



Biomatter

P & D e Inovação de Biomateriais

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO TETRANITRATO DE PENTAERITRITOL (PETN)

Lisboa CM*, Dias PSJR, Paz LR, Broquá JS, e Pighinelli L.

Professor Orientador: Dr. Eng Luciano Pighinelli

Universidade Luterana do Brasil – Laboratório Biomatter

E-mails: claudiosbau@hotmail.com; pighinelli@gmail.com

INTRODUÇÃO

O tetranitrato de pentaeritritol (PETN) é um composto de estrutura cristalina, considerado um alto-explosivo que tem sido amplamente estudado por suas propriedades químicas e mecânicas. Possui alta resistência química, sendo o mais estável dos ésteres de nitrato, e baixa sensibilidade a forças mecânicas. A alta temperatura de detonação provém da grande quantidade de oxigênio, baixa pressão de vapor e, consequentemente, baixa dispersão no ambiente. A estabilidade térmica do PETN pode ser afetada por fatores como o tamanho de partícula e instabilidades na rede cristalina. A redução de tamanho do cristal para escala micro, permite correções de problemas de instabilidade. [1,2] Por ser um explosivo de alta performance, o PETN é amplamente utilizado para fins militares, como explosivo secundário de detonadores. Na área de saúde, ésteres de nitrato são utilizados como vasodilatadores em fármacos. Os depósitos acumulados nas paredes internas das artérias do coração leva à sua constrição de modo que os músculos do coração são sobrecarregados com sangue. Esta enfermidade, chamada de doença arterial coronariana-DAC, até agora não tem cura e leva a ataques cardíacos fatais. No entanto, existem vários medicamentos, como nitro preparações (Nitroglicerina ou PETN) que servem para reduzir seus sintomas.[3]

OBJETIVOS

Este trabalho visa sintetizar o PETN pela rota de nitratação do pentaeritritol, caracterizar o produto da nitratação e determinação do rendimento de reação afim de aplicar na área da saúde como vasodilatador.

