espectros de FTIR das reações de 1 a 8.....	36
Figura 2.4 -	8.....	
Figura 2.5 -	Comparação dos espectros de FTIR entre reagentes e produtos.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1-	Reações de polimerização (etapa inicial)	23
Tabela 1.2 -	Planejamento experimental.....	25
Tabela 1.3 -	Reações de polimerização do poli(glicerol succinato).....	30
Tabela 1.4 -	SNCL ₂ X H ₂ SO ₄	31
Tabela 1.5 -	ANOVA (SNCL ₂ X H ₂ SO ₄).....	31
Tabela 1.6 -	SNCL ₂ X Temperatura.....	32
Tabela 1.7 -	ANOVA (SNC ₂ X TEMPERATURA).....	33
Tabela 1.8 -	H ₂ SO ₄ X Temperatura.....	34
Tabela 1.9 -	ANOVA (H ₂ SO ₄ X Temperatura).....	35

SUMÁRIO

CAPÍTULO	1
.....	2
1.1. INTRODUÇÃO	2
1.2. OBJETIVOS	3
1.2.1. Objetivo Geral	3
1.2.2. Objetivos Específicos	
1.3. JUSTIFICATIVA	
1.4. DELIMITAÇÃO	
CAPÍTULO 2.....	
2.1	—
LITERATURA.....	15
2.1.1 Poli(glicerol succinato)	
2.1.2.	
Glicerina.....	16
2.1.3. Ácido	
Succínico.....	17
2.2. Policondensação.....	
18	
2.3. Planejamento	
Experimental	19
CAPÍTULO	
3	
3.1. METODOLOGIA	
3.1.1. Reação de	
Polimerização.....	
3.2. Planejamento	
experimental.....	
3.3	
Caracterização.....	26
3.3.1 Espectroscopia de	
infravermelho.....	27
CAPÍTULO 4	

4.1 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	29
4.1.1. Planejamento experimental.....	
4.1.2. Análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Furier (FTIR).....	35
CAPÍTULO 5.....	
5.1. CONCLUSÃO.....	
5.2. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	
APÊNDICE - ANÁLISE DE FTIR DAS REAÇÕES EM DUPLICATA.....	

CAPÍTULO 1

1.1 INTRODUÇÃO

Durante o século XX ocorreu um grande avanço na extração de petróleo para sua aplicação em diversos setores, como na indústria de plásticos e na produção de combustíveis. O petróleo é uma matéria prima não renovável que ao longo dos anos foi substituindo em alguns casos, o concreto, a madeira e metais, caracterizando a era da petroquímica (Mota *et al.*, 2009).

Por conta do acúmulo constante de gases poluentes na atmosfera devido a queima dos combustíveis como a gasolina, aliado a alta demanda para esse recurso não renovável, faz-se necessário a busca por rotas renováveis de combustíveis que não irão afetar o ciclo do carbono, pois já fazem parte desse ciclo, sem gerar acúmulo de CO₂ na atmosfera de substâncias originalmente fossilizadas (Mota *et al.*, 2009).

O CO₂ obtido pela queima do combustível renovável pode ser reabsorvida pela própria planta que o produziu, causando menos impacto ao ambiente e reduzindo o efeito estufa. Esses combustíveis também são chamados de biocombustíveis, por serem de origem vegetal, sendo o biodiesel, um importante composto desse ramo (Mota *et al.*, 2009).

O biodiesel pode ser obtido a partir de reações de transesterificação de óleos vegetais com algum álcool como metanol ou etanol. O óleo vegetal utilizado para a produção de biodiesel, é um triglicerídeo (triéster) derivado do glicerol, e quando esse óleo na presença de um álcool sofre transesterificação, o biodiesel é obtido ao mesmo tempo que uma molécula de glicerol (ou glicerina) é liberada (Mota *et al.*, 2009).

Com base nesse subproduto, um novo ramo da indústria química conhecido como gliceroquímica vem surgindo, com o intuito de introduzir o glicerol no mercado a partir da

busca por aplicações ao utilizá-lo como matéria-prima para reações ou como material de valor agregado (Corrêa, 2021).

Na literatura podem-se encontrar diversos métodos ou rotas para a concepção de polímeros, sendo um deles o uso da glicerina, como um subproduto da produção de biodiesel, com um ácido carboxílico (Kolbuk, 2020).

Dois polímeros bastante empregados com o uso da glicerina, o poli(glicerol sebacato) (PGS) e o poli(glicerol succinato)(PGSu).

O PGS é um composto elastomérico biodegradável, biocompatível e reabsorvível descoberto em 2002 por Wang e colaboradores, que pode ser produzido pela reação do glicerol com o ácido sebácico, que ocorrem duas etapas, pré-polimerização e a cura em forno a vácuo, segundo WANG, et al, 2002, amplamente empregados na engenharia de tecido vascular e nervoso (Lau, 2017, et al.; Li, et al., 2015)

O poli(glicerol succinato) (PGSu) é um poliéster capaz de ser sintetizado pela reação de condensação do glicerol com ácido succínico, que é um ácido dicarboxílico. Diferente do PGS, esse polímero possui informações muito limitadas em relação as suas propriedades mecânicas (Godinho, 2024).

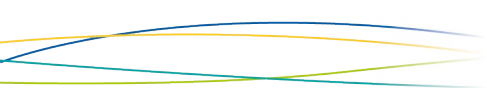
Na estrutura do PGSu, as cadeias poliméricas são capazes de formar polímeros ramificados, altamente ramificados e hiperramificados (Kolbuk, 2020), podendo formar estruturas de dendrímeros, que são compostos constituídos por um núcleo, cujos ramos divergem deste núcleo. Esse material possui inúmeras aplicações, como por exemplo, como adesivos, catalisadores ao se ligarem a metais, e podem ser aplicados para o encapsulamento e transporte de drogas no organismo que deve ser liberada em uma região de interesse (Reinold, 2011).

Outros estudos apontam que é possível utilizar o PGSu como um adesivo biodegradável, a partir da utilização de *nanowhiskers*. (Nepomuceno, 2016).

O intuito desse trabalho foi reaproveitar um subproduto do biodiesel, a glicerina, para produzir um composto polimérico, por meio da reação com o ácido succínico, e assim estudar o produto obtido, verificando a influência dos parâmetros reacionais na quantidade de produto obtido.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral



O presente trabalho teve como objetivo realizar um planejamento experimental para síntese e caracterização de polímeros a base de ácido succínico e glicerol, utilizando uma rota que reaproveita a glicerina, um subproduto da produção de biodiesel.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Realizar o planejamento experimental 2³ para a realização das polimerizações;
- Sintetizar os polímeros a base de ácido succínico e glicerol;
- Realizar a análise de variância (ANOVA);
- Caracterizar os polímeros obtidos por meio de análise de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).

1.3 JUSTIFICATIVA

A glicerina, que é um subproduto do biodiesel, vem ganhando um aumento em sua oferta no mercado e consequentemente uma queda em seu preço, devido à ascensão da produção do biodiesel nos últimos anos.

Dessa forma, esse subproduto torna-se uma rota industrial viável para a obtenção de novos produtos. Além disso, a glicerina é um monômero trifuncional, sendo capaz de formar um polímero em rede a partir de diversas reações de condensação com algum outro monômero.

É possível realizar então uma reação de transesterificação de um produto pouco custoso como a glicerina com esse outro monômero, que pode ser um ácido carboxílico, para obter um polímero como o poli(glicerol succinato), que é um composto com estrutura ramificada podendo ser empregado como um material de adesão biodegradável e usado como surfactante (NEPUMUCEMO, 2016; GODINHO, 2024).

1.4 DELIMITAÇÃO

O presente trabalho delimita-se em realizar a síntese de polímeros a base de glicerina, utilizando planejamento experimental ²³, por meio de reações de policondensação, analisar a variância e caracterizar o polímero por análises de FTIR. Não será feita a avaliação financeira sobre a viabilidade deste processo.

CAPÍTULO 2

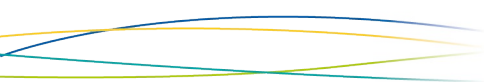
2.1 – REVISÃO DA LITERATURA

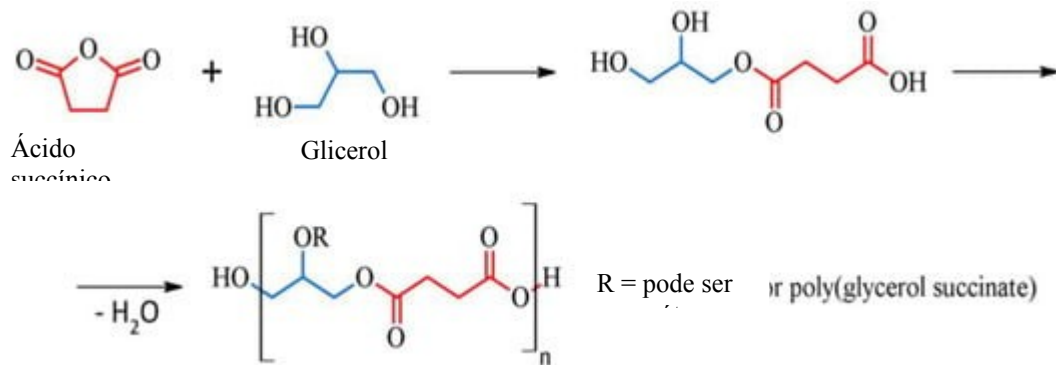
2.1.1 Poli(glicerol succinato)

A demanda por poliésteres himeperramificados verdes (HBPEs) a base de glicerol tem crescido consideravelmente. Os HBPEs são compostos biodegradáveis com grande número de ramificações em sua estrutura que possuem derivados de biomônômeros renováveis capazes de serem utilizados como plastificantes (Kolbuk, et al, 2020).

Os polímeros que compõem essa classe (HBPEs) apresentam em sua estrutura grande quantidade de grupos terminais, boa solubilidade, baixa viscosidade e síntese de fácil procedimento. Um exemplo de polímero que contribui na formação dessa classe (HBPEs) é o poli (glicerol succinato) obtido pela reação da glicerina (ou glicerol) com o ácido succínico, como visto na Figura 1.1 (Kolbuk, et al., 2020).

FIGURA 1.1– REAÇÃO DE SÍNTESE DO POLI(GLICEROL SUCCINATO)





Fonte: Kolbuk, et al., (2020); modificado pelo autor (2024).

Atualmente, existem estudos para aplicação medicinal do PGSu, utilizando o material como componente para ser incorporado em partes do corpo, como parafuso para conectar ossos (Cai, et al, 20.19), além de ser usado como matriz de sistema de medicamento transdérmico (Zabihi et al., 2019).

Dessa forma, vem ocorrendo estudos com o objetivo de modificar o PGSu para combina-lo com outros materiais, como por exemplo, a combinação do PGSu com anidrido maleico que resulta na formação de poli (succinato – comaleato de glicerol) (PGSMA), que é um copolímero aplicado em misturas com outros polímeros (Carnahan e Grinstaff, 2001).

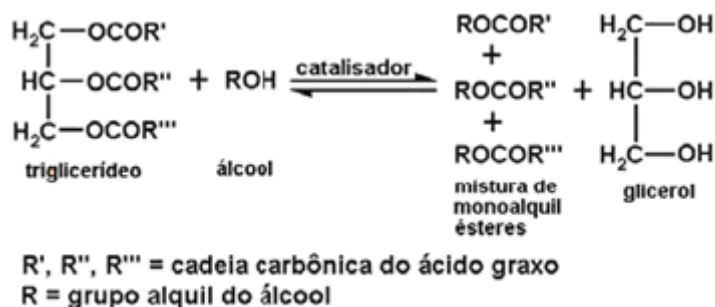
2.1.2 Glicerina

A glicerina ou glicerol é conhecida por ser um composto orgânico incolor, viscoso e líquido. Sua origem provém de óleos e gorduras de fonte animal ou vegetal possuindo diversas aplicações como o uso da glicerina bruta vinda do biodiesel como um subproduto que é usado na construção civil, destilação, defensivos agrícolas e na nutrição animal (Gotaquímica, 2021).

Já a glicerina bidestilada possui aplicações em diversos setores, como na indústria farmacêutica para a composição de cápsulas, na indústria têxtil para amaciar e aumentar a flexibilidade das fibras, explosivos, tintas para produção de resinas alquídicas, papéis e plásticos para a obtenção de polímeros (Gotaquímica, 2021).

