

# SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES HPW/BEA APLICADOS NA REAÇÃO DE CICLIZAÇÃO DO CITRONELAL

Patricia R. S. Braga (PG)\*, Andréia A. Costa (PG), Rodrigo de M. B. A. de Oliveira (IC), Elon F. de Freitas (IC), Rafael O. Rocha (PQ), Julio L. de Macedo (PQ), José A. Dias (PQ) e Sílvia C. L. Dias (PQ)\*\*

Laboratório de Catálise, Instituto de Química, Universidade de Brasília, caixa postal 4478, Brasília-DF, 70904-970

e-mai: \*sobra.patricia@gmail.com e \*\*scdias@unb.br

Palavras Chave: HPW, BEA e citronelal

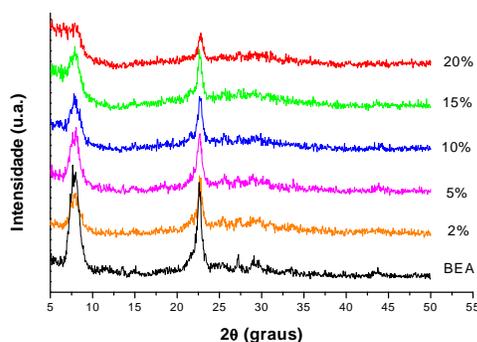
## Introdução

Ácido 12-tungstofosfórico (HPW) é um catalisador superácido com baixa área superficial ( $1-10 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ).<sup>1</sup> Pesquisas buscam suportar esse material em zeólitas com grandes áreas superficiais como a zeólita BEA ( $600 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ). A reação de ciclização intramolecular do (+)citronelal permite a produção de precursores que serão utilizados na síntese do (-)mentol, o qual se destaca nas indústrias cosmética, alimentícia e farmacêutica.<sup>2</sup> O objetivo desse trabalho foi suportar diferentes quantidades de HPW na BEA e aplicar esses catalisadores na ciclização do (+)citronelal.

## Resultados e Discussão

HPW foi suportado na zeólita BEA nas proporções de 2%, 5%, 10%, 15%, e 20% (m/m) via impregnação aquosa ácida. As amostras foram calcinadas a  $200^\circ\text{C}/6\text{h}/\text{ar}$  e caracterizadas por DRX, FTIR e adsorção gasosa de piridina. Para a reação de ciclização, os catalisadores foram secos ( $300^\circ\text{C}/4\text{h}$ ) e utilizados na proporção de 10 mmol% em  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  seco por 3h a temperatura ambiente. Os produtos foram analisados por RMN de  $^1\text{H}$ .

Nos difratogramas de raios X dos catalisadores sintetizados (Figura 1), observa-se que a estrutura cristalina da zeólita foi mantida e que nenhum pico referente ao HPW foi evidenciado. Assim, o heteropoliácido apresenta-se bem disperso nesses materiais.<sup>3</sup> Pequena perda de cristalinidade também foi observada quando da diminuição da intensidade dos picos com o aumento da quantidade de HPW.



**Figura 1.** DRX das amostras de HPW/BEA calcinadas. Nos espectros de FTIR, as bandas principais da BEA se sobrepuseram as bandas características do HPW.<sup>3</sup>

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Ao adsorver piridina nos catalisadores observou-se uma diminuição na acidez com o aumento da quantidade de HPW (Tabela 1), evidenciando que o heteropoliácido pode estar recobrando os sítios ácidos da zeólita.<sup>4</sup> Para a reação de ciclização intramolecular do (+)citronelal foram observados quatro produtos: (-)isopulegol, (+)neoisopulegol, (+)iso-isopulegol e (+)neoiso-isopulegol. Dentre esses isômeros, o (-)isopulegol foi o que apresentou maior seletividade e a porcentagem formada para cada catalisador está mostrada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Dados para os catalisadores sintetizados.

Catalisadores	Py adsorvida ( $\text{mmol g}^{-1}$ )	Seletividade(-)isopulegol (%)
HPW	0,67	79,29
BEA	1,76	65,86
2%HPW/BEA	1,41	68,53
5%HPW/BEA	1,43	68,59
10%HPW/BEA	1,23	68,48
15%HPW/BEA	1,23	68,13
20%HPW/BEA	1,30	67,48

Pode-se observar que o HPW foi o catalisador que apresentou melhor resultado, provavelmente devido a sua forte acidez de Brønsted. Os catalisadores suportados não apresentaram uma melhora significativa na seletividade para o (-)isopulegol frente a zeólita BEA pura, mas podem apresentar vantagens quanto a recuperação dos catalisadores.

## Conclusões

Os catalisadores HPW/BEA apresentaram porcentagens para o (-)isopulegol próximos dos valores observados para a zeólita pura.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, Capes, FINATEC, FINEP/CTPetro, IQ-UnB (FUNPE) e PETROBRAS.

- Haber, J.; Pamin, K.; Matachowski, L.; Mucha, D.; *Appl. Catal. A: Gen.* **2003**, *256*, 141.
- Trasarti, A. F.; Marchi, A. J.; Apesteguía, C. R. *J. Catal.* **2007**, *247*, 155.
- Cambor, M.A.; Corma, A.; Valencia, S.; *Microporous and Mesoporous Mater.*, **1998**, *25*, 59.
- Nandhini, K.U.; Arabindoo, B.; Palanichamy, M.; Murugesan, V.; *J. Mol. Catal. A: Gen.*, **2006**, *243*, 183.