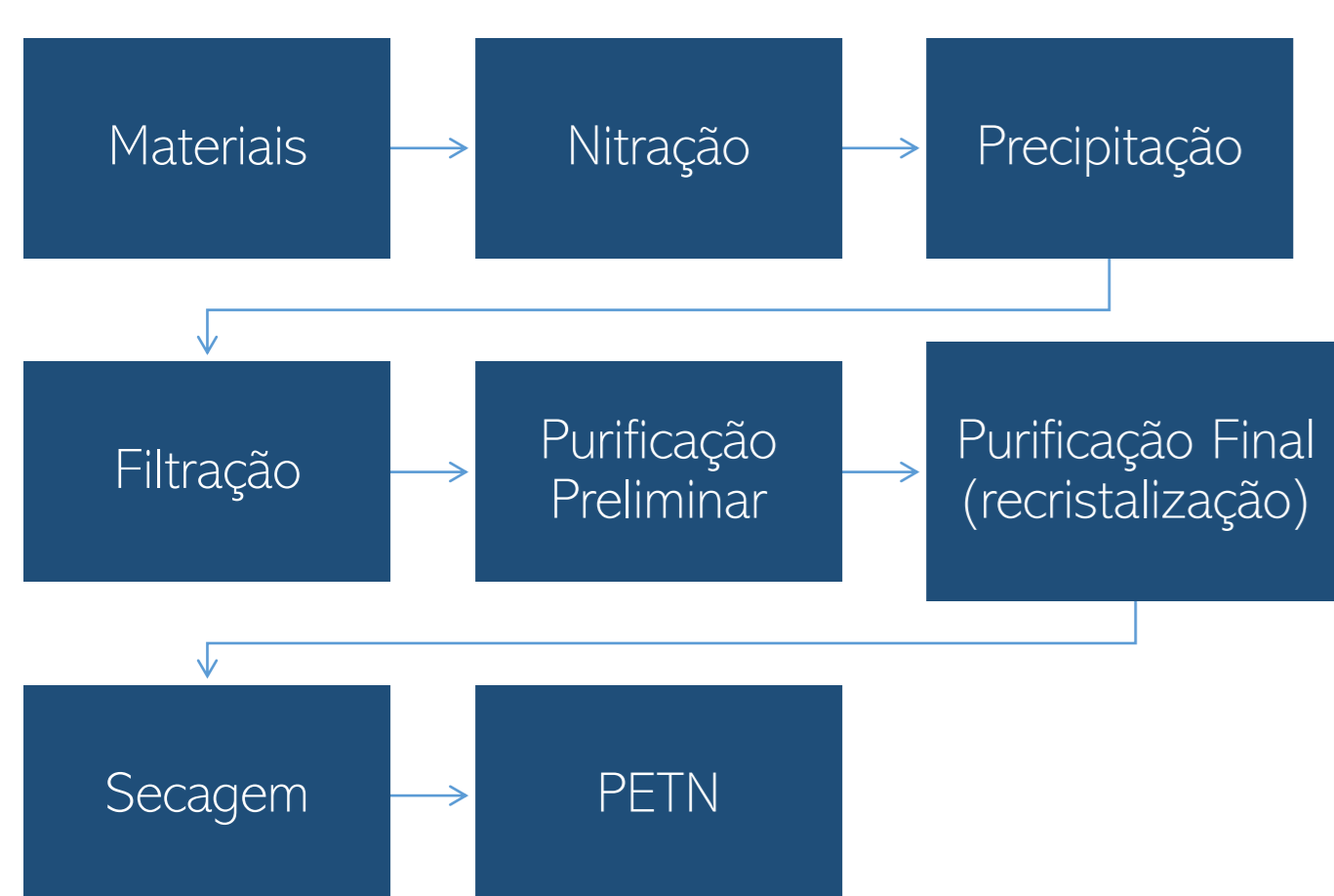
MATERIAIS

- Ácido nítrico 99,5 % - Química Moderna
- Monopentaeritritol – Triac Sul Indústrias
- Carbonato de sódio P.A.- Synth
- Acetona P.M. 58,08 – Éxodo Científica
- NaCl
- Gelo

MÉTODOS

A rota de síntese do PETN adotada neste trabalho foi via ácido nítrico fumegante 99,5% P.A., de forma descontínua em duas etapas principais: nitratação do pentaeritritol e precipitação do PETN. A primeira etapa da síntese do PETN é feita pela reação de esterificação do álcool monopentaeritritol (PE) com o ácido nítrico (HNO₃), esta, preparada sob baixas temperaturas em um banho gelado (água, gelo e sal), devido à reação ser altamente exotérmica. Sendo que a temperatura de segurança é de, no máximo, 30°C. Durante a reação, sob constante agitação manual e controle de temperatura, quatro grupos hidroxila são transformados em quatro grupos éster nitrato. O excesso de ácido é necessário para garantir a dissolução total do explosivo e a nitratação completa do PE. Caso contrário, aparecem os compostos dinitrato e trinitrato de pentaeritritol, ocasionando a redução do ponto de fusão. A etapa de precipitação é realizada em água deionizada gelada, seguido de decantação para a deposição dos cristais de modo a facilitar a filtração do produto. A desacidificação do explosivo é realizada com uma solução de carbonato de cálcio (Na₂CO₃), e por último é feita a solubilização do composto, para eliminar impurezas, em solução de acetona a 50°C, com posterior filtragem e secagem do produto em estufa. [4]

Fluxograma do processo

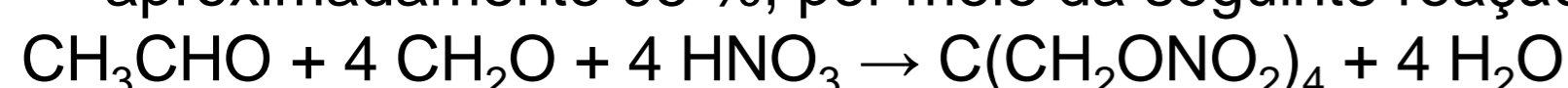


Fonte de imagem: Biomatter

RESULTADOS

RENDIMENTO TEÓRICO

A reação de nitratação do PETN através da ação direta do ácido nítrico concentrado sobre o pentaeritritol, segundo a literatura, gera um rendimento de aproximadamente 95 %, por meio da seguinte reação:



Pela estequiometria, 100 kg de PE produzirão 232,5 kg de PETN: $316/136 \times 100 = 232,5 \text{ Kg}$