Sua obtenção como um subproduto do biodiesel vem a partir da reação de transesterificação de triglicerídeos presentes nos óleos e gorduras que reagem com um álcool primário (metanol ou etanol) que no processo final dessa reação formam o éster e o glicerol, como visto na Figura 1.2.

FIGURA 1.2 – REAÇÃO DE OBTENÇÃO DO GLICEROL DO BIODIESEL

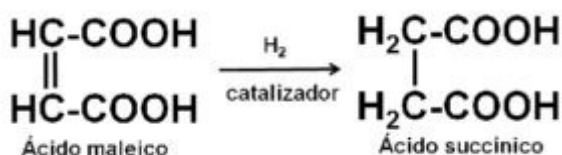


Fonte: Barros et al (2021)

2.1.3 Ácido Succínico

O ácido succínico é um ácido natural que pode ser encontrado em alimentos como carnes, queijos, em vegetais como a beterraba e brócolis, e em frutas como as uvas e damascos. Pode ser obtido industrialmente a partir da hidrogenação do ácido maleico, como na Figura 1.3 (Sperohope, 2023).

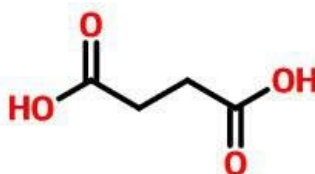
FIGURA 1.3 – REAÇÃO DE OBTENÇÃO DO ÁCIDO SUCCÍNICO



Fonte: Sperohope (2024)

Esse ácido dicarboxílico é um composto orgânico sólido cuja fórmula molecular é $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ (representado na Figura 1.4) possuindo aplicações em diversos setores da indústria, como no campo farmacêutico para a produção de succinimidas que atuam como anticonvulsivantes.

FIGURA 1.4 – ESTRUTURA DO ÁCIDO SUCCÍNICO



Fonte: HSP ([s.d.])

Na indústria de alimentos é usado como aditivo em alimentos processados, pois confere maior sabor aos mesmos. Também é usado como plastificante para polímeros, como intermediário para produção de surfactantes e detergentes e pode ser usado na indústria de perfumes (*Sperohope*, 2023).

O ácido succínico pode ser aplicado na obtenção de plásticos, poliésteres, plastificante e bioplásticos como o poli (succinato de butileno) (PBS) que se caracteriza por ser biodegradável com alta resistência química e térmica, sendo obtido pela polimerização do ácido succínico (Alvaro, 2023).

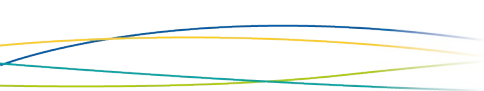
Além disso, o composto está presente em tecidos vegetais e animais e é extremamente importante para os processos metabólicos. Desempenha um papel essencial no ciclo de Krebs, um processo necessário na produção de energia celular (Alvaro, 2023).

2.1.4. Policondensação

A policondensação é um processo que realiza uma polimerização por etapas em monômeros não vinílicos, segundo Silva (2015), cujo polímero é produzido através das reações de condensação que ocorrem entre os monômeros que possuem uma funcionalidade igual ou maior que dois. Na reação, ocorre a formação de polímeros como produto principal, além de moléculas de menor massa (subproduto) como o H_2O ou um álcool (*Sciencedirect*, 2001).

Basicamente, a polimerização é um tipo de reação na qual moléculas menores (monômeros) se combinam quimicamente (via valência primária) para gerar moléculas longas, podendo ser ou não ramificadas, com a mesma composição aproximada, como observado na Figura 1.5, que apresenta a reação de um monômero dicarboxílico com a uma diamina, formando uma poliamida (Silva, 2015).

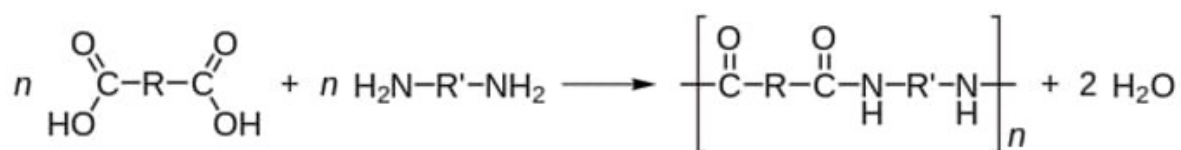
Na reação de polimerização do glicerol e ácido succínico e ácido sulfúrico como catalisador, ocorre mudança na viscosidade do meio reacional, devido a presença de três



grupos OH (1 secundário e 2 primários) presentes na molécula do glicerol, possibilitando a ampliação da cadeia carbônica em duas dimensões, horizontal e vertical, ou seja, cadeias longas ou ramificadas, respectivamente (Medeiros. et al., 2009).

A presença crescente de catalizador na reação possibilita a maior formação de H₂O que decorre da reação de policondensação, e essa água residual pode ser coletada para eventuais análises de rendimento do processo (Medeiros. et al., 2009).

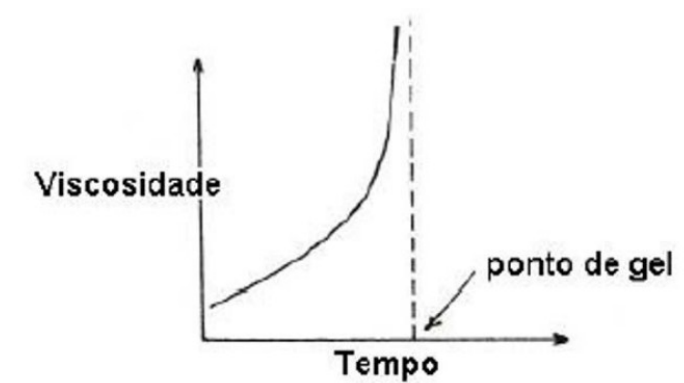
FIGURA 1.5– REAÇÃO DE POLICONDENSAÇÃO



Fonte: Melscience ([s.d.])

A reação de polimerização ocorre até que o ponto de gelificação seja atingido, o que implica no instante em que um número quase infinito de moléculas é formado por meio de reticulações. Este ponto é definido por um aumento repentino na viscosidade do meio reacional. Após este ponto, apenas a densidade da estrutura reticulada aumenta, como observado na Figura 1.6.

FIGURA 1.6 – VISCOSIDADE X TEMPO



Fonte: PEZZIN

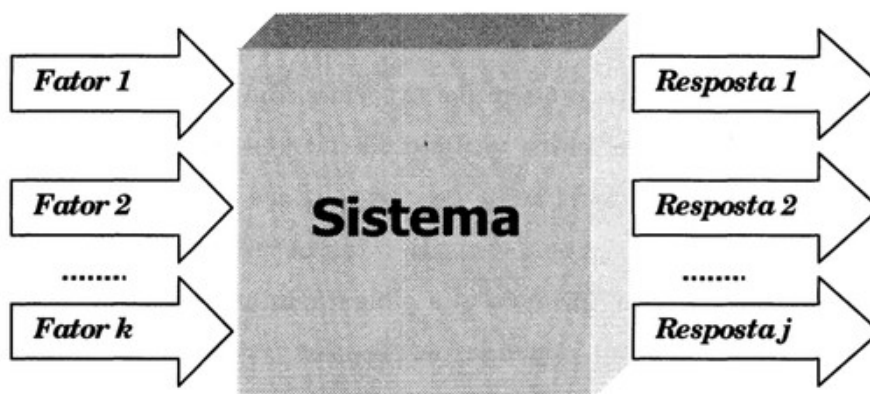
2.1.5 Planejamento Experimental

Ao realizar um projeto de pesquisa que apresente uma prática experimental é importante se atentar ao tipo de planejamento experimental que será realizado. Assim, é possível analisar os resultados a partir da interação dos fatores, fatores os quais atuarão sobre o sistema que a experiência ocorre. Por sua vez, esses fatores irão produzir as chamadas repostas que podem ditar o rendimento da reação (Neto, et.al, 2010).

Os tipos de fatores que afetam uma reação podem ser por exemplo, o nível da temperatura (quantitativo) e o tipo e a quantidade de catalizador (qualitativo) usado nas reações. Um número de fatores $F_1, F_2, \dots, F_k$, que age sobre um sistema gera repostas $R_1, R_2, \dots, R_j$. O tipo de resposta usada para avaliar o rendimento da reação pode ser por exemplo, o tempo de reação, ou a massa produzida das amostras (Neto, et.al., 2010).

Resumidamente, os fatores são as variáveis de entrada, e as respostas são as variáveis de saída, enquanto o sistema é o fator desconhecido que age a partir das variáveis de entrada e gera as variáveis de saída. É possível que o experimento obtenha uma ou mais respostas a serem trabalhadas, como mostrado na Figura 1.7.

FIGURA 1. 7 – VARIÁVEIS DO SISTEMA

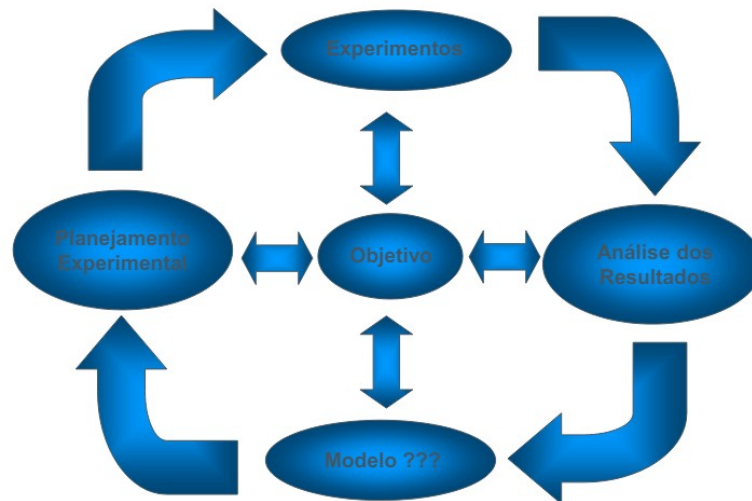


Fonte: Neto, et al. (2010)

Dessa forma, o planejamento experimental é um conjunto de métodos que torna possível a melhora de um produto já inserido, a inserção de novos processos ou produtos, otimizar processos, redução de custos e entender as variáveis que afetam o processo (Bona, 2014).

Para realizar esse planejamento é necessário estabelecer as etapas do mesmo e seus objetivos, começando pela escolha do modelo para aplicar o planejamento, do tipo de experimento e suas variáveis no processo, e o tipo de análise de resultado a ser empregada (Bona, 2014). A Figura 1.8 exemplifica esse conceito.

FIGURA 1.8 – CONCEITO DE PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL



Fonte: Bona (2014)

Em planejamento experimental deve ser determinado o planejamento fatorial que especifica os níveis dos fatores em estudo. Um exemplo disso, seria um experimento que trabalhasse com 4 níveis de temperatura, 70 °C, 80 °C, 90 °C e 100 °C ao mesmo tempo que apresenta 3 níveis de catalisador, A, B e C (Neto, et.al., 2010).

Com esses níveis para temperatura e catalisador, é necessário realizar o maior número de experimentos que possam combinar os níveis desses fatores. Para este exemplo seriam necessários $4 \times 3 = 12$ ensaios para obter essa máxima combinação (Neto, et.al., 2010).

Na literatura é descrito que os fatores podem ser trabalhados com um certo número de níveis, sendo o nível 2, o mínimo necessário para ser aplicado. A partir disso, foi elaborado uma representação com n níveis e k fatores, onde o nível mais simples, o 2, seria representado como 2^k ($n=2$) (Neto, et.al., 2010).

São dois os tipos de planejamento fatorial de nível 2 mais descritos, o 2^2 e o 2^3 . O planejamento 2^2 ($2 \times 2 = 4$ ensaios) realiza uma análise que combina ao máximo dois fatores com dois níveis, por exemplo, os fatores temperatura e catalisador possuindo dois níveis para cada, como 70 °C e 80 °C para a temperatura e A e B como catalisadores. A combinação entre eles seria (70 °C, A), (70 °C, B), (80 °C, A) e (80 °C, B). Para o planejamento 2^3 ($2^3 = 8$

ensaios) é necessário acrescentar um outro fator com dois níveis na combinação como por exemplo as concentrações de um reagente (1,0 M e 1,5 M), ficando então, (70 °C, A), (70 °C, B), (70 °C, 1,0 M), (70 °C, 1,5 M), (80 °C, A), (80 °C, B), (80 °C, 1,0 M) e (80 °C, 1,5 M), segundo Neto, 2010.

