SÍNTESE DE URÉIA ENRIQUECIDA COM O ISÓTOPO ^{13}C E/OU ^{15}N

Carlos Roberto Sant'Ana Filho^{1*} (PG), José Albertino Bendassolli¹ (PQ), Laila Facin¹ (IC), Alessandra L. R. M. Rossete (PQ), Clelber Vieira Prestes¹ (TC). santana@cena.usp.br

¹Laboratório de Isótopos Estáveis (LIE) Centro de Energia Nuclear na Agricultura – Universidade de São Paulo CENA/USP Av. Centenário, 303 Piracicaba, SP 13400-970 CP. 96

Palavras Chave: síntese, uréia, compostos enriquecidos, ^{15}N , ^{13}C , isótopos estáveis.

Introdução

Nos últimos anos, a demanda por compostos químicos enriquecidos nos isótopos estáveis de elementos leves, em especial ^{15}N e ^{13}C , tem aumentado exponencialmente no país. Entre os mais utilizados como ferramenta isotópica, destaca-se a $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, em face do seu enorme potencial para elucidar muitos aspectos relacionados em diversas áreas da ciência, principalmente na agrônômica¹ e biomédica². Desta forma, o presente trabalho tem por objetivo estabelecer um método para síntese de $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ com elevado enriquecimento isotópico no ^{13}C e/ou ^{15}N .

O processo de síntese da $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, envolve a reação entre ^{13}CO , $^{15}\text{NH}_3$, S e metanol (solvente), sob baixa pressão e temperatura, e simultânea produção de H_2S ³. A reação ocorreu em um reator de aço inoxidável (1L), revestido internamente com Politetrafluoretileno. Inicialmente, adicionou-se S no interior do reator. A quantidade dos reagentes foi em função da estequiometria da reação global ($2^{15}\text{NH}_3 + ^{13}\text{CO} + \text{S} \rightarrow ^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2 + \text{H}_2\text{S}$). Na seqüência, o reator foi fechado e, sob pressão reduzida (10^{-3} MPa) e temperatura de 4 °C, transferiu-se o metanol, $^{15}\text{NH}_3$ e ^{13}CO . Logo após, o reator foi colocado em um sistema de aquecimento a 100 °C, sob agitação magnética. Ao final de 150 minutos de reação, desligou-se o aquecimento e o reator foi resfriado a 25 °C. Os gases resultantes da síntese contendo $^{15}\text{NH}_3$ e H_2S foram recuperados após passagem dos mesmos por soluções de 1 mol L^{-1} de H_2SO_4 e $\text{H}_2\text{O}_2\text{:NaOH}$ (1:2), respectivamente. Em seguida, abriu-se o reator e procedeu-se a retirada da mistura contendo $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, metanol e S que foi submetida a processo de filtração a vácuo para retiradas de impurezas, principalmente S. Após o procedimento, a $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ foi seca a 50 °C e realizou-se determinações do teor (%) de pureza utilizando o método convencional⁴ e no sistema com analisador automático⁵ (ANCA-GSL). No procedimento analítico foi utilizado $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ com pureza química de 99,5 % (grau analítico).

Resultados e Discussão

Com o sistema proposto, envolvendo a reação entre $^{15}\text{NH}_3$, ^{13}CO e S (1,73g, 1,12g e 1,28g, respectivamente), tendo ainda, 27 mL de metanol, foi possível obter, em média, 1,58g de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ (rendimento de 63,0 %). O processo completo, por

batelada, demanda um tempo de, aproximadamente, oito horas.

Os resultados apresentados na Tabela 1, não diferem estatisticamente ($P < 0,05$) para método convencional e automatizado, sendo verificados valores médios do teor de pureza de 98,0 e 97,7 % respectivamente. Entretanto, a amostra 1, apresentou valor médio de 94,3 %, em ambos métodos, devido a ineficiência do processo de filtração para retirada do S (em excesso).

Tabela 1. Determinação do teor (%) de pureza da $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ pelo método convencional e no sistema com analisador automático. (n=3)

Amostra	Teor de Pureza (%)		
	DIGESTÃO	ANCA-GSL	Média
P.a	99,3	99,2	99,2 a
1	94,3	94,2	94,2 b
2	97,6	97,4	97,5 a
3	100,4	98,8	99,6 a
4	97,4	98,6	97,9 a
5	99,1	97,9	98,5 a
Média	98,0 a	97,7 a	

$F_{(amostra)} = 9,73^{**}$ $F_{(análise)} = 0,39^{ns}$ $F_{(amostra \times análise)} = 0,6^{ns}$ $CV(\%) = 1,5$
Medidas seguidas de letras diferentes, minúscula na coluna, diferem estatisticamente, pelo teste de Tukey ao nível de 1** e 5* % de probabilidade. 1 a 5 - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ obtida no reator de síntese. P.a - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ de grau analítico.

Desta forma, pode-se atestar a viabilidade e eficiência do método proposto para síntese de $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$, visto que os resultados do teor de pureza química das amostras (2 a 5) sintetizadas foram em média de 98,3 %, valor esse, muito próximo do resultado da amostra P.a (grau analítico).

Conclusões

O método utilizado para obtenção da $^{13}\text{CO}(^{15}\text{NH}_2)_2$ mostrou-se adequado, atestado pelo teor de pureza química do produto sintetizado.

Agradecimentos

Ao CENA/USP e a FAPESP (Financiamento do projeto de pesquisa e bolsa de estudos).

¹Gava, G.J.C.; Trivelin, P.C.O.; Vitti, A.C. e Oliveira, M.W. *Pesq. Agropec. bras.* **2005**, 40, 7, 689-695.

²Castro, A.P.W.; Gomes, A.T.B.; Padovan, G.J.; Oliveira, R.B e Marchini, J.S. *J. Bras. Patol. Med. Lab.* **2004**, 40, 2, 63-67.

³Bendassolli, J.A. e Victoria, R.L. *J. C. Quim. Nova.* **1995**, 18, 21-25.

⁴Parkinson, J.A. e Allen, S.E. *Comm. Soil Sci. Plant. Anal.* **1975**, 6, 1-11.

⁵Preston, T. e Owens, N.J.P. *Analyst (London)*. **1983**, 108:971.