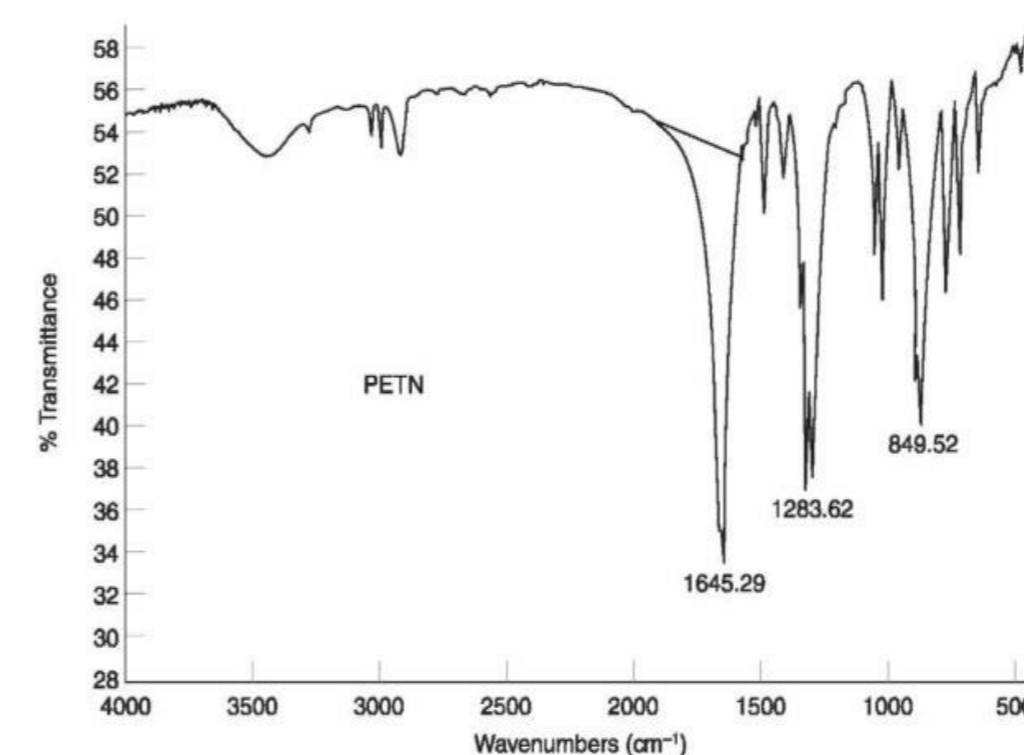
RENDIMENTO PRÁTICO

10 g de Pentaeritritol resultam:

22,5 g de PETN (bruta) – Rendimento $(22,5/23,25) \times 100 = 96,8 \%$

21,7 g de PETN (purificada) – Rendimento $(21,7/23,25) \times 100 = 93,4 \%$

Foi realizada análise de Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier. Esta técnica de caracterização nos fornece informações importantes, como frequências precisas dos espectros vibracionais, composição química, estrutural e a presença dos grupos funcionais do PETN. O método de ensaio e procedimentos para obter os espectros das amostras de PETN foi por meio de pastilha de brometo de potássio (KBr), que são aplicadas geralmente em amostras sólidas na forma de pó.