A análise de Variância, ANOVA, permite o estudo das relações entre os parâmetros controlados e suas influências na variável resposta. Por meio dessa análise, é possível identificar quais as contribuições desses parâmetros para o projeto experimental. Por exemplo, por meio da análise de variância é possível verificar como o rendimento de uma reação muda significativamente com a temperatura, ou quantidade de catalisador. Além disso, é possível verificar essa variável resposta, com a interação entre os dois parâmetros (Bertinetto, et al. 2020); (Henson, 2015).

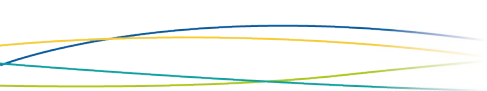
CAPÍTULO 3

3.1 METODOLOGIA

3.1.1 Reações de Polimerização

Para que ocorra a obtenção do produto de interesse, foi necessário realizar reações de policondensação a partir do uso da glicerina como matéria prima, em conjunto com o ácido succínico, na presença de um catalizador (H_2SO_4), e o cloreto de estanho como agente de reticulação.

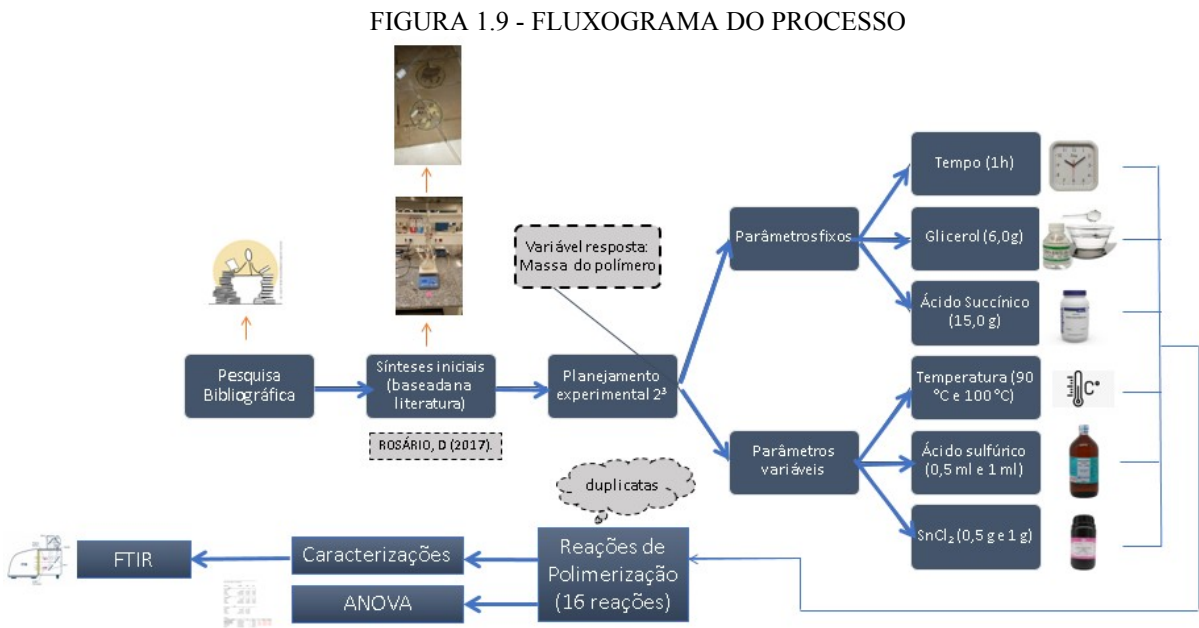
O produto, poli(glicerol succinato), foi sintetizado pela reação de condensação dos monômeros que, no processo eliminam moléculas de água como subproduto. Por ser uma reação exotérmica, o subproduto é aquecido, promovendo o aparecimento de vapor d' água, que ficaram condensados nas paredes do balão de reação.



3.1.2. Planejamento Experimental

Para o planejamento dos experimentos foi necessário, inicialmente, determinar os fatores e a variável resposta de interesse com base na literatura (Rosário, 2017). Para esse projeto, os fatores escolhidos foram temperatura de reação, concentração do catalisador (H_2SO_4) e concentração do agente de reticulação ($SnCl_2$), e como variável resposta foi escolhida a massa de polímero obtida.

Foram estipulados dois níveis, o mais mais baixo (-1) e o mais alto (1), para cada variável. Dessa forma, obteve-se o planejamento dos experimentos com fatorial completo 2^3 , que indica a realização de oito reações, totalizando dezesseis reações com a duplicata. A Figura 1.9 apresenta um fluxograma que segue todo o estudo preliminar, assim como o planejamento experimental, além da etapa de caracterização dos materiais obtidos.



Fonte: Autor (2024)

A partir da pesquisa bibliográfica, foram realizadas três reações preliminares, para estipular os fatores do processo que possam afetar a variável resposta (massa), que pela análise da tabela 1.1 obtida e por experiências passadas envolvendo a glicerina, foi decidido que o volume do H_2SO_4 , a massa do agente reticulante SnCl_2 e a temperatura da reação, são os fatores do sistema a serem analisados.

Para analisar esses fatores com uma quantidade robusta de dados, foi elaborado um planejamento fatorial completo do tipo 2^3 . Esses fatores foram estabelecidos como parâmetros variáveis para cada reação, enquanto as massas dos reagentes e o tempo são os parâmetros fixos. Logo foram realizadas as reações com base no planejamento experimental, seguida das análises estatísticas de variância (ANOVA) e das análises de espectroscopia por transformada de Fourier (FTIR).

TABELA 1.1 - PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL 2^3

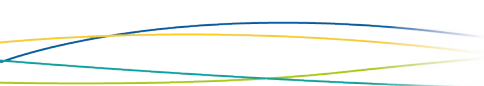
Reações	SnCl_2 (g)	H_2SO_4 (ml)	T (Celsius)
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1
9	-1	-1	-1
10	1	-1	-1
11	-1	1	-1
12	1	1	-1
13	-1	-1	1
14	1	-1	1
15	-1	1	1
16	1	1	1

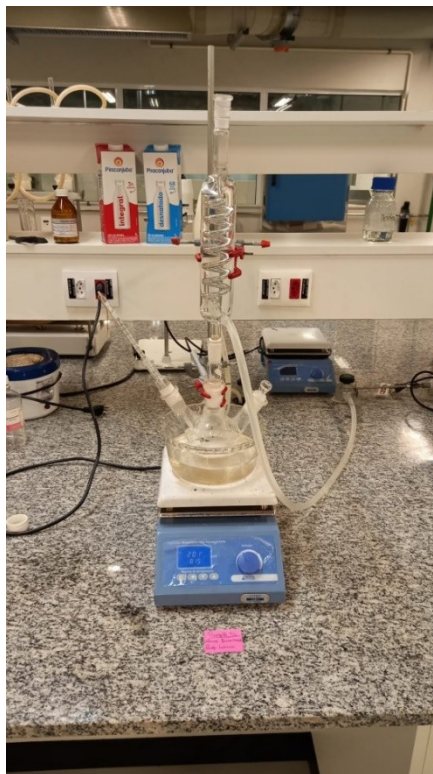
Fonte: Autor (2024)

As reações foram realizadas utilizando um balão de três vias onde os reagentes foram adicionados, aquecidos e agitados magneticamente. Em uma das vias do balão, foi colocado em condensador de refluxo, e na outra via, um termômetro para o controle de temperatura do meio reacional, conforme observado na Figura 2.0.

Por complicações durante a tentativa das duas últimas reações, não obtendo os polímeros 15 e 16 no processo e pelo fato do excel poder trabalhar no máximo com análise de fator duplo, foram descartadas a ideia de criação de tabelas 2^3 para realizar as análises estatísticas (ANOVA), plotadas pelo excel e que avaliariam a capacidade dos fatores temperatura, SnCl_2 e H_2SO_4 de alterarem a variável resposta (massa). Com isso foram elaboradas três tabelas de fator duplo (2^2) para obter a ANOVA, trabalhando com todas as variáveis possíveis.

FIGURA 2.0 – SISTEMA DE POLIMERIZAÇÃO





Fonte: Autor (2024)

Ao final das reações o polímero formado foi adicionado a uma placa de petri (pesada) para posterior pesagem e realização da caracterização em FTIR.

3.1.3. Caracterização

A caracterização de um composto ou material é a prática de investigar as características químicas e/ou físicas de uma determinada amostra. Essa prática pode ser realizada por diversos métodos que fazem uma análise qualitativa ou quantitativa. É importante buscar ou conhecer o arranjo molecular (estrutura) do material de estudo, bem como suas propriedades e seu processamento (Quevedo, 2016).

É uma prática que se valida de técnicas instrumentais de análise para compreender diferenças na composição e estrutura química, como massa molar, grupos funcionais, propriedades térmicas, mecânicas, dentre outras (Gomes, 2015).

Para caracterizar os produtos formados, foram realizadas somente as análises de Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).

3.1.3.1 Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

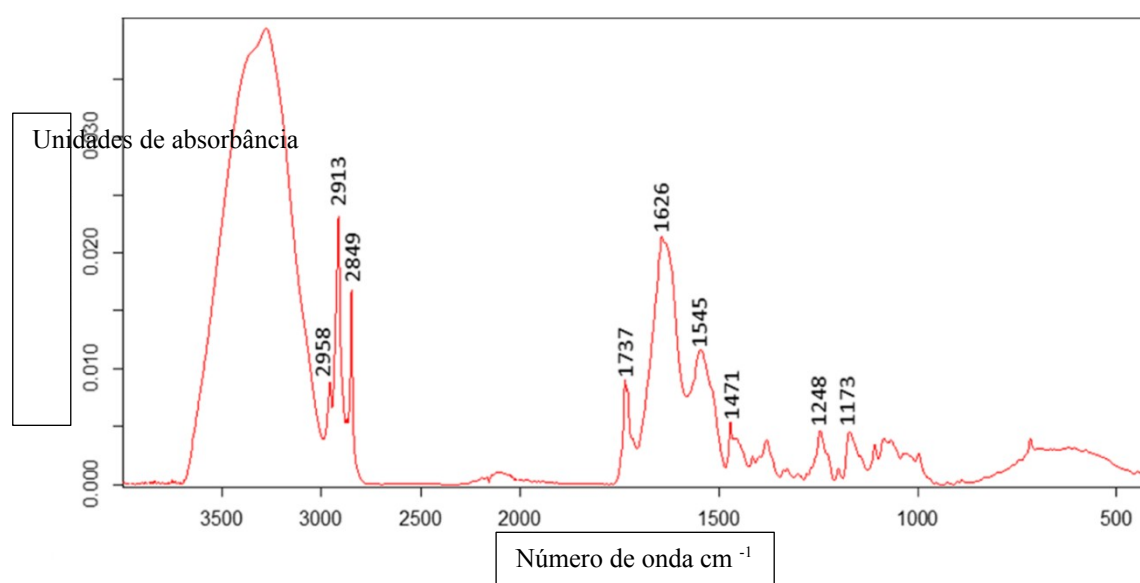


Para realizar a análise de espectroscopia de infravermelho foi necessário primeiro a extração de amostras dos produtos obtidos a partir do uso de bastões de vidro, que foram calmamente raspados nos produtos, obtendo assim as amostras de polímero que em seguida foram raspadas em uma célula de KBr e inseridas no equipamento de FTIR por vez.

O equipamento observado na figura 2.2 emitiu um feixe de luz em seu interior que incidiu em cada amostra, onde a mesma absorveria parte dessa luz podendo ser observada pelo computador em forma de picos de onda, revelando os grupos funcionais característicos de cada pico para serem analisados (exemplo 2.1).

