

Síntese de salicilato de metila como estratégia de aprendizagem de cromatografia em camada delgada e cromatografia em coluna (CC).

Vitoria Hagemann Cauduro¹ (IC); Lilian F. Ferreira da Silva¹ (IC); *Wolmar Alípio Severo Filho¹ (PG)

¹Universidade de Santa Cruz do Sul (UNISC), Av. Independência 2293, Santa Cruz do Sul – RS

Palavras Chave: cromatografia coluna, síntese

Introdução

O salicilato de metila (C₈H₈O₃), também conhecido como metil-2-hidroxibenzoato, óleo de bétula ou éster metílico do ácido salicílico, pode ser encontrado naturalmente em plantas como as gautélias ou bétulas. É uma variante química do ácido acetilsalicílico (presente na aspirina). Na indústria, este produto é utilizado em perfumaria, medicamentos (como o Gelol), óleos de massagem, enxaguantes bucais e para dar sabor em doces. Neste trabalho, investimos na síntese do salicilato de metila, através de uma reação de esterificação clássica, conhecida como esterificação de Fischer [1]. Entretanto o objetivo principal do trabalho foi reconhecer as técnicas de cromatografia para purificação e separação de compostos orgânicos. Utilizamos cromatografia em camada delgada para reconhecer a evolução da reação e cromatografia em coluna para purificação do produto. Investigamos também interação de solventes, hexano, diclorometano, acetato de etila e metanol, gradientes de eluição, com produto e o reagente de partida.

Resultados e Discussão

Iniciou-se esse experimento misturando 5,035 g de ácido salicílico com 15 mL de metanol em um balão de 125 mL, agitou-se a solução até que o sólido se dissolvesse totalmente e em seguida adicionou-se lentamente 5 mL de ácido sulfúrico concentrado, houve formação de precipitado que se dissolveu durante o refluxo que foi praticado com o intuito de não se perder reagentes durante o aquecimento brando em temperatura de 115°C por 45 minutos. Resfriou-se a mistura por alguns minutos. Usando um funil de separação com 15 mL de água destilada e a solução extraiu-se a solução aquosa com diclorometano, sendo esse procedimento executado em por duas vezes, as demais fases orgânicas foram extraídas com 25 mL de solução aquosa de bicarbonato de sódio 5% em seguida lavou-se a fase orgânica com 15 mL de água, coletou-se a fase orgânica em um frasco contendo sulfato de sódio anidro e deixou-se em repouso tampado com vidro de relógio por 10 minutos. Filtrou-se a solução e evaporou-se o solvente em banho-maria (40-50°C) para a obtenção do produto puro.

Reação de esterificação.

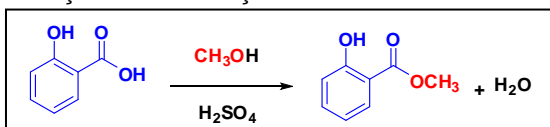


Figura 1. Reação de esterificação do ácido salicílico



Empregou-se a técnica da CCD para verificar a pureza do produto obtido, percebeu-se que além do salicilato de metila também tinha ácido salicílico, exigindo purificação através de cromatografia em coluna. Para apurarmos o rendimento, estudamos vários gradientes de eluição empregando acetato de etila:diclorometano nas proporções 1:9 (cromatoplaça 2) e hexano:acetato de etila:acetona 5:5:2 (cromatoplaça 1); através desse estudo foi possível obter uma boa separação do salicilato de metila e do restante de ácido salicílico remanescente da reação. Separamos o produto, utilizando cromatografia por coluna (Figura 2), obtendo 95% de rendimento e ainda recuperando o ácido salicílico que não reagiu (\cong 5%)

Figura 2. Cromatoplaça da reação e coluna de separação.



Conclusões

A reação de esterificação foi adequada para entendermos técnica de cromatografia como estratégia de monitoramento da reação e também como de purificação do produto. A diferença de polaridade do ácido salicílico e do salicilato de metila associado ao estudo de um gradiente de eluição facilitou a purificação e obtenção do produto com 95% de rendimento.

Agradecimentos

Bolsa PROLAB –UNISC ; Curso de Química-UNISC

¹Graham Solomons, T. W., Fryhle, C. B., Química Orgânica, vol. 2, 8ª edição. Rio de Janeiro, LTC, 2006, p xx.