

Caracterização de Ésteres Derivados de Álcoois Neopentílicos

Vera L. Pereira Soares (PQ), Luciana R. Barreto (PG), Milena Yaakoub (PG), Elizabeth R. Lachter (PQ), Regina S. V. Nascimento (PQ), Rosane A. S. San Gil (PQ)

rsangil@iq.ufrj.br

Departamento de Química Orgânica, Instituto de Química, UFRJ, Prédio do Centro de Tecnologia, bloco A, sala 616, Cidade Universitária, Ilha do Fundão, 29490-590 Rio de Janeiro, RJ

Palavras Chave: RMN ^{13}C , GPC, ésteres neopentílicos

Introdução

Os álcoois neopentílicos compreendem o 2,2-dimetil-1,3-propanodiol (NPG), o 2-etil-2-hidroximetil-1,3-propanodiol (TMP) e o 2,2-dihidroximetil-1,3-propanodiol (PER). Na preparação de seus ésteres graxos, que têm excelente ação lubrificante¹, formam-se mono-, di-, tri- ou tetra-derivados (conforme o álcool empregado) e em proporções que dependem das condições de reação. Quando se pretende favorecer a formação de um dos ésteres (mono, di, tri ou tetra) é importante dispor de técnicas que permitam correlacionar a distribuição de produtos obtidos, qualitativa e quantitativamente, com estas condições, como a cromatografia por exclusão de tamanho (GPC) e a espectrometria por ressonância magnética de ^{13}C (RMN ^{13}C). Neste trabalho, os ésteres de ácidos de 12 a 18 carbonos foram preparados variando-se as quantidades de reagentes e de catalisador, o ácido p-toluenossulfônico (1-3%), com refluxo em tolueno e aparelhagem de Dean-Stark.

Resultados e Discussão

Os produtos foram analisados por espectrometria no infravermelho (FTIR); por GPC (3 colunas de poliestireno (PS) de 50 a 500 Å, calibração com PS e ésteres neopentílicos totalmente substituídos) por RMN ^{13}C (Bruker 4,7 Tesla, seq. "gated decoupling"). Os resultados obtidos (Tabela I e Figura I) evidenciaram uma boa correlação entre os dados quantitativos obtidos por RMN (intensidade do sinal de carbonila) e as áreas dos picos cromatográficos (GPC). A técnica de RMN ^{13}C não detectou C=O com concentração < 5%, porém foram observados δ (ppm) distintos para os carbonos C-O dos componentes com diferentes graus de substituição. Estas análises permitiram mostrar o efeito da diminuição da % de catalisador e do excesso de álcool, que favoreceram a formação de mono-derivados de NPG e TMP. No caso do PER, estas modificações foram ineficazes, devido à baixa solubilidade em tolueno. A tendência foi a da formação dos derivados mais substituídos à

medida em que o mono-derivado, se formava, por ser esse produto solúvel em tolueno.

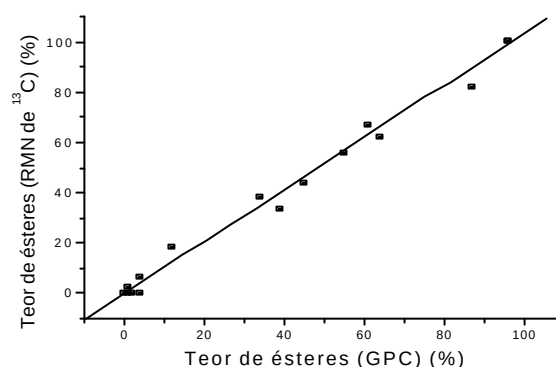


Figura I Correlação entre os resultados quantitativos por GPC e RMN de ésteres graxos .

Tabela I Distribuição dos teores de ésteres de laurato (C12) de NPG obtidos em diversas condições reacionais.

Ácido:álcool	Catalisador %/ g ácido	GPC % Mono:di	RMN % Mono:di
2:1	2	4:96	0:100
1:1	2	71:29	-
1:1	1,5	55:45	56:44
1:1	1	61:39	67:33

Conclusões

As duas técnicas foram complementares quanto à análise qualitativa e quantitativa dos ésteres graxos de álcoois neopentílicos, permitindo avaliar o efeito das condições de reação.

Agradecimentos

A PETROBRAS S.A. e a CAPES pelo auxílio financeiro.

¹ Eychenne, V.; Mouloungui, Z. *J.Ind.Eng.Chem.* **1998**, 37, 4835.