

## Síntese da glicina enriquecida com $^{15}\text{N}$ empregando reator de aço inoxidável

Claudinéia Raquel de Oliveira Tavares\* (PQ)<sup>1</sup>; José Albertino Bendassolli (PQ)<sup>1</sup>; Carlos Roberto Sant'Ana Filho (PG)<sup>1</sup>; Glauco Arnold Tavares (TC); Larissa de Assunção Rodrigues (IC)<sup>1</sup> e Clélber Vieira Prestes (TC)<sup>1</sup>

1. Laboratório 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 Chaves: Isótopos Estáveis, Glicina- $^{15}\text{N}$ , Amônia anidra- $^{15}\text{N}$

### Introdução

Os aminoácidos marcados em  $^{15}\text{N}$  têm colaborado com diversos estudos na área biológica. Entre esses, destaca-se a glicina, que pode ser obtida através da reação de substituição nucleofílica entre a amônia concentrada 25 % m/v e o ácido carboxílico cloroacético, conforme demonstrado por Tavares (2006). Objetivando reproduzir essa reação aumentando a segurança na manipulação dos reagentes, foi dimensionada e construída uma linha especial de pressão composta por um reator de aço inox revestido internamente com teflon (Fig.1), o que possibilitou o uso de amônia anidra em substituição à amônia aquosa, minimizando possíveis perdas por manipulação no decorrer do processo e, conseqüentemente, permitindo uma maior recuperação de  $^{15}\text{N}$ , viabilizando o processo economicamente. Na avaliação dos testes de síntese foram empregadas as técnicas analíticas de espectrometria de massas, destilação por arraste a vapor e espectrofotometria infravermelho com transformada de Forrier (FTIR).



Figura 1. Reator utilizado na síntese da glicina

### Resultados e Discussão

Os resultados do balanço nitrogenado (recuperação do  $\text{N-NH}_3$  no processo), produção de glicina e pureza são apresentados na Tabela 1. As perdas verificadas de ( $\text{NH}_3$ ) foram principalmente na forma gasosa devido a manipulação. Com as adaptações realizadas na linha para viabilizar a utilização de amônia anidra no sistema ao invés de amônia aquosa foi possível obter uma recuperação superior a 90 % de  $\text{NH}_3$  na forma gasosa, utilizando 5 g de ácido cloroacético e aproximadamente 11 g de amônia anidra. Os testes foram realizados variando-se a quantidade em massa dos reagentes (ácido cloroacético e amônia anidra) visando obter as melhores condições dentro dos limites de produção do laboratório de Isótopos Estáveis. As determinações do teor de N (%) nas amostras com

abundância isotópica natural foram realizadas por espectrometria de massas ANCA-SL (Automatic Nitrogen Carbon Analyser Solid and Liquid) da PDZ Europa. O resultado médio ( $\text{mg L}^{-1}$  de N) para as amostras de glicina sintetizadas (soluções preparadas a partir do aminoácido produzido) e padrão Sigma foram de  $0,96 \pm 0,02$ . Estes dados evidenciam que o teor de N nas amostras (0,98) e o grau de pureza são semelhantes ao do padrão p.a Sigma. A estrutura molecular do aminoácido foi confirmada utilizando-se da espectroscopia infravermelho com transformada de Forrier (FTIR).

Tabela 1. Recuperação do nitrogênio em excesso na reação e produção de glicina

Teste	R1 (g)	R2 (g)	Recup. %	glicina (g)	Pureza %
T1	25	25	84	2,66	98
T2	5	11,3	93	1,17	96
T3	8	10,4	84	1,58	98
T4	10	5,4	83	0,60	95
T5	12,5	9,8	83	2,32	96

R1 = Acido cloroacético, R2 = amônia anidra; T1= Reação proposta por Tavares (2006); T2, T3, T3 e T5 são testes variando as massas dos reagentes R1 e R2 respectivamente.

### Conclusões

De acordo com os resultados obtidos, pode-se observar que a porcentagem de amônia em excesso recuperada é semelhante, independente do sistema a ser utilizado, exceto ao se reduzir a quantidade de ácido cloroacético para 5 g e mantendo-se a quantidade de amônia anidra em 11g. Em assim sendo, considerando-se também o bom rendimento em massa de glicina produzida (1,17 gramas), entende-se, ser esta a melhor condição para trabalhos em rotina dentre as testadas, apresentando ainda vantagens relacionadas à segurança em operações com produtos voláteis e de alto valor econômico.

### Agradecimentos

A Fapesp pelo suporte financeiro à pesquisa e ao CNPQ pela bolsa concedida

<sup>1</sup> Tavares, C.R.O; et al, An, Acad. Bras.Ciênc. 2006, 78, 441.