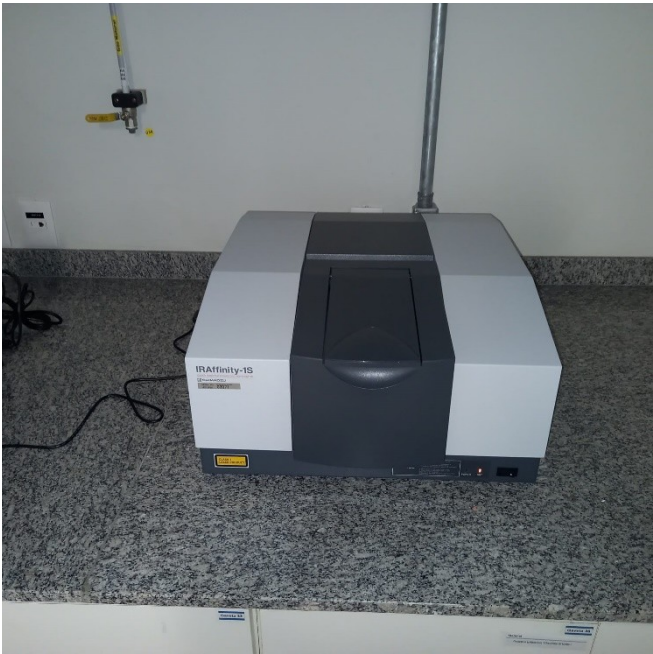
Após a leitura dos picos obtidos, foram comparados esses resultados com o conteúdo da literatura para averiguar a compatibilidade do polímero produzido com o que se sabe sobre o mesmo na literatura para comprovar a sua composição e a eficiência da reação.

FIGURA 2.1 – EXEMPLO DOS PICOS DE ONDA



Fonte: Adaptado de Durak, *et al.*, (2022)

FIGURA 2.2 – EQUIPAMENTO DE ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO



Fonte: Autor (2024)

CAPÍTULO 4

4.1 RESULTADOS E DISCUÇÕES

Inicialmente foram realizadas três reações baseadas na literatura (Rosário, 2017), com o objetivo de verificar quais os parâmetros, como temperatura, quantidade de catalisador, tempo de reação, poderiam influenciar no rendimento de reação. Os resultados da polimerização podem ser observados na Tabela 1.2.

TABELA 1.2 - REAÇÕES DE POLIMERIZAÇÃO (ETAPA INICIAL)

Reação	SnCl ₂ (g)	H ₂ SO ₄ (0,1 M) (ml)	T (°C)	t (min)	Massa (g)
1	0,536	1	100	30	8,742
2	0,537	0,5	90	60	11,678
3	0,531	1	110	60	19,358

Fonte: Autor (2024)

A partir desses dados, foram estipulados como parâmetros variados a massa de agente reticulante, SnCl₂, a Temperatura e o catalisador H₂SO₄. Por conta de observações realizadas em experiências de projetos anteriores a base de glicerina semelhantes da instituição SENAI CETIQT, o tempo foi colocado como um parâmetro fixo por conta da reação de auto-aceleração que ocorria nos polímeros desses antigos projetos, que após um tempo longo, se formavam dentro dos balões, dificultando suas extrações.

De acordo com o planejamento experimental, foram realizadas uma série de reações (Tabela 1.3), totalizando 16 reações, sendo que as reações de 9 a 16 são as duplicatas. Dessa forma, a reação 9 é duplicata da reação 1, assim como a reação 10 é duplicata da reação 2 e assim sucessivamente. O objetivo foi obter uma base de informações para avaliar as características e propriedades dos materiais poliméricos obtidos, cujas informações dos parâmetros reacionais, assim como a massa de polímero obtida nas polimerizações, se encontram na Figura 2.3.

FIGURA 2.3 – POLÍMEROS OBTIDOS PELA REAÇÃO DO GLICEROL COM O ÁCIDO SUCCÍNICO



Fonte: Autor (2024)

Pelo aspecto dos polímeros obtidos, é possível observar uma leve variação na tonalidade dos materiais, assim como no aspecto do produto obtido que é bem diferente do aspecto dos reagentes. Vale lembrar que o glicerol é fluido levemente viscoso e incolor, enquanto o ácido succínico se apresenta na forma na forma sólida e de cor clara. Assim, pela foto dos polímeros obtidos na Figura 2.3, é possível sugerir que ocorreu reação química entre os reagentes.

4.1.2 Planejamento experimental

As condições reacionais obtidas pelo planejamento experimental, assim como a massa de polímero obtido são apresentados na Tabela 1.3.

TABELA 1.3 - REAÇÕES DE POLIMERIZAÇÃO DO POLI(GLICEROL SUCCINATO)

Reações	Glicerol (g)	Ac. Suc. (g)	SnCl ₂ (g)	H ₂ SO ₄ (ml)	T (°C)	m de polí. (g)
1	6,868	15,032	0,5	0,5	90	19,7932
2	6,752	15,085	1,0	0,5	90	20,3908
3	6,848	15,012	0,5	1,0	90	16,3823
4	6,600	15,024	1,0	1,0	90	19,7984
5	6,470	15,062	0,5	0,5	100	16,0471
6	6,273	15,030	1,0	0,5	100	16,2631
7	6,552	15,039	0,5	1,0	100	19,1422
8	6,354	15,014	1,0	1,0	100	21,0061
9	6,620	15,027	0,5	0,5	90	15,0563
10	6,064	15,030	1,0	0,5	90	16,6675
11	6,085	15,075	0,5	1,0	90	18,6979
12	6,656	15,069	1,0	1,0	90	17,6382
13	6,721	15,037	0,5	0,5	100	9,0827
14	6,053	15,097	1,0	0,5	100	18,8397
15	---	*	0,5	1,0	100	---
16	---	*	1,0	1,0	100	---

Fonte: Autor (2024)

Legenda: * As polimerizações 15 e 16 não foram realizadas por falta do reagente ácido succínico.

Por falta reagente ácido succínico, nas duas últimas reações, o experimento teve de ser analisado sem o uso das suas massas (variáveis respostas) que seriam obtidas nessas reações, limitando as interações entre os fatores a serem combinados para a análise estatística ANOVA.

A ANOVA é uma análise que permite descobrir se os fatores estão ou não influenciando na determinação da resposta a partir da comparação de parâmetros como o $F_{\text{calculado}}$ (F) e o F crítico (F_c), em que acordo com a literatura, quando o F for maior que o F_c a hipótese nula (H_0) é descartada, e assim, o fator da reação está afetando a variável resposta.

Para realizar a análise ANOVA, foram elaboradas 3 tabelas que combinam os três fatores escolhidos para a análise da variável resposta (massa). Tais fatores analisados são o catalisador H_2SO_4 , o agente reticulante ($SnCl_2$), e a temperatura. As Tabelas 1.4 até Tabela 1.9 apresentam os fatores e suas respectivas ANOVA.

Como mencionado anteriormente, o modelo ANOVA utiliza como principais parâmetros o F e o F_c , e caso o F seja maior que o F_c , é desconsiderado o H_0 (hipótese nula) e entende-se que o fator em estudo afeta a variável resposta (Tabela 1.4).

TABELA 1.4 - $\text{SnCl}_2 \times \text{H}_2\text{SO}_4$

SnCl_2	H_2SO_4	
	0,5 ml	1 ml
0,5 g	19,7932	16,3823
	16,0471	19,1422
	15,0563	18,6979
	20,3908	19,7984
	16,2631	21,0061
1 g	18,8397	17,6382

Fonte: Autor (2024)

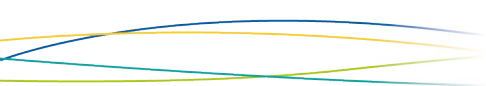
TABELA 1.5 – ANOVA $\text{SnCl}_2 \times \text{H}_2\text{SO}_4$

Anova: fator duplo com repetição

RESUMO	0,5 ml	1 ml	Total
0,5 g			
Contagem	3	3	6
Soma	50,8966	54,2224	105,119
Média	16,96553333	18,07413	17,5198
Variância	6,242195243	2,196076	3,74401
1 g			
Contagem	3	3	6
Soma	55,4936	58,4427	113,936
Média	18,49786667	19,4809	18,9894
Variância	4,347114343	2,911292	3,19327
Total			
Contagem	6	6	
Soma	106,3902	112,6651	
Média	17,7317	18,77752	
Variância	4,940137468	2,636645	

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Amostra (SnCl_2)	6,478731608	1	6,47873	1,651	0,23478	5,3176
						6
Colunas (H_2SO_4)	3,281197501	1	3,2812	0,8362	0,38723	5,3176
						6
Interações	0,011825241	1	0,01183	0,003	0,95757	5,3176
						6
Dentro	31,39335504	8	3,92417			



Total	41,16510939	11
-------	-------------	----

Fonte: Autor (2024)

Ao observar os resultados da análise ANOVA na Tabela 1.5, é possível notar três comparações entre o F e o F_c , sendo elas: as duas primeiras comparações são do cloreto de estanho (SnCl_2), a do ácido sulfúrico (H_2SO_4) isoladamente, e a terceira comparação é a interação entre o H_2SO_4 e SnCl_2 . No caso do catalisador (H_2SO_4) e do agente reticulante (SnCl_2) foi observado que o seus respectivos F são menores que o F_c estabelecido pela análise.

Neste caso entende-se que esses fatores individualmente não alteram a massa (variável resposta). Assim como, foi constatado por essa análise (Tabela 1.5) que a interação entre esses fatores também não afeta a massa produzida visto que seu F é inferior ao F_c .

A seguir são apresentadas as Tabelas 1.6 e 1.7 que relaciona os parâmetros cloreto de estanho e temperatura, e a ANOVA, respectivamente.

TABELA 1.6 - SnCl_2 x TEMPERATURA

Cloreto de estanho	Temperatura	
	90 °C	100 °C
0,5 g	19,7932	16,0471
	16,3823	19,1422
	15,0563	9,0827
	20,3908	16,2631
	19,7984	21,0061
1 g	16,6675	18,8397

Fonte: Autor (2024)

De forma análoga, nota-se que o mesmo comportamento se repete quando é feita uma análise do cloreto de estanho com a temperatura, onde tanto esses fatores individuais, bem como suas interações entre eles, apresentam valores de F menores que F_c , o que sugere que tanto individualmente, como em conjunto, esses fatores também não afetam a variável resposta.

TABELA 1.7 - ANOVA SnCl_2 X TEMPERATURA

Anova: fator duplo com repetição

RESUMO	90 °C	100 °C	Total
0,5 g			
Contagem	3	3	6
Soma	51,2318	44,272	95,5038
	17,0772666	14,757333	
Média	7	3	15,9173
	5,97178940	26,546008	
Variância	3	6	14,6217464
1 g			
Contagem	3	3	6
Soma	56,8567	56,1089	112,9656
	18,9522333	18,702966	
Média	3	7	18,8276
	4,00273924	5,6380342	
Variância	3	5	3,87494956
Total			
Contagem	6	6	
Soma	108,0885	100,3809	
Média	18,01475	16,73015	
	5,04446145	17,544023	
Variância	9	9	

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Amostra (SnCl_2)	25,4095382	1	25,40953827	2,41085382	0,159099	5,31765507
	7				4	2
Colunas (Temp.)	4,95059148	1	4,95059148	0,4697115	0,512485	5,31765507
	3,21574533				9	2
Interações	3	1	3,215745333	0,30510952	0,595787	5,31765507
	84,3171430				6	2
Dentro	1	8	10,53964288			
	117,893018					
Total	1	11				

Fonte: Autor (2024)

A próxima análise de variância é entre os parâmetros catalisador (H₂SO₄) e temperatura, que são apresentados nas Tabelas 1.8 e 1.9.

TABELA 1.8 -H₂SO₄ x TEMPERATURA

ácido sulfúrico	Temperatura	
	90 °C	100 °C
0,5 ml	19,7932	16,0471
	20,3908	18,8397
	16,3823	19,1422
1 ml	19,7984	21,0061

Fonte: Autor (2024)

TABELA 1.9- ANOVA (H₂SO₄ X TEMPERATURA)

Anova: fator duplo com repetição

RESUMO	90 °C	100 °C	Total
0,5 ml			
Contagem	2	2	4
Soma	40,184	34,8868	75,0708
Média	20,092	17,4434	18,7677
Variância	0,17856288	3,89930738	3,69765074
1 ml			
Contagem	2	2	4
Soma	36,1807	40,1483	76,329
Média	18,09035	20,07415	19,08225
Variância	5,834869605	1,73706161	3,835797883
Total			
Contagem	4	4	
Soma	76,3647	75,0351	
Média	19,091175	18,758775	
Variância	3,340011736	4,18573818	

ANOVA

Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Amostra (H ₂ SO ₄)	0,197883405	1	0,197883405	0,06794396	0,8072233	7,708647422

Colunas (Temperatura)	0,22097952	1	0,22097952	0,07587409	0,7966124	7,708647422
Interações	10,72956488	1	10,72956488	3,68403355	0,1273619	7,708647422
Dentro	11,64980147	4	2,912450368			
Total	22,79822928	7				

Fonte: Autor (2024)

Pela análise da ANOVA foi possível verificar, mais uma vez, que valores de F individuais e de sua interação, são inferiores ao F_c , o que também configura em uma hipótese nula, e sugerindo que esses fatores, mais uma vez, não afetam a resposta (Henson, 2024) e (Rocha, 2018).

