

Acompanhamento em tempo real da hidrólise básica do éster benzóico de fenacila em fase sólida macroporosa por ATR-FTIR.

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

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

Palavras Chave: monitoramento em tempo real, hidrólise, ATR-FTIR.

Introdução

A derivatização de ácidos carboxílicos com brometo de p-bromofenacila em seus respectivos ésteres fenacílicos é bastante conhecida¹. Desta forma, conforme descrito por Lopes (1993), ácidos carboxílicos podem ser isolados de misturas, pelo reagente polimérico cloreto de fenacila, a partir de reações de imobilização e hidrólise respectivamente (Figura 1)².

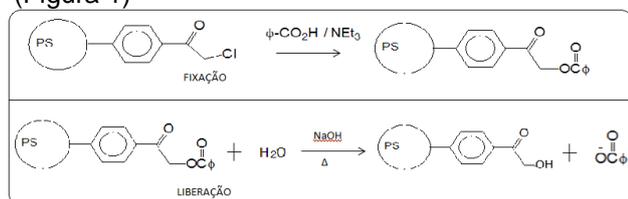


Figura 1. Fixação e hidrólise do ácido benzóico

A hidrólise em meio básico do éster fenacílico do ácido benzóico, em fase sólida tipo gel, descrito por Lopes, foi realizada em dioxano, por oito horas, com NaOH 1N na temperatura de refluxo do meio reacional, resultando na liberação total do ácido imobilizado. A reação em meio ácido e/ou em outros solventes não foi capaz hidrolisar o éster em fase sólida em matriz tipo gel. Neste trabalho realizou-se as reações de hidrólise do éster fenacílico do ácido benzóico imobilizado em matriz macroporosa de poli(estireno-divinilbenzeno) em meio básico (NaOH 1N) e ácido (HCl 10%), em dioxano como solvente e sem solvente orgânico. As reações foram realizadas em reator automático (Atlas-Syrris), com monitoramento em tempo real, por ATR-FTIR.

Resultados e Discussão

O acompanhamento em tempo real por ATR-FTIR permite observar as transformações ocorridas no meio líquido. As transformações ocorridas na fase sólida foram observadas pelos seus espectros de infravermelho antes e após as reações de liberação do ácido carboxílico. O desaparecimento da banda da carbonila de éster em 1730 cm^{-1} indicou a liberação do ácido, que pode ser caracterizado por FTIR e pelas suas propriedades físicas e químicas. O monitoramento em tempo real de hidrólise básica, utilizando dioxano como solvente, por NaOH 1N, mostrou o crescimento da área da banda

em 1553 cm^{-1} e 1376 cm^{-1} (deformação axial assimétrica e simétrica de C-O), que pode ser observado na figura 2, tanto na curva de tendência como no espectro tridimensional (FTIR versus tempo).

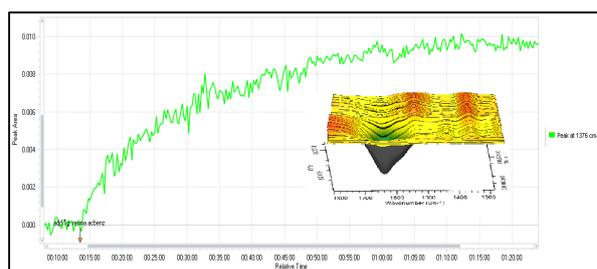


Figura 2. Área do pico 1376 cm^{-1} do carboxilato e gráfico em 3D hidrólise.

A curva de tendência mostra que a reação de hidrólise ocorre em aproximadamente 1 hora de reação, ao invés das 8 horas necessárias para esta liberação em resinas do tipo gel. A quantidade de ácido benzóico isolado corresponde a liberação de 100% do ácido benzóico imobilizado pelo reagente polimérico (1,31 mmol/g de resina). A reação de liberação realizada sem o solvente orgânico (dioxano).

Conclusões

A utilização do ATR-FTIR para o monitoramento, em tempo real, da reação de hidrólise do ácido benzóico pela resina cloreto de fenacila macroporosa permitiu acompanhar de forma direta o andamento e o final deste processo. Este monitoramento permitiu também observar, que a hidrólise ocorreu completamente com apenas uma hora de reação, com ou sem solvente orgânico.

Agradecimentos

Ao grupo centro de pesquisa IQ/UFRJ e Polo xistoquímica/UFRJ em especial ao Professor Doutor Claudio Costa Neto e ao apoio financeiro do Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ) . Unidade Nilópolis.

¹Costa Neto, C. Análise Orgânica. Editora UFRJ, 2004.

²Lopes, C. da S. 1993, 102 f. Dissertação (Mestrado em Química Orgânica) ó Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

³Costa Neto, C.; Pinto, R.C.P.; Maçaira, A.M.P. Oil shale and oil sand chemistry, New York, 1978, p.345-358.