

resultado, foi obtido quando o sistema insaturado furano-furona foi tratado em microondas com quantidades catalíticas de *p*-tsOH adsorvido em sílica. Por outro lado, a reação com $\text{Ph}_3\text{P/CBr}_4$, levou a um derivado halohidrina interessante. Sobre o tratamento com os ac de Lewis CuSO_4 e FeCl_3 , o sistema se manteve intacto.

Ácido quínico - Reações em microondas - Estiril-lactonas

E271

SÍNTESE DE HIDROXIAMIDAS SELETIVAMENTE PROTEGIDAS: REAÇÃO EM MICROONDAS

Carlos A. Caressato Jr. e Profa. Dra. Lúcia Helena Brito Baptistella (Orientadora), Instituto de Química - IQ, UNICAMP

O ácido quínico, encontrado na maioria das plantas e isolado em alto grau de pureza enantiomérica, tem-se mostrado útil como material de partida para síntese estereocontrolada de substâncias naturais e compostos relacionados. Ele vem sendo utilizado em nosso laboratório há algum tempo, com a finalidade de se produzir moléculas biologicamente ativas que atuem como inibidores de enzimas e agentes antitumorais. Recentemente, apresentamos alguns resultados preliminares para a transformação do ácido quínico em sistemas γ -lactâmicos fundidos, visando a formação de intermediários de peptídeo miméticos conformacionalmente restritos. Neste trabalho, descrevemos a preparação de um derivado seletivamente protegido, utilizando reações de síntese ativadas por microondas. Assim, reação em microondas, a 300-350 W, entre um derivado acetal diacetilado e solução HOAc 75% forneceu, em 2 minutos, o produto esperado de desproteção do acetal (65%). Com o aumento do tempo de reação para 4 min ou mais, houve formação de outro produto, muito próximo por CCD ao diol. Após identificação espectroscópica, este foi identificado como o derivado 1,4-diol, com rendimento de 50%. Estes resultados indicam uma lenta migração intramolecular do grupo acila após a hidrólise do acetal. Este intermediário é interessante em novas aplicações sintéticas do ácido quínico.

Ácido quínico - Reações em microondas - Acetilações seletivas

E272

FORMAÇÃO DE TETRAIDROFURANOS SESQUITERPÊNICOS ALTAMENTE SUBSTITUÍDOS

Lucas Drezza Hardy (Bolsista PIBIC/CNPq) e Profa. Dra. Lúcia Helena Brito Baptistella (Orientadora), Instituto de Química - IQ, UNICAMP

Por anos, a preparação de heterociclos oxigenados altamente substituídos tem atraído considerável atenção dos químicos orgânicos, em especial as

sínteses de estruturas complexas de tetraidrofuranos e tetraidropiranos, importantes sistemas em processos biológicos. O α -(-)-bisabolol, um sesquiterpeno natural, apresenta em sua estrutura um grupo hidroxila duplamente γ,δ -insaturado e pode ser considerado um substrato interessante para a preparação desses fragmentos. Assim, foram exploradas rotas para a síntese de heterociclos a partir do bisabolol pela ativação de suas hidroxí olefinas por eletrófilos. Inicialmente, o iodo foi escolhido como eletrófilo e após uma reação bastante rápida (I_2 , NaHCO_3 , éter etílico:água, 0°C), uma mistura inseparável de produtos iodados foi isolada. Análise espectroscópica indicou formação majoritária dos diastereoisômeros tetraidrofurânicos (1:1,2), junto a uma pequena quantidade (9:1) de um derivado tetraidropirânico. Objetivando estender o potencial sintético destes esqueletos, a mistura foi submetida a tratamento para eliminação (DBU, THF, ta). Pelos produtos isolados, propôs-se um intermediário alquilideno que levou à formação de um derivado hemicetal tetraidrofurânico e a um outro produto, identificado como um tetraidrofurano tricíclico em ponte. Neste caso também foi possível o isolamento do tetraidropirano anteriormente formado.

Tetraidrofuranos - Alquilideno - α -(-)-bisabolol

E273

CALIBRAÇÃO MULTIVARIADA E ANÁLISE EXPLORATÓRIA DOS ISÔMEROS DO XILENO

Daniilo Santos Ortiz (Bolsista PIBIC/CNPq) e Profa. Dra. Márcia Miguel Castro Ferreira (Orientadora), Instituto de Química - IQ, UNICAMP

Da necessidade de extrair as informações relevantes a um conjunto de dados, desenvolveu-se a quimiometria, nova área da química que utiliza a estatística multivariada na interpretação de dados. Este trabalho dedicou-se ao estudo da quimiometria, pela sua aplicação e interpretação, sendo que este estudo se deu da seguinte forma: simulação de misturas dos isômeros do xileno utilizando planejamento fatorial, elaborando as matrizes de dados de espectros de massas dos compostos em estudo extraídos de bancos de dados, construção e comparação de modelos de calibração multivariada (NIPALSPLS, SIMPLS, PCR) na determinação do teor dos compostos em misturas simuladas. Os modelos portaram-se bem, separando os isômeros, antes não separados pela espectroscopia de massas e fazendo previsões para novos conjuntos de dados, assim como a análise exploratória, que pode ser usada tanto na separação de padrões quanto na identificação de outlier. Conclui-se que os métodos quimiométricos são em geral boas ferramentas de análise, uma vez que, análises antes impossível tornaram-se possíveis com estes métodos. Contudo esta deve ser mantida em estudos, uma vez que alguns

algoritmos utilizados não foram totalmente entendidos, como o PLS.