Análise de todos os valores de P observados nas Tabelas 1.4, 1.6 e 1.8, são maiores que o nível de significância (α), ou seja, são maiores que 0,05. Isso significa que não há provas suficientes para rejeitar a hipótese nula de que as médias dos parâmetros são todos iguais, reforçando a o impacto não significativo dos fatores analisados (Henson, 2024) e (Rocha, 2018).

4.3 Análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Uma análise qualitativa de FTIR foi realizada com os polímeros obtidos, para determinar os grupos funcionais presentes no material e consequentemente a sugestão da formação do produto de interesse, o poli(glicerol succinato) (PGSu).

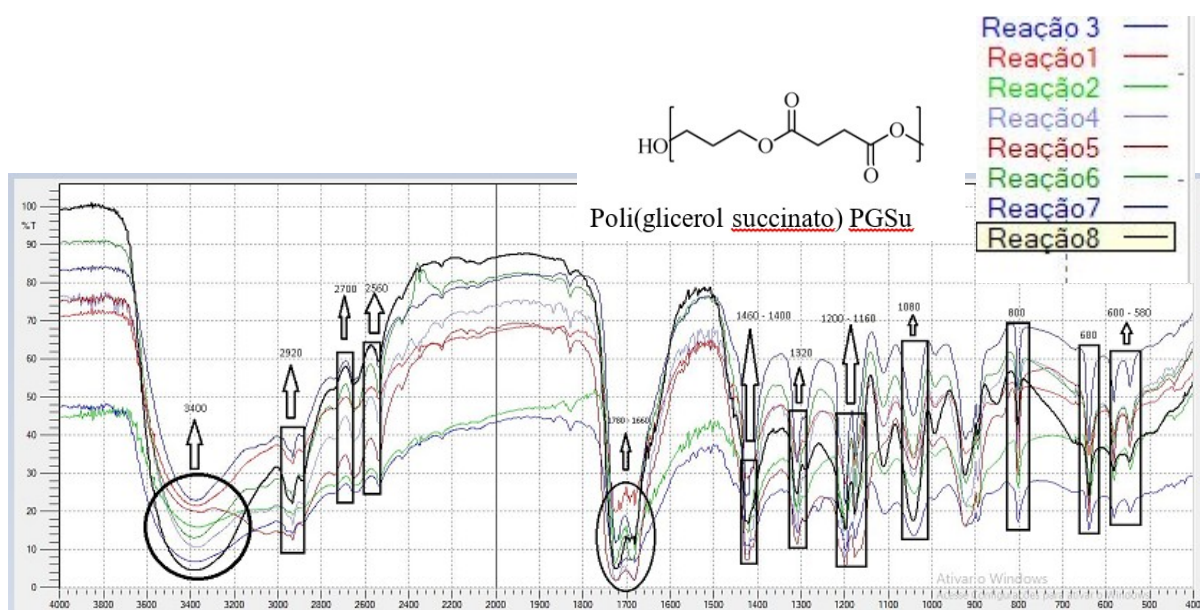
A Figura 2.4 apresenta os espectros de FTIR das amostras que se referem as reações de 1 até 8, no formato “cascata”, para uma análise mais ampla. É possível observar que o perfil dos espectros, para todas as amostras, é bastante semelhante, além da presença de picos característicos dos grupos funcionais esperados para o polímero em questão.

É possível destacar (Figura 2.4) a presença de banda forte, larga, resultante da associação de grupos de OH de moléculas poliméricas em 3400 cm^{-1} . No intervalo entre $1780\text{-}1660\text{ cm}^{-1}$ são observadas bandas intensas que configuram a vibração da ligação de carbonila de ácidos carboxílicos e de éster, compatíveis com os grupos funcionais presentes no mero de PGSu (Figura 2.4).

As bandas referentes C-H alifáticos CH_3 , CH_2 (carbonos primários e secundários), são representadas nos picos 2920 e 2700 cm^{-1} . As bandas de confirmação das funções relativas ao PGSu são representadas pelos picos em 1460 , 1400 e 1320 , bandas essas características de

ligação C–O de ácidos carboxílicos, em 1080 cm^{-1} banda de confirmação de ligação C–O de éster. Todos esses resultados estão compatíveis com a literatura, segundo Kolbuk e colaboradores (2020) Brioude, et. al. (2011).

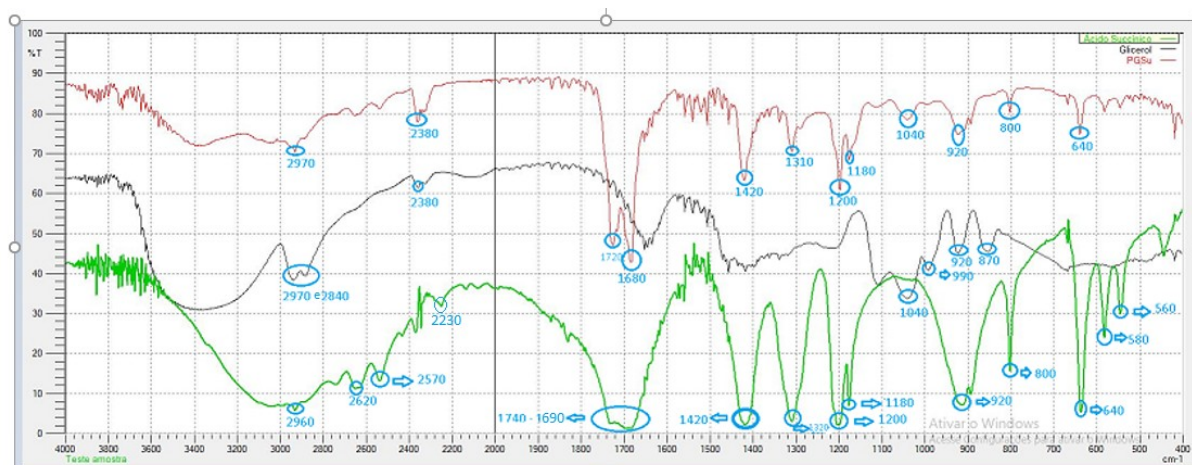
FIGURA 2.4 - ESPECTROS DE FTIR DAS REAÇÕES DE 1 A 8



Fonte: Autor (2024)

Para entender melhor o resultado das reações no FTIR, foi realizado um comparativo dos espectros dos reagentes, nesse caso o glicerol e o ácido succínico, com uma das amostras dos experimentos (Reação 5- PGSu), conforma observado na Figura 2.5.

FIGURA 2.5 – COMPARAÇÃO DOS ESPECTROS DE FTIR DE REAGENTES E PRODUTOS



Fonte: Autor (2024)

Observando a amostra de polímero sintetizada nesse trabalho (PGSu) (na cor vermelha) percebe-se certa semelhança com o espectro do ácido succínico (em verde), principalmente na região de vibrações de deformação axial de duplas ligações, no caso, da vibração da ligação de carbonila, em torno de 1700 cm^{-1} . É possível reparar, que o pico de carbonila do PGSu é duplo, ou seja, apresenta carbonila de ácido carboxílico e de éter, o que já era esperado conforme o mero do polímero apresentado na Figura 2.4.

Outra semelhança também observada é na região de vibração das deformações axiais e angulares de ligações C-O na região de 1420 cm^{-1} até 1180 cm^{-1} . Esses sinais já eram esperados já que o PGSu e o ácido succínico possuem a função ácido carboxílico em ambas as moléculas.

Ao comparar as curvas do glicerol (em preto) e do produto sintetizado (vermelho), nota-se que a principal semelhança se encontra na região de vibrações de deformação axial nos átomos de hidrogênio ligados oxigênio, ou seja, região de hidroxila entre 3640 e 3610 cm^{-1} .

A partir do pico 1420 cm^{-1} tem-se a mesma semelhança nos números de onda, com leves desvios nos mesmo e no formato dos picos relacionados, comparando as três substâncias.

Esse estudo comparativo apresenta indícios de formação do produto desejado, o PGSu, embora os espectros entre reagentes e produto pareçam bem semelhantes em uma análise mais ampla. É importante ressaltar que o produto apresenta funções químicas dos dois reagentes, ficando evidente um deslocamento desses picos no espectro relativo ao PGSu, uma vez que os grupos funcionais se encontram em ambientes diferentes. (Skoog, et., al. 2001)

CAPÍTULO 5

5.1 CONCLUSÃO

Foram realizados o planejamento experimental e síntese de poli(glicerol succinato), com posterior caracterização por FTIR e análise estatística (ANOVA). Dessa forma, foi possível concluir que:

Análise estatística:

- A análise de variância (ANOVA) mostrou que para todos os fatores analisados os valores de F individuais e de suas interações, são inferiores ao F_c , configurando em uma hipótese nula, sugerindo que esses fatores não afetaram a variável resposta (massa);
- Análise dos valores de P observados para todos os fatores, são maiores que o nível de significância (α), evidenciando que não há provas suficientes para rejeitar a hipótese nula de que as médias dos parâmetros são todos iguais.

Análise de espectro de FTIR:

- As análises de FTIR evidenciaram a formação do polímero sugerido, o PGSu, uma vez que os espectros para as reações realizadas, apresentam picos característicos dos grupos funcionais existentes no mero do polímero;
- Além disso, em uma análise comparativa dos espectros de FTIR entre os reagentes (ácido succínico e glicerol), juntamente com o produto (PGSu), mostrou que ocorreu o deslocamento dos picos dos grupos funcionais (principalmente da ligação de carbonila) para todas as substâncias, evidenciando a formação do produto desejado.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS



Com a finalidade em dar continuidade ao estudo abordado:

- Polimerizar a glicerina com outros monômeros como sebacato e ácido maleico;
- Testar a glicerina bidestilada nas polimerizações;
- Fazer o planejamento experimental e escolher como parâmetro variável o tempo de reação e analisar a variável resposta.

REFERÊNCIAS

ALVARO, J. **Ácido Adípico: usado na fabricação do Nylon-6-6 e outros produtos.** Disponível em: <https://www.quimica.com.br/acido-adipico-usado-na-fabricacao-do-nylon-6-6-e-outros-produtos/>. Acesso em: 04 de set. 2023.

ALVARO, J. **Ácido Succínico: diferentes aplicações.** Disponível em: <https://www.quimica.com.br/acido-succinico-diferentes-aplicacoes/>. Acesso em: 10 jan. 2024.

BARROS, et al. **Transesterificação - Portal Embrapa.** Disponível em: <https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/tematicas/agroenergia/biodiesel/tecnologia/transesterificacao>. Acesso em: 8 jun. 2024

BERTINETTO, C., ENGEL, J., JANSEN. **ANOVA simultaneous component analysis: A tutorial review.** Analytica Chimica, v.06, p.100061, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.acax.2020.100061>. Acesso: 06 jul. 2024

BIODIESELBR. **Produção de biodiesel somou 6,43 milhões de m³ em 2020.** Disponível em: <https://www.biodieselbr.com/noticias/usinas/producao/producao-de-biodiesel-somou-6-43-milhoes-de-m-em-2020-290121>. Acesso em: 9 abr. 2023.

BLOGSPOT. **Sobre os vitrímeros, a cura pelo equilíbrio nas ligações (e desligações) moleculares, e suas vantagens em aplicações médicas ou reciclagem de polímeros.** Disponível em: <https://engenharia-quimica.blogspot.com/2020/12/sobre-os-vitrimeros-cura-pelo.html>. Acesso em: 2 jun. 2023.

