

Estudo da Condensação do Citronelal com *o*-Fenilenodiaminos Utilizando Suporte Sólido e em Meio Livre de Solvente

Luiz Gustavo Dutra (PG), Júnior Mateus Marczewski (PG), Eder João Lenardão (PQ), Gelson Perin (PQ), Raquel Guimarães Jacob (PQ)*. raquel.jacob@ufpel.edu.br

Instituto de Química e Geociências - Laboratório de Síntese Orgânica Limpa - LASOL, Universidade Federal de Pelotas - UFPel, Cx Postal 354, CEP: 96010-900, Pelotas - RS.

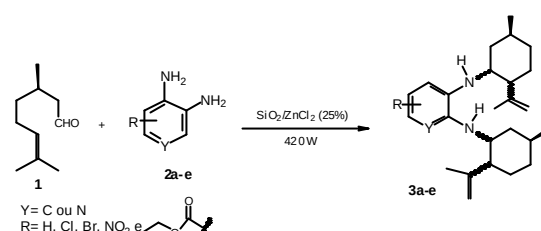
Palavras Chave: Fenilenodiaminas, Microondas, Meio livre de solvente.

Introdução

As fenilenodiaminas constituem uma classe de compostos que apresentam atividade fungicida. Estudos recentes mostraram que várias fenilenodiaminas *N,N*-disubstituídas, entre elas a *N,N*-dícicloexil-1,2-fenilenodiamina, inibiram o crescimento de células do fungo *Micor rouxii*, indicando que estes compostos apresentam atividade antimicótica.¹ Entretanto, são poucos os métodos descritos na literatura para a síntese destes compostos.² Em geral, a reação ocorre entre o diamino e cetonas, seguida da hidrogenação da diimina intermediária. Por outro lado, o nosso grupo vem desenvolvendo vários protocolos utilizando matéria-primas de fonte renovável e empregando microondas e meio livre de solventes.³ Como uma continuação de nossos estudos, nós descrevemos os resultados preliminares da reação do (*R*)-citronelal (**1**), presente no óleo essencial de citronela, e *o*-fenilenodiaminos **2a-e** para a síntese de *N,N*-dícicloexil-1,2-fenilenodiamina substituídas **3a-e** (Esquema 1, Tabela 1).

Resultados e Discussão

Partindo do (*R*)-citronelal **1** (2 mmol) e do *o*-fenilenodiamino **2a** (1 mmol), foi realizado um estudo para estabelecer as melhores condições reacionais. Variou-se a quantidade do catalisador (SiO₂/ZnCl₂), a proporção de ZnCl₂ (10%, 20%, 25%) e a potência do forno de microondas. O melhor resultado foi obtido quando a mistura de citronelal e *o*-fenilenodiamino foi irradiada na presença de 0,120g de SiO₂/ZnCl₂ (25%), durante 1,5 min na potência de 420 W (65 °C, Esquema 1). O produto **3a** foi extraído com 10 mL de acetato de etila, filtrado e separado em coluna de sílica gel e obtido com rendimento de 90%. A mesma reação quando realizada à temperatura ambiente levou 7 horas para fornecer o produto com rendimento de 45% e, quando realizada sob aquecimento convencional (65 °C), teve um rendimento de 69% após 5 horas. Após estabelecer as melhores condições reacionais, o método foi estendido a outros diaminos (**2b-e**) e os produtos foram obtidos com bons rendimentos (Tabela 1, Linhas 2-5).



Esquema 1. Condensação do Citronelal com *o*-Fenilenodiaminos.

Tabela 1. Obtenção das diaminas **3a-e**.

Linha	Diamino (2)	Rend. (%)	Tempo (min)
1		90	1,5
2		81	1,5
3		74	1,5
4		83	1
5		82	2

Conclusões

Foi desenvolvida uma nova e eficiente metodologia para a obtenção de várias *N,N*-dícicloexil-1,2-fenilenodiamina sem a utilização de solvente.

Agradecimentos

Financiado por FAPERGS, CAPES e CNPq.

¹ Sabanero, M.; Rojas, E.; Torres, V. Farfan, N. Contreras, R. *Rev. Latinoam. Microbiol.* **1991**, 33, 297.

² Narasimhan, S.; Balakumar, R. *Synth. Commun.* **2000**, 30, 4387.

³ Lenardão, E. J.; Ferreira , P. C.; Jacob, R, G.; Perin. G. e Leite, F.
P. *Tetrahedron Lett.* **2007**, 48, 6763.