

Esterificação do β -citronelol com ácido acético catalisada por $H_3PW_{12}O_{40}$

Natália. S. Freitas¹(IC), Lorena. C. A. Leles¹(PG)*, Márcio. J. da Silva¹(PQ)

¹Grupo de Catálise Homogênea e Heterogênea. Departamento de Química, Universidade Federal de Viçosa, Av. Petter Henry Rolfs, s/n, 36570-900, Viçosa-MG-Brasil

*lorena.leles@ufv.br

Palavras Chave: Monoterpenos, Esterificação, Heteropoliácidos.

Introdução

Monoterpenos são os principais constituintes dos óleos essenciais e representam uma matéria prima renovável e comercialmente importante para as indústrias de química fina.¹ Reações de esterificação são importantes na produção de ésteres usados principalmente nas áreas de solventes, diluentes, plastificantes, polímeros, dentre outros.² Inúmeros catalisadores são usados em reações de esterificação, dentre os quais pode-se destacar os heteropoliácidos, compostos caracterizados por possuírem um ânion com estrutura do tipo Keggin. Estes ácidos são sólidos e tem sido usados como catalisadores ativos e seletivos em diferentes tipos de reações.³ Este trabalho teve como objetivo estudar o desempenho catalítico do ácido tungstofosfórico ($H_3PW_{12}O_{40}$), em reações de esterificação do β -citronelol, com ácido acético em sistema homogêneo, e assim obter derivados acetilados com maiores rendimentos em processos de menor impacto ambiental e condições mais brandas de reação.

Resultados e Discussão

Os testes catalíticos foram realizados em um reator com septo de amostragem, com condensador de refluxo e em banho termostático a 60°C e com agitação magnética. As reações foram realizadas em acetonitrila. Durante a reação foram coletadas alíquotas e analisadas por cromatografia em fase gasosa (SHIMAZU, 2010 PLUS, FID). O principal produto da reação de esterificação foi separado por cromatografia em coluna de sílica, e caracterizado pelas técnicas de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas, espectrometria no infravermelho e ressonância magnética nuclear (RMN) de ¹H e ¹³C. Os parâmetros de reação avaliados foram: temperatura, natureza e concentração do catalisador. Ao analisar os resultados, observou-se que ao ser comparado com outros catalisadores como heteropoliácido de molibdênio (2% mol), PTSA (3% mol) e ácido sulfúrico (6% mol), o $H_3PW_{12}O_{40}$ (2% mol) foi o que promoveu maior conversão, apresentando 62% do β -citronelol convertido com 2h de reação. As temperaturas avaliadas não afetaram significativamente a conversão da reação, as quais foram superiores a 55% após 20min de reação. A maior conversão foi atingida na

temperatura de 35°C. Avaliando-se a Tabela 1, observa-se que o aumento da concentração do catalisador proporcionou um aumento tanto na conversão como na seletividade do produto. Para as concentrações de $3,59 \times 10^{-1}$ e $4,79 \times 10^{-1}$ mmol, 20 minutos de reação foram suficientes para se atingir o equilíbrio na esterificação.

Tabela 1. Efeito da concentração do catalisador na reação de esterificação do β -citronelol.

$H_3PW_{12}O_{40}$ (mmol)	Conversão (%)	Seletividade (%)	
		Acetato	PN*
0	0	0	0
$4,79 \times 10^{-2}$	28	39	61
$9,58 \times 10^{-2}$	62	29	71
$1,91 \times 10^{-1}$	69	40	60
$3,59 \times 10^{-1}$	84	57	43
$4,79 \times 10^{-1}$	92	65	35

*PN: mistura complexa minoritária; **Condições da reação:** β -citronelol (4,70 mmol), ácido acético (4,79mmol), acetonitrila (13,8mL), 25 °C, 2 h.

O produto obtido da reação de esterificação do β -citronelol foi caracterizado como o etanoato de 3,7-dimetiloct-6-enila (Acetato de citronelol) e um esquema da reação desta esterificação pode ser mostrado na figura 1.

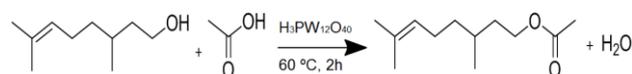


Figura 1. Reação de esterificação do β -citronelol com ácido acético.

Conclusões

A esterificação do β -citronelol catalisada pelo $H_3PW_{12}O_{40}$ apresentou altos valores de conversão e seletividade para o produto desejado (acetato). Além destes resultados promissores, este catalisador é de baixa toxicidade e de menor impacto ambiental, se comparado com sistemas tradicionais de esterificação.

Agradecimentos

FAPEMIG, CAPES.

¹Gusevskaya E. V., *Quim. Nova*, **2003**, 26, 242-248.

²Hoydonckx, H. E. *Topics in Catalysis*, **2004**, 27, 83-96.

³Scroccaro, K. L.; Tabone, V. O. A.; Cocco, L. C.; Itsuo, C.; Wypych, Y. F., *Quim. Nova*, **2012**, 35, 1343-1347.