Calibração Multivariada - Análise Exploratória - Simulação

E274

AValiação DA EFICIÊNCIA DA DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS DE FITOTERÁPICOS COM O EMPREGO DE MINI-FRASCOS PARA A DETERMINAÇÃO DE Cd

Marcel Luis Brancalion (Bolsista FAPESP) e Prof. Dr. Marco Aurélio Zezzi Arruda (Orientador), Instituto de Química - IQ, UNICAMP

O tratamento de amostras tem fundamental importância em análises químicas, já que esta etapa é fonte de erros e sua eficiência esta relacionada ao tempo de análise, à qualidade e à confiabilidade dos resultados obtidos. Assim, esse trabalho visou a decomposição de amostras fitoterápicas com mini-frascos de polipropileno-PP aquecidos por microondas (MW) e posterior determinação de Cd. Foram avaliados diversos parâmetros: massa de amostra, proporção dos oxidantes ($\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$), tempo de aquecimento, potência da radiação MW na otimização das condições de decomposição no forno de MW tipo cavidade. Desta forma, determinou-se por análise elementar-CHN a % de C residual nas amostras, a qual variou entre 0,2 e 0,5, comprovando a eficiência do processo de decomposição. O teor de Cd ($0,00\text{-}0,80 \mu\text{g L}^{-1}$) foi determinado por espectrometria atômica (TS-FF-AAS), e as amostras avaliadas foram: cavalinha, levedo de cerveja, espinheira santa, quebra-pedra e o material certificado "bovine liver" (BCR 1577b). A decomposição dos fitoterápicos por MW com o emprego dos mini-frascos se demonstrou eficiente, rápida (ca. 2 min), com resultados analíticos confiáveis (adição de analito), e se aproximou da idéia do "frasco único". Desta forma, foi possível o trabalho com amostras em pequenas quantidades (5 mg), com pouco gasto de reagentes (400 μL) e, ainda, a quantidade de frascos no interior do forno de MW foi incrementada de 4 vezes.

Mini-frascos - Microondas - Fitoterápicos

E275

TRATAMENTO SUPERFICIAL DE FIBRAS CURAUÁ PARA REFORÇO DE COMPÓSITOS COM POLÍMEROS

Karen K. G. Femoselli (Bolsista FAPESP), Dra. Márcia A. Silva Spinacé (Co-orientadora) e Prof. Dr. Marco-A. De Paoli (Orientador), Instituto de Química – IQ, UNICAMP, Msc. Carlos L. Salles (Colaborador), Instituto de Física "Gleb Wataghin" – IFGW, UNICAMP

A utilização de fibras naturais como reforço em compósitos com matrizes poliméricas é crescente, devido sua biodegradabilidade, menores custo,

densidade e abrasão aos equipamentos de processamento. No entanto, as fibras naturais possuem uma fraca adesão na interface fibra-matriz polimérica, devido à natureza hidrofílica da fibra e hidrofóbica do polímero. Neste trabalho modificou-se a superfície da fibra de Curauá (*Ananas lucidus Miller*) através de lavagem com água quente, com solução de hipoclorito de sódio ou com plasma frio, a fim de aumentar sua adesão com a matriz polimérica e posteriormente obter compósitos poliméricos por extrusão. Os tratamentos superficiais não interferiram na estrutura química, densidade ou estabilidade térmica das fibras, apenas aumentaram a rugosidade superficial e diminuíram o teor de umidade, o que deverá aumentar a adesão com a matriz polimérica. A lavagem das fibras com água promoveu uma diminuição dos valores de tensão na ruptura e módulo de rigidez. O tratamento com plasma ocorre em uma única etapa e não gera resíduo. A fibra de Curauá apresentou propriedades mecânicas específicas comparáveis à fibra de vidro, com a vantagem de possuir menor densidade e custo cerca de cinco vezes menor. Ela é uma alternativa econômica e ambientalmente viável como agente de reforço em compósitos poliméricos.

Fibra natural - Fibra Curauá - Tratamento superficial

E276

RECICLAGEM DE MISTURAS DE BORRACHA DE PNEU MOÍDA E POLI(TEREFTALATO DE ETILENO) (PET) PÓS-CONSUMO

Sara Estevão Cobra, Dra. Márcia A. Silva Spinacé (Co-Orientadora) e Prof. Dr. Marco-A. De Paoli (Orientador), Instituto de Química - IQ, UNICAMP

Em 1999 foi criada a Resolução 258 do CONAMA a qual define que os fabricantes e importadores de pneus no Brasil devem dar uma destinação ambientalmente correta para o rejeito de pneu. O Brasil produz 35 milhões de pneus/ano, onde a maior parte deles vão parar em lixões gerando um grave problema ambiental. O PET também é descartado de forma incorreta. O PET pós-consumo (PETpc) foi separado do resíduo sólido municipal, lavado, moído e seco e obtido na forma de flocos. A borracha de pneu (BP) também é separada dos outros componentes do pneu e moída. Foram obtidas misturas de PETpc com até 20 % massa de BP por mistura mecânica. Posteriormente foram confeccionadas placas por termoformagem que foram utilizadas para realização de caracterização térmica (medidas de calorimetria diferencial de varredura e análise termogravimétrica), mecânica (ensaios de tração). Através das análises térmicas e mecânicas foi possível verificar que tanto as transições de fase quanto o módulo de rigidez e tensão na força máxima do PETpc não variam em função da incorporação da BP. Concluindo, o material obtido pode ser utilizado em aplicações na área automotiva, construção civil ou em