BONA, E. **Introdução ao planejamento experimental.** Disponível em: http://paginapessoal.utfpr.edu.br/ebona/graduacao/ple39o-planejamento-experimental-1o-semester-de-2014/arquivos/Planejamento_experimental.pdf. Acesso em: 5 jun. 2024.

BREDA, F. **Monômero.** Disponível em: <https://www.portalsaofrancisco.com.br/quimica/monomero>. Acesso em: 9 abr. 2023.

BRIOUDE, M. M. et al. **EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DO ÁCIDO SUCCÍNICO NAS PROPRIEDADES DO POLI (GLICEROL CITRATO/SUCCINATO)**. Disponível em: <https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/43/087/43087953.pdf>. Acesso em: 10 jun. 2024.

CAI, M. et al. **A high-strength biodegradable thermoset polymer for internal fixation bone screws: Preparation, in vitro and in vivo evaluation**. Colloids and surfaces. B, Biointerfaces, v. 183, n. 110445, p. 110445, 2019.

CARNAHAN, M. A.; GRINSTAFF, M. W. **Synthesis and Characterization of Poly(glycerol-succinic acid) Dendrimers**. Macromolecules, v. 34, n. 22, p. 7648–7655, 2001.

C. C. LAU, M. K. BAYAZIT, J. C. KNOWLES, AND J. TANG. Polym. Chem. 2017, 8, 3947.

CORRÊA, E. **Gliceroquímica: valorização de um subproduto gerado pela produção de biodiesel**. Disponível em: <<https://repositorio.animaeducacao.com.br/items/e9f9e066-cc46-4ce1-90ad-50022ee3af62>>. Acesso em: 24 jun. 2024.

DE ARRAÚJO MEDEIRROS, M. et al. **POLIMERIZAÇÃO DO GLICEROL: UMA REAÇÃO SIMPLES E VERSÁTIL PARA PRODUIR DIFERENTES MATERIAIS A PARTIR DO CO-PRODUTO DO BIODIESEL**. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbpol/2009/PDF/632.pdf>>. Acesso em: 2 abr. 2024.

DURAK, R.; CIAK, B.; DURAK, T. **Highly efficient use of infrared spectroscopy (ATR-FTIR) to identify aphid species**. Biology, v. 11, n. 8, p. 1232, 2022.

GODINHO, B. et al. **Synthesis and Characterization of Poly(glycerol sebacate), Poly(glycerol succinate) and Poly(glycerol sebacate-co-succinate)**. Journal of polymers and the environment, 2024. Acesso em: 06 de maio. 2024.

GOMES, P. B. **Caracterização de materiais: uma abordagem das possibilidades de algumas técnicas instrumentais**. Disponível em: <https://www.ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/coqui/TCC/Monografia-TCC-Pedro_B_Gomes-20151.pdf>. Acesso em: 25 out. 2023.

GOTAQUÍMICA. **Tudo sobre Glicerina - Gotaquímica. Gotaquímica - Produtos Químicos - Guarulhos** - São Paulo Gotaquímica, 24 abr. 2021. Disponível em: <<https://gotaquimica.com.br/tudo-sobre-glicerina/>>. Acesso em: 17 maio. 2023.

HENSON R.N. **Analysis of Variance (ANOVA)**. An Encyclopedic Reference, v. 1, p. 477-481, 2015. Disponível em: https://www.mrc-cbu.cam.ac.uk/wp-content/uploads/www/sites/3/2015/03/Henson_EN_15_ANOVA.pdf. Acesso: 06 jul. 2024.

HU, G. H. **Reactive polymer processing: Fundamentals of REX**. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/B0080431526014467?via%3Dihub>. Acesso em: 27 set. 2023.

HSP. **Ácido succínico** CAS NO:110-15-6. Disponível em: <<http://pt.hsp-pharma.com/apis-and-intermediates/succinic-acid-cas-no-110-15-6.html>>. Acesso em: 8 jun. 2024.

Brain Mapping: An Encyclopedic Reference, vol. 1, pp. 477-481.

JÚNIOR, V. J. F., ARAUJO, A. S., VINHADO, F. S., & PIVESSO, P. R. **CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUO SÓLIDO FORMADO EM BIODIESEL DE SEBO BOVINO**. Química Nova, vol. 35, n. 10, pp. 1901 – 1906, 2012.

KOLBUK, D.; JEZNACH, O.; WRZECIONEK, M.; GADOMSKA-GAJADHUR, A. **Poly(Glycerol Succinate) as an Eco-Friendly Component of PLLA and PLCL Fibres towards Medical Applications**. Polymers 2020, 12, 1731. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym12081731>. Acesso: 04 jun. 2024.

LEITE, D. DE O.; PRADO, R. J. **Espectroscopia no infravermelho: uma apresentação para o Ensino Médio**. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 34, n. 2, p. 2504, 2012.

MELSCIENCE. **Polymerization and polycondensation reactions**. Disponível em: <<https://melscience.com/TW-en/articles/polymerization-and-polycondensation-reactions/>>. Acesso em: 8 jun. 2024.

METTLER-TOLEDO INTERNATIONAL INC. **Espectroscopia FTIR**. Disponível em: <https://www.mt.com/br/pt/home/applications/L1_AutoChem_Applications/ftir-spectroscopy.html>. Acesso em: 3 out. 2023.

MOTA, C. J. A.; SILVA, C. X. A. DA; GONÇALVES, V. L. C. **Gliceroquímica: novos produtos e processos a partir da glicerina de produção de biodiesel**. Química nova, v. 32, n. 3, p. 639–648, 2009.

NAKIOU, E.A.; LAZARIDOU, M.; POUROUTZIDOU, G.K.; MICHOPPOULOU, A.; TSAMESIDIS, I.; LIVERANI, L.; ARANGO-OSPINA, M.; BEKETOVA, A.; BOCCACCINI, A.R.; KONTONASAKI, E.; et al. **Poly(Glycerol Succinate) as Coating Material for 1393 Bioactive Glass Porous Scaffolds for Tissue Engineering Applications**. Polymers 2022, 14, 5028. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym14225028>. Acesso: 04 jun. 2024.

NEPOMUCENO, N. **Desenvolvimento de adesivos à base de polímeros de glicerol reforçados com nanowhiskers de celulose**. Disponível em: <https://repositorio.ufpb.br/jspui/bitstream/123456789/24835/1/TCC%20Neymara%20C%20Nepomuceno_Vers%C3%A3o%20Final.pdf>. Acesso em: 6 maio. 2024.

NETO, B. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como Fazer Experimentos - 4.ed.: Pesquisa e Desenvolvimento na Ciência e na Indústria**. [s.l.] Bookman Editora, 2010.

PEREZ; RAMOS, M; Sérgio. **Potencial aproveitamento da glicerina gerada na cadeia produtiva do biodiesel - Ubrabio**. 20 fev. 2020. Disponível em: <https://ubrablo.com.br/2020/02/20/potencial-aproveitamento-da-glicerina-gerada-na-cadeia-produtiva-do-biodiesel/>. Acesso em: 6 maio 2023.

QUEVEDO, R. **Técnicas de Química analítica**. Disponível em: <<https://www.infoescola.com/quimica/quimica-analitica/>>. Acesso em: 25 out. 2023.

Q. Z. Chen et al. *Biomaterials*. 2008, 29, 47.

ROCHA, K. DA; BACELAR JUNIOR, A. J. A J. ANOVA medidas repetidas e seus pressupostos: análise passo a passo de um experimento. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia - ISSN 1984-5693**, v. 10, p. 139. 29, 2018.

ROSARIO, D. **OBTENÇÃO DE VITRÍMEROS A PARTIR DE GLICEROL**. 2017. 39 p. TCC — Faculdade Senai Cetiqt, Rio de Janeiro, 2017.

SIGMAALDRICH. **O que é espectroscopia?** Disponível em: <<https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/technical-documents/technical-article/analytical-chemistry/photometry-and-reflectometry/ftir-spectroscopy>>. Acesso em: 25 out. 2023.

SILVA, F. **Polímeros**. 2015. Disponível em: <https://www.docsity.com/pt/polimeros-52/4765452/>. Acesso em: 26 set. 2023.

SOUZA, B. F. B., BAQUETA, M. R., CIRCUNVIS, B. C., MARÇO, P. H., & TANAMATI, A. A. C.. **Utilização de argila residual recuperada como meio adsorvente de óleo de fritura para produção de Biodiesel**. Evidência, Joaçaba vol.19, n.2, pp. 203 – 224, 2019.

SPEROHOPE. **ÁCIDO SUCCÍNICO: ESTRUTURA, PROPRIEDADES, PRODUÇÃO, USOS - QUÍMICA - 2023**. Disponível em: <<https://sperohope.com/cido-succ-nico-estructura>>. Acesso em: 28 jul. 2023.

SKOOG, D. A. **Principios de analisis instrumental - 5b: Edicion**. [s.l.] McGraw-Hill Companies, 2001.

THPANORAMA. **Monómeros, tipos e exemplos característicos**. Disponível em: <<https://pt.thpanorama.com/blog/ciencia/monmeros-caractersticas-tipos-y-ejemplos.html>>. Acesso em: 9 abr. 2023.

VIEIRA, G. **Análise DSC: como é feita e sua importância na indústria**. Disponível em: <<https://c2lab.com.br/analise-dsc-como-e-feita-e-sua-importancia-na-industria/>>. Acesso em: 4 out. 2023.

X. Li, A. T.-L. Hong, N. Naskar, and H. Chung. *Biomacromolecules*. 2015, 16, 1533.

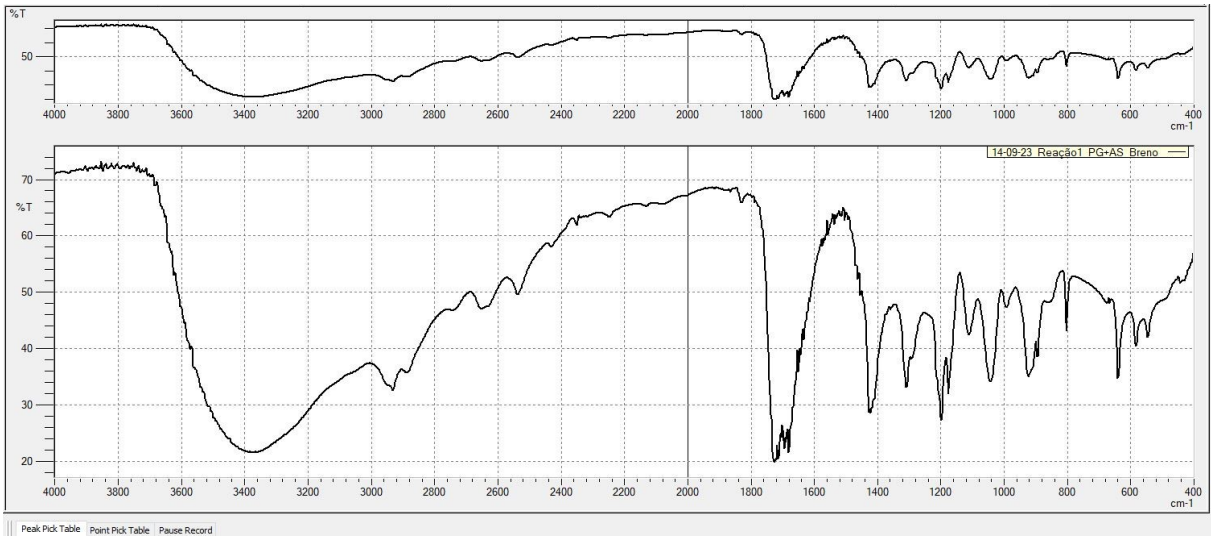
Y. Wang, G. A. Ameer, B. J. Sheppard, and R. Langer. *Nat. Biotechnol.* 2002, 20, 602

ZABIHI, F. et al. **One-pot synthesis of poly(glycerol-co-succinic acid) nanogels for dermal delivery**. *Biomacromolecules*, v. 20, n. 5, p. 1867–1875, 2019.

