



## Síntese verde de (-)-isopulegol a partir de (R)-citronelal utilizando zeólita tipo mordenita e radiação com microondas

**Autor(es):** JACOB, Raquel G.; LENARDÃO, Eder J.; BARCELLOS, