

Síntese de líquidos iônicos: Purificação, caracterização e estudo solvatocrômico de cloreto e acetato de 1-alil-3-metilimidazólio.

Thaís A. Bioni* (IC), Elizabeth P. G. Arêas (PQ), Omar A. El Seoud (PQ).

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP.

Palavras Chave: líquidos iônicos, celulose, solvatocromismo.

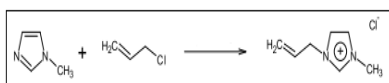
Introdução

Este trabalho insere-se em um projeto que visa o estudo da dissolução e derivatização de celulose em líquidos iônicos (LI's). O trabalho relata a síntese assistida por micro-ondas de dois LI's, sua purificação e caracterização, e o estudo de suas polaridades através do emprego da sonda solvatocromica WB.

Características físico-químicas dos LI's como polaridade e viscosidade são decisivas para a dissolução/derivatização da celulose. O estado físico das soluções de celulose nos LIs (isotrópica, anisotrópica, gel) depende da concentração do biopolímero. É importante considerar-se o abaixamento da viscosidade do meio, o que pode ser obtido pelo emprego de misturas binárias LI-solvente molecular, como DMSO ou DMAC. O estudo da polaridade dos LI's, iniciado neste trabalho através da aplicação de técnicas solvatocrômicas, é o primeiro passo para se compreenderem aspectos físico-químicos dessas espécies e de sua interação com solventes moleculares.

Resultados e Discussão

A reação de síntese é indicada abaixo:



O cloreto de 1-alil-3-metilimidazólio foi sintetizado em reator de micro-ondas, MO, a 70°C e 50W, sob agitação mecânica. O produto foi lavado com acetato de etila e purificado com carvão ativado e secado por evaporação rotatória.

O acetato de 1-alil-3-metilimidazólio foi sintetizado a partir do cloreto correspondente através de tratamento de troca iônica (solução metanólica; troca Cl⁻/ OH⁻) e posterior neutralização com ácido acético.

A sonda utilizada nos ensaios solvatocrômicos foi a sonda WB:

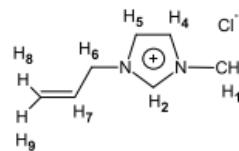
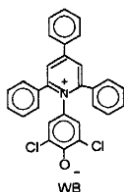


Figura 1. Numeração dos hidrogênios do cloreto de 1-alil-3-metilimidazólio.

Tabela 1. Deslocamentos químicos (δ) de amostras do cloreto de 1-alil-3-metilimidazólio

Próton	A1 (δ ppm)	A2 (δ ppm)	A3 (δ ppm)
H2	10,55(d)	10,54(s)	10,46(s)
H4	7,42(t)	7,44(t)	7,45(s)
H5	7,59(t)	7,62(t)	7,64(s)
H6	5,025(d)	5,025(d)	5,025(d)
H7	6,03(m)	6,025(m)	6,03(m)
H8/9	5,47(m)	5,465(m)	5,46(m)
H10	4,13(s)	4,13(s)	4,125 (s)

A polaridade empírica do LI pode ser determinada através da equação a seguir que descreve a energia de transferência intra-molecular de carga na sonda WB ($O^- \rightarrow N^+$); escala de polaridade = $E_T(33)$

$$ET(33) = 28591,5/\lambda_{\text{máx}}$$

Calculamos os valores de $E_T(33)$ para os dois LIs (Tabela 2).

Tabela 2. Valores de $\lambda_{\text{máx}}$ medidos e $E_T(33)$ calculados

Amostra	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	$E_T(33)$, kcal mol ⁻¹
LI-cloreto	479	59,66
LI-acetato	477	59,85

Conclusões

O procedimento de síntese empregando MO mostrou-se bem sucedido. Os valores calculados de $E_T(33)$ para o cloreto e acetato de 1-alil-3-metilimidazólio indicam que o último é mais polar.

Agradecimentos

Thaís A. Bioni é bolsista CNPq de IC.

Tada, E. B.; Novaki, L. P.; El Seoud, O. A., *J. Phys. Org. Chem.* **2000**, *13*, 679.