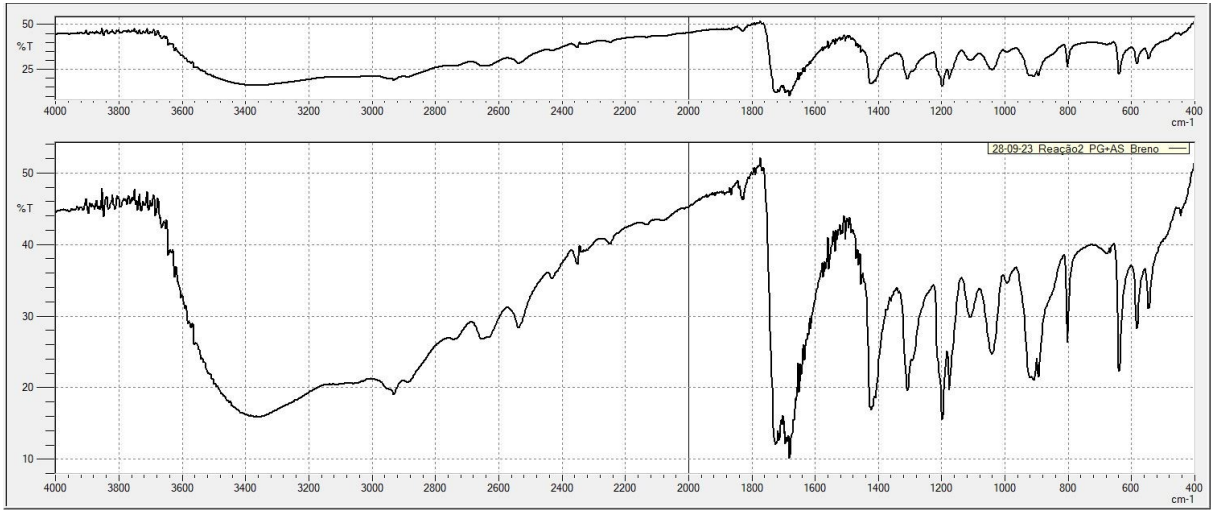


APÊNDICE: ANÁLISE DE FTIR DAS REAÇÕES EM DUPLICATA

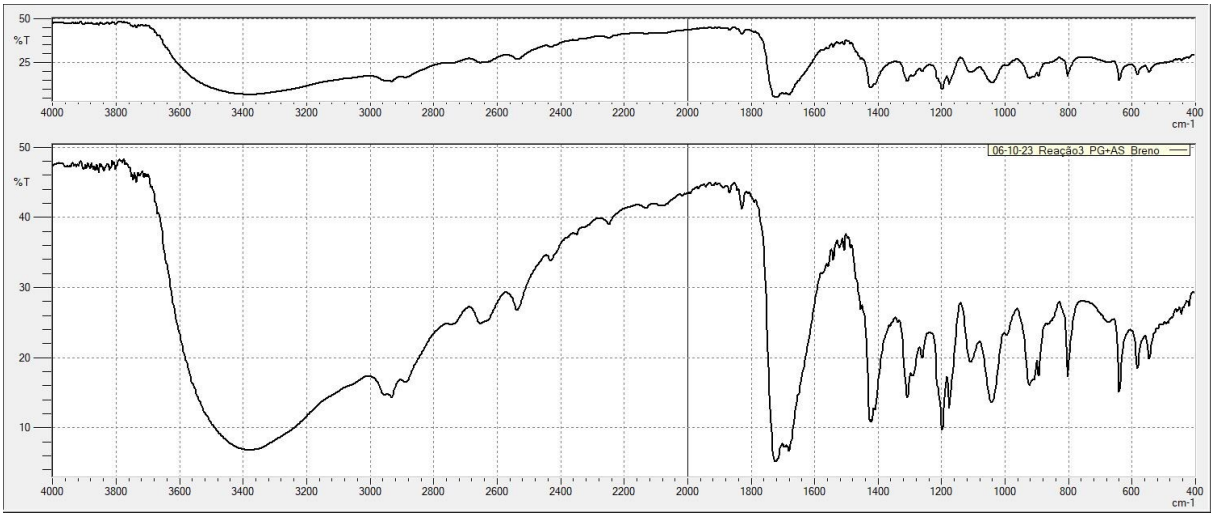
FTIR REAÇÃO 1



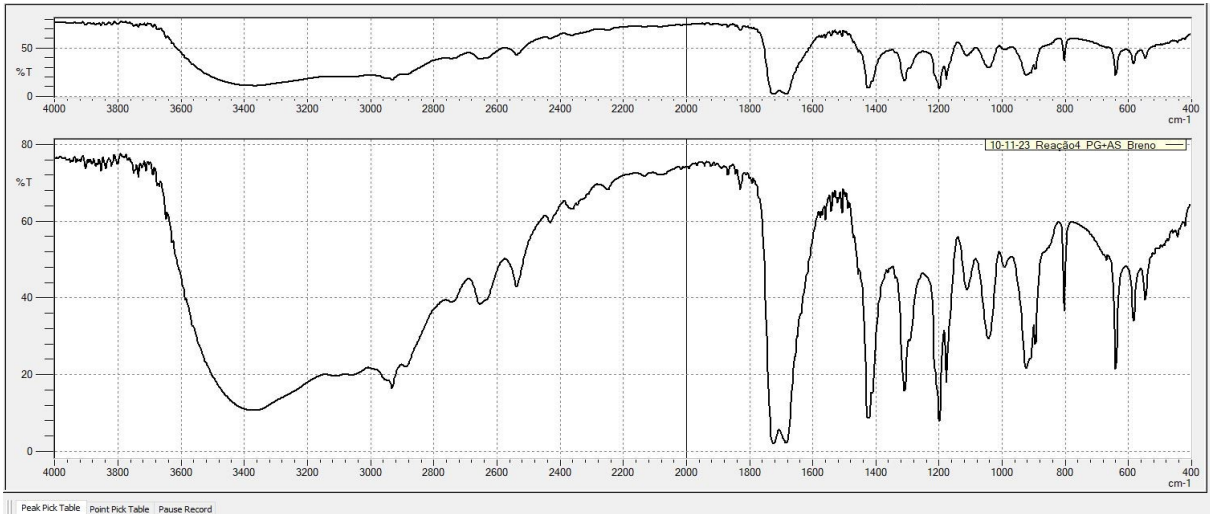
FTIR REAÇÃO 2



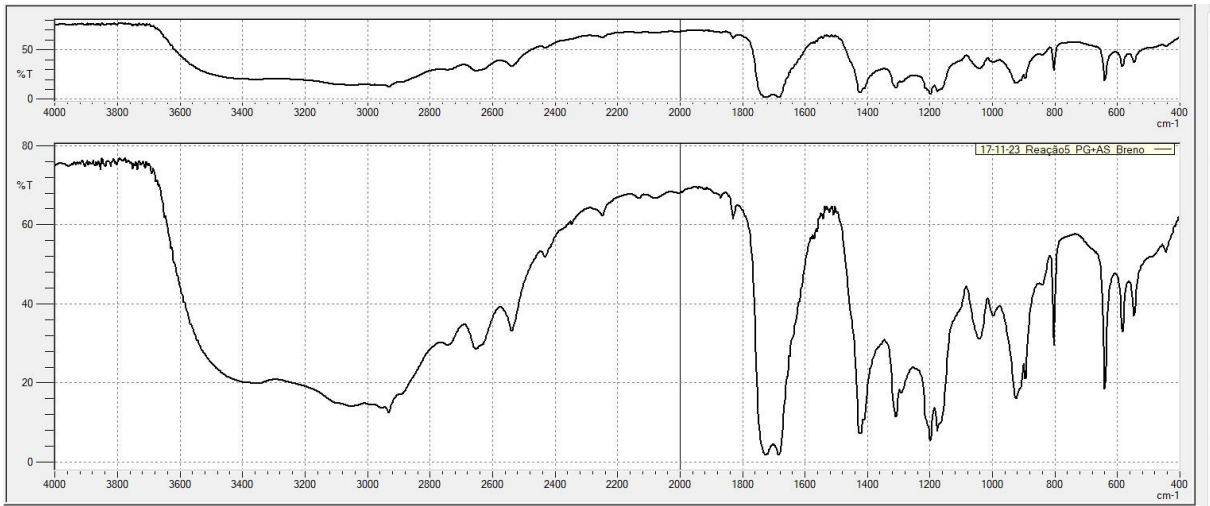
FTIR REAÇÃO 3



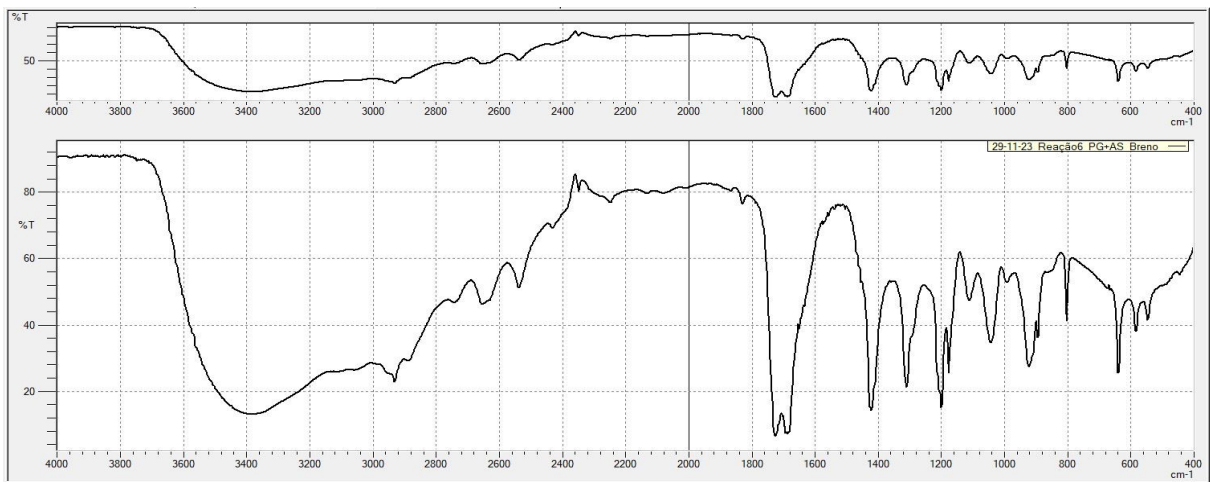
FTIR REAÇÃO 4



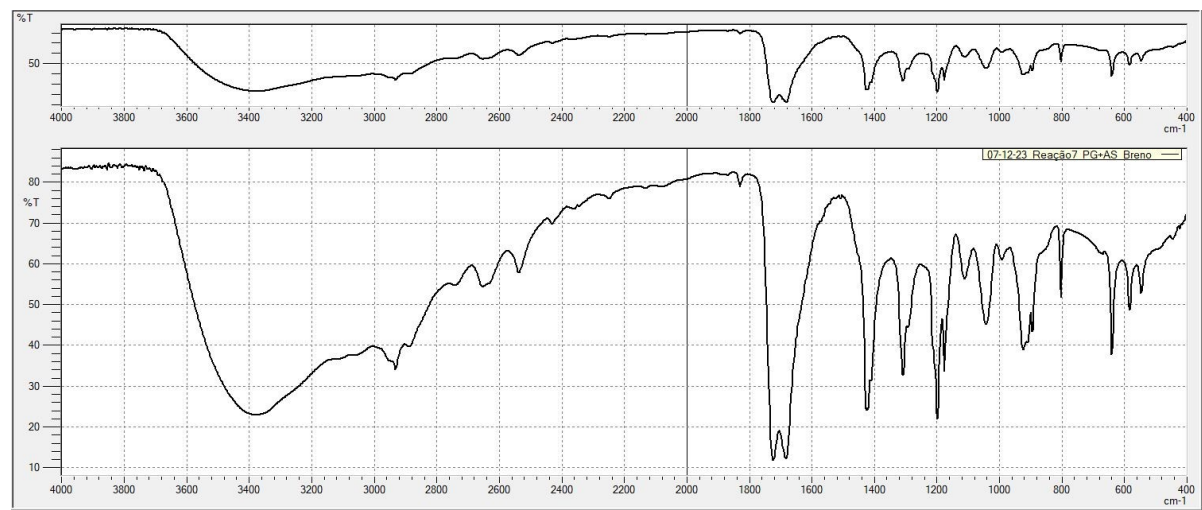
FTIR REAÇÃO 5



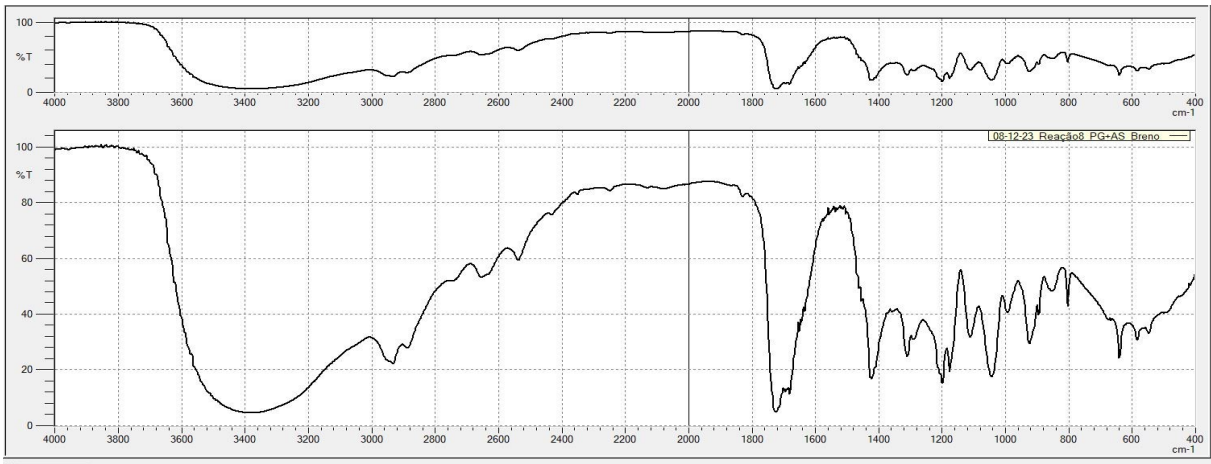
FTIR REAÇÃO 6



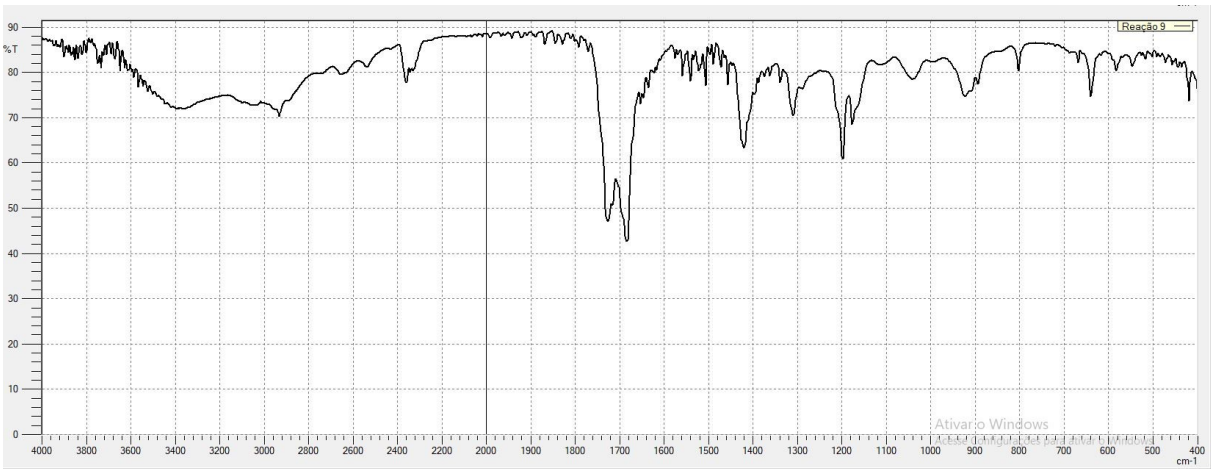
FTIR REAÇÃO 7



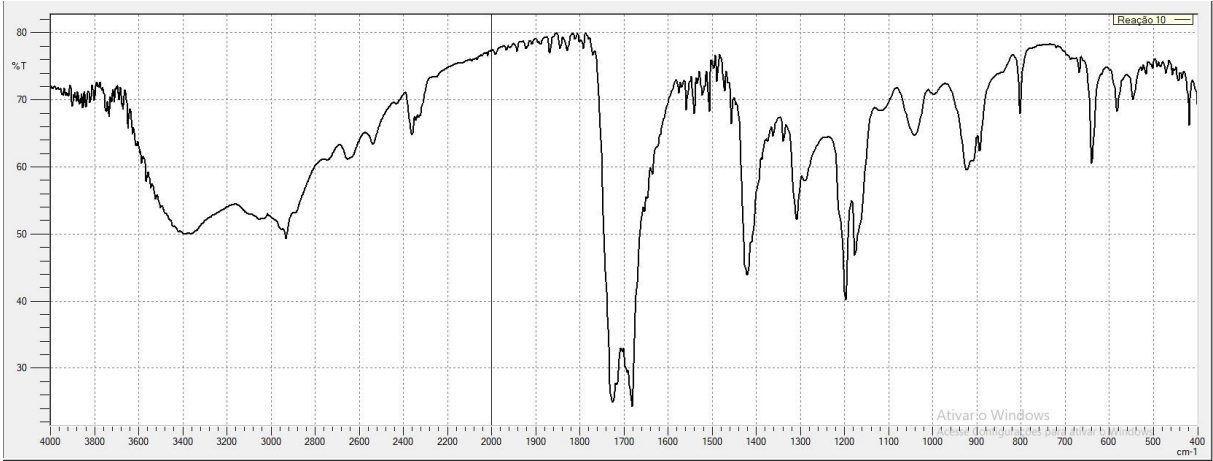
FTIR REAÇÃO 8



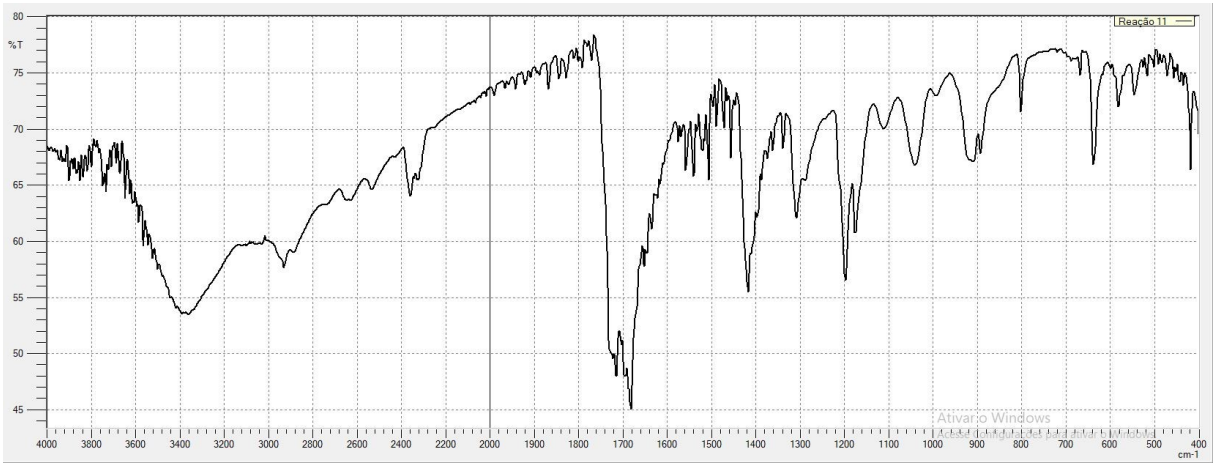
FTIR REAÇÃO 9



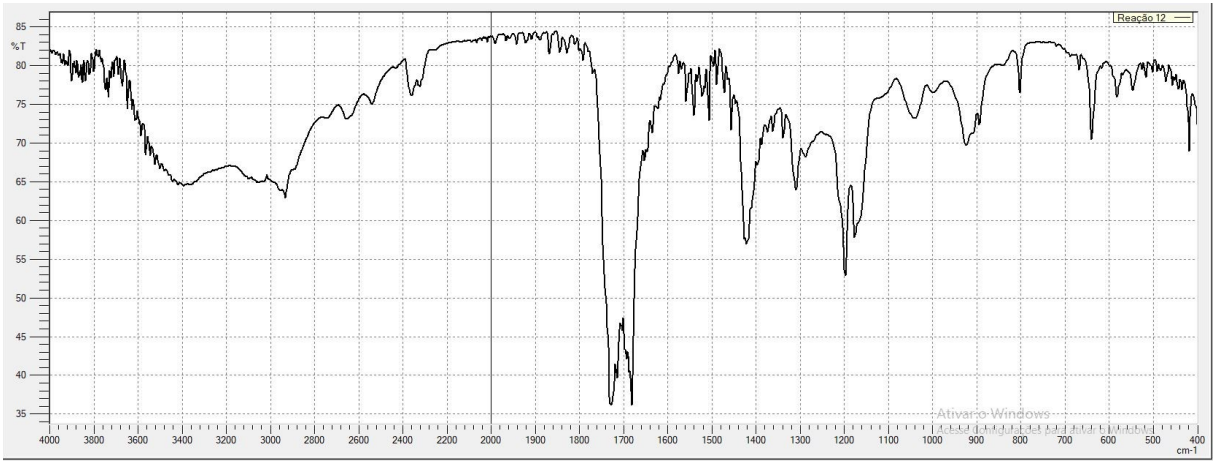
FTIR REAÇÃO 10



FTIR REAÇÃO 11



FTIR REAÇÃO 12



Protocolo de assinaturas

Documento

Nome do envelope: TCC Brenno Mendes

Autor: Leticia Quinello Pereira - lquinello@cetiqt.senai.br

Status: Finalizado

Hash: 24-80-F8-51-9F-77-F4-21-FE-3D-EC-7F-3F-AD-0D-F2-48-5B-AC-3D

Hash SHA256: 929227fc0a3b670f145bb9fbc3fb45c132bdb05a6892d1939513f0df625313d5

Assinaturas

Nome: Leticia Quinello Pereira - **CPF/CNPJ:** 055.645.077-97 - **Cargo:** Professor

E-mail: lquinello@cetiqt.senai.br - **Data:** 28/06/2024 08:53:48

Status: Assinado eletronicamente

Tipo de Autenticação: Utilizando login e senha, pessoal e intransferível

IP: 187.67.33.123 - **IPV6:** 2804:14d:5c71:8fbc:e886:b3b8:b834:59c5

Geolocalização: -22.807065636468018, -43.207619408880234

Nome: André Luiz Carneiro Simões - **CPF/CNPJ:** 076.185.667-63