Fonte: what-whenhow.com/forensic-sciences/analysis/

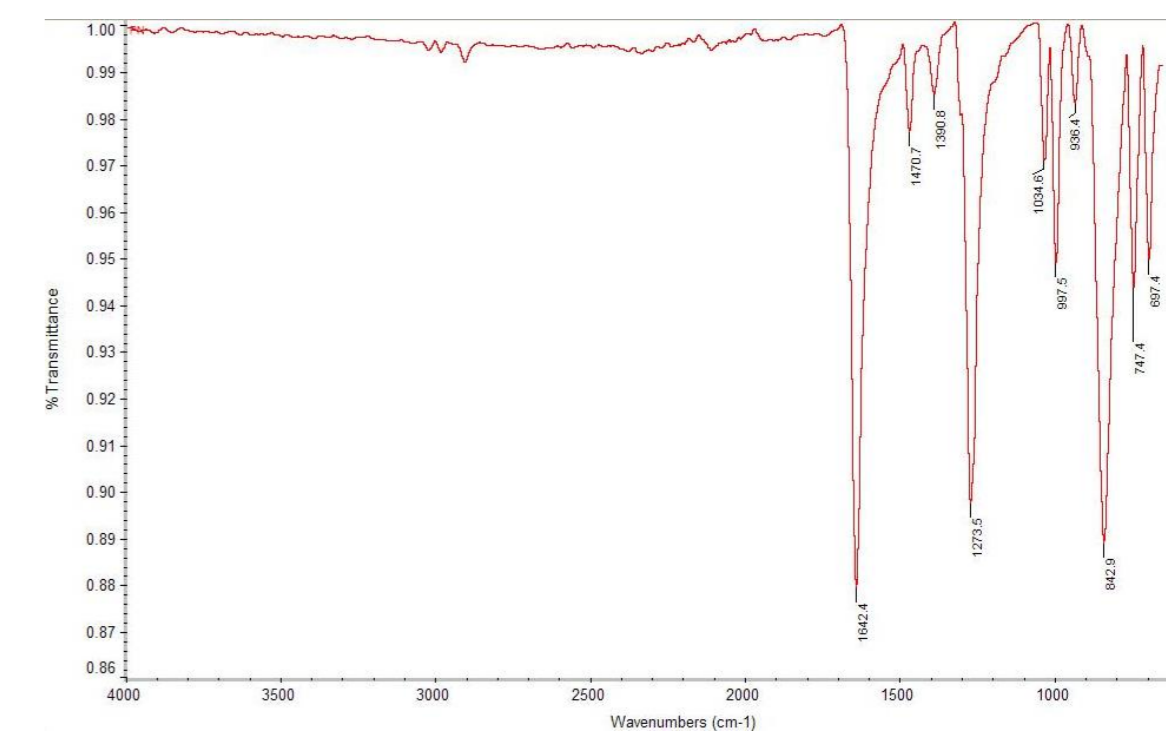


Figura 1: Espectro de FTIR do PETN (4000-500 cm⁻¹).

As vibrações de alongamentos, simétrica e assimétrica, do grupo nitro (NO₂) dão origem a duas bandas de absorção distintas. Essas vibrações de estiramento de -NO₂ em ésteres de nitrato aparecem em 1285-1270 cm⁻¹ e 1660-1640 cm⁻¹, que são características do grupo funcional que pode ser visto no infravermelho do PETN. A transição que ocorre entre esses dois níveis de energia é pela absorção de radiação de radiofrequência (IR), chamada de ressonância. Os picos observados foram consistentes pelo espectro de infravermelho, com algumas pequenas variações nas taxas de picos. As posições dos picos foram encontradas quando comparados com estudos anteriores da metodologia.

CONCLUSÕES

O explosivo sintetizado se provou ser efetivo, com rendimentos acima do mencionado na literatura, que em média é de 95%, obtendo quantidades de 96,8 % (bruta) e 93,4% (purificada). De forma geral, a síntese elaborada demonstrou ser um sucesso. Pretendemos com os resultados obtidos da síntese, obter PETN purificado sob maiores quantidades. O PETN, uma preparação nitro, é aplicado como vasodilatador em casos de doença arterial coronariana (DAC) para aliviar os seus sintomas. A DAC é causada por depósitos acumulados nas paredes internas das artérias do coração. Sabendo que, os efeitos colaterais de uma terapia com nitratos clássicos são dores de cabeça significativas, também a tolerância do corpo humano em evoluir contra as nitro-preparações. As preparações de PETN induzem menos dores de cabeça e não causam tolerâncias do que os medicamentos nitros clássicos.

REFERÊNCIAS

- [1] LÓPEZ-LÓPEZ, M. and GARCÍA-RUIZ, C. (2014) 'Infrared and Raman spectroscopy techniques applied to identification of explosives', *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 54, pp. 36–44. doi: 10.1016/j.trac.2013.10.011.
- [2] ZHUANG, L., GUI, L. and GILLHAM, R. W. (2008) 'Degradation of pentaerythritol tetranitrate (PETN) by granular iron', *Environmental Science and Technology*, 42(12), pp. 4534–4539. doi: 10.1021/es7029703.
- [3] MOHAN, T. *et al.* (2017) 'Characterization and Performance Evaluation of Recrystallised Micro PETN', 14(1), pp. 43–46.
- [4] ALAN, S. (2017) 'Explosive Synthesis and Formulation Conventional Explosives Scott Kinkead, Ph. D.', pp. 1–19.