

Imobilização de ácidos carboxílicos pela resina reativa cloreto de fenacila macroporosa monitorada por ATR-FTIR.

Marcelo S. Pedrosa¹ (PQ), Andreza D. M. Mendonça¹ (IC)*, Victor G. P. Saide¹ (IC)

¹Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia (IFRJ). * andrezamemelli@gmail.com

Palavras Chave: fase sólida, imobilização, ATR-FTIR, monitoramento em tempo real.

Introdução

Os reagentes suportados em polímeros (RSP), utilizados em reações em fase sólida, consistem de uma matriz polimérica insolúvel quimicamente funcionalizada. Os RSP têm sido utilizados nas últimas décadas em diversas sínteses em fase sólida como reagentes, catalisadores e sequestradores¹. Dentro do conceito de resinas sequestradoras, desenvolveu-se na década de 1970 o método de separação por fase sólida (SFS), que emprega reagentes poliméricos com o objetivo de isolamento de substâncias contidas em misturas complexas, através de etapas sucessivas de imobilização, filtração e liberação de uma fração isofuncional². Através deste método conseguiu-se identificar 11 ácidos carboxílicos presentes no óleo de copaíba da Bahia (*Copaifera sp.*), utilizando a resina cloreto de fenacila em fase sólida (CFFS) tipo gel. Destes compostos, 4 ainda não tinham sido identificados, nesta espécie, pelos métodos de separação convencionais³. Neste trabalho, foi realizada a síntese do CFFS macroporoso com o objetivo de acompanhar em tempo real, por ATR-FTIR, a imobilização de ácidos carboxílicos.

Resultados e Discussão

Foram realizadas imobilizações do ácido benzóico e ácido acrílico pelo CFFS macroporoso, em dioxano com trietilamina como catalisador (figura 1), para verificar o tempo de reação até que a capacidade máxima da resina fosse atingida.

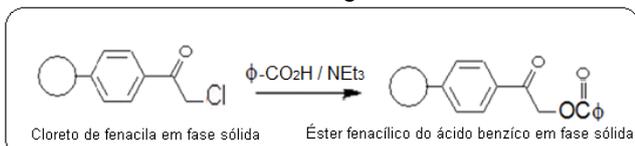


Figura 1. Reação de imobilização do ácido benzóico na resina cloreto de fenacila.

A imagem em 3D, a seguir, mostra a evolução do espectro de ATR-FTIR do meio reacional (líquido) durante todo o processo de imobilização do ácido benzoico (figura 2). Nesta reação detectou-se componentes estatísticos referentes ao seu espectro de infravermelho, principalmente em relação à banda de carbonila (C=O) na região de 1725 cm⁻¹ e (C-O) em 1230 cm⁻¹ (linha azul na figura 2). Com a adição da trietilamina ocorreu a

diminuição imediata da banda da carbonila e o surgimento de componentes do espectro do ânion benzoato (1471 cm⁻¹ e 1386 cm⁻¹ principalmente, referentes às deformações axiais assimétricas e simétricas da ligação C-O). Após a adição do CFFS observou-se a queda gradual da concentração do benzoato no meio reacional (linha vermelha na figura 2). A capacidade da resina foi estimada em 1,31 mmol/g de resina e o tempo de reação em cerca de 1h50min. A massa de ácido benzóico imobilizada, estimada por ATR-FTIR, correspondeu razoavelmente bem à quantidade isolada deste composto após a sua liberação, obtida pela hidrólise do seu éster fenacílico em fase sólida. Com o mesmo procedimento também foi possível imobilizar o ácido acrílico, sendo este um possível precursor na SFS da pirazinamida.

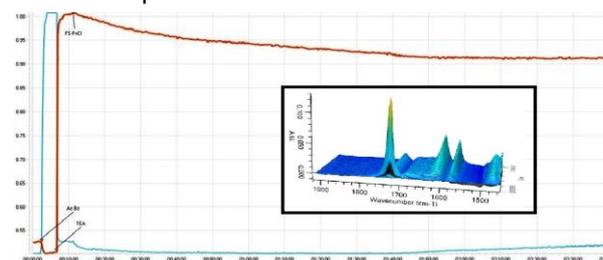


Figura 2. Acompanhamento em tempo real da reação de imobilização do ácido benzóico pela resina cloreto de fenacila.

Conclusões

O monitoramento da reação de imobilização por ATR-FTIR permitiu determinar de forma direta o tempo de reação e a capacidade de imobilização deste RFS, e pode-se observar que esta reação se dá imediatamente após a adição do CFFS macroporoso, sem a necessidade de inchamento dos poros descritos para resinas análogas do tipo gel.

Agradecimentos

Ao Pólo de Xistoquímica do IQ-UFRJ e ao apoio financeiro do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro – Campus Nilópolis.

¹Curr Opin Drug Discov Devel. **2004**(6):752-64.

²Costa Neto, C.; Pinto, R.C.P.; Maçaira, A.M.P. Oil shale and oil sand chemistry, New York, **1978**, p.345-358.

³Lopes, C. da S. **1993**. 102 f. Dissertação (Mestrado em Química Orgânica) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.