E-mail: alsimoes@cetiqt.senai.br - **Data:** 28/06/2024 08:55:57

Status: Assinado eletronicamente como anuente

Tipo de Autenticação: Utilizando validação de código enviado por e-mail

Visualizado em: 28/06/2024 08:55:36 - **Leitura completa em:** 28/06/2024 08:55:53

IP: 177.47.105.2

Geolocalização: Indisponível ou compartilhamento não autorizado pelo assinante

Nome: Flavia Duta Pimenta - **CPF/CNPJ:** 038.591.157-23

E-mail: fpduta@hotmail.com - **Data:** 28/06/2024 16:11:58

Status: Assinado eletronicamente como anuente

Tipo de Autenticação: Utilizando validação de código enviado por e-mail

Visualizado em: 28/06/2024 09:03:58 - **Leitura completa em:** 28/06/2024 16:08:02

IP: 189.94.38.87

Geolocalização: -23.0260367, -43.4902746

Nome: Rafael da Silva Araujo - **CPF/CNPJ:** 078.943.367-26

E-mail: rsaraujo@cetiqt.senai.br - **Data:** 29/06/2024 11:32:26

Status: Assinado eletronicamente como anuente

Tipo de Autenticação: Utilizando validação de código enviado por e-mail

Visualizado em: 29/06/2024 11:31:59 - **Leitura completa em:** 29/06/2024 11:32:22

IP: 201.17.122.53 - **IPV6:** 2804:14d:5cd3:837a:f5a4:12da:bd8e:ac5a

Geolocalização: -22.9206074, -43.2656951

Autenticidade

Para verificar a autenticidade do documento, escaneie o QR Code ou acesse o link abaixo:

<https://totvssign.totvs.app/webapptotvssign/#/verify/search?codigo=24-80-F8-51-9F-77-F4-21-FE-3D-EC-7F-3F-AD-0D-F2-48-5B-AC-3D>

Código HASH: 24-80-F8-51-9F-77-F4-21-FE-3D-EC-7F-3F-AD-0D-F2-48-5B-AC-3D

