

Estudo Sobre a Acetilação do Álcool Fenetílico Com Anidrido Acético Sob Catálise Heterogênea, Ácida e Radiação Microondas

Larissa Chaves Maluf^{*} (IC), Julia Souza Vidal (IC) e Luiz Antonio Soares Romeiro (PQ) E-mail: laramaluf@gmail.com

Laboratório de Desenvolvimento de Estratégias Terapêuticas, Universidade Católica de Brasília, QS 07 lote 1, EPCT, Águas Claras, Taguatinga – DF, 72966-700

Palavras Chave: acetilação, catálise heterogênea, microondas

Introdução

Uma das metodologias mais empregadas para obtenção de ésteres consiste na reação de álcoois com cloretos ácidos e anidridos, sendo o anidrido acético o mais utilizado nas reações de acetilação, na presença de catalisadores ácidos ou básicos.

Recentemente, Heravi e cols¹ descreveram a utilização de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ como catalisador em reações de acetilação de álcoois e fenóis devido ao seu baixo custo, disponibilidade e segurança. Em adição, a catálise heterogênea associada à radiação microondas na ausência de solventes tem sido consideravelmente explorada nos últimos anos.

Visando a determinação do perfil catalítico de alguns sulfatos de metais de transição como ácidos de Lewis bem como sua comparação com ácido fosfórico, descrevemos neste trabalho o estudo metodológico da obtenção do acetato de fenetila (**1**) a partir de procedimentos desenvolvidos à temperatura ambiente e sob radiação microondas.

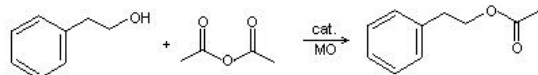


Figura 1- Acetilação do álcool fenetílico sob catálise ácida/MO

Resultados e Discussão

Para cada reação foram utilizados: álcool fenetílico (2,5 mmol), anidrido acético destilado (3,75 mmol) e 0,05 mmol do catalisador: $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (**A**), $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (**B**), $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (**C**), $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (**D**), $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (**E**), CuSO_4 (**F**) bem como sílica sulfúrica (**G**) e H_3PO_4 (**H**). A mistura reacional permaneceu sob agitação por 24 horas à temperatura ambiente.

Considerando a catálise heterogênea, os sulfatos apresentaram bons rendimentos, que variaram de 55 a 76%. Entretanto, estes foram inferiores à catálise pela sílica sulfúrica (81%) e ao ácido fosfórico (85%) considerado catálise homogênea (Tabela 1).

Tabela 1 Acetilação do álcool fenetílico sob catálise ácida a temperatura ambiente por 24 horas.

Catalisador	A	B	C	D	E	F	G	H
Rendimento %	74	66	76	55	72	60	81	85

A comparação entre os rendimentos utilizando CuSO_4 anidro com $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (literatura), parece indicar a relevância da hidratação no curso da reação. Decidimos investigar, preliminarmente, a preparação de **1** com utilizando **F** e **H** como catalisadores.

O procedimento em microondas compreendeu a mistura do álcool fenetílico (2,5 mmol) e do anidrido acético (3,75 mmol) ao catalisador (0,05 mmol de CuSO_4 ou 1 gota de H_3PO_4). A mistura reacional foi exposta à radiação microondas em um forno doméstico à 30 % de potência, com tempo variável de 1 a 5 minutos.

As reações catalisadas por CuSO_4 apresentaram baixos rendimentos (15 a 38%), diferentemente aos encontrados para o ácido fosfórico (71 a 92%) com destaque para o procedimento realizado em um minuto (Tabela 2).

Tabela 2. Acetilação do álcool fenetílico sob catálise ácida e radiação microondas na ausência de solvente.

Entrada	Tempo (min)	Rendimento %	
		CuSO_4	H_3PO_4
1	5	30	71
2	4	38	84
3	3	30	83
4	2	15	81
5	1	*	92

* Não foi possível calcular rendimento.

Conclusões

A obtenção de **1** na presença do H_3PO_4 apresentou os melhores rendimentos em ambos procedimentos. A utilização de sulfatos como catalisadores foi satisfatória, cuja investigação frente a outros álcoois e fenóis bem como sob radiação microondas constitui as perspectivas deste trabalho.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Universidade Católica de Brasília pelo apoio financeiro.

¹ Heravi, M. M.; Behbahani, F. K.; Zadsirjan, V. e Oskooie, H. A. *J. Braz. Chem. Soc.* Vol. 17, No. 5, 1045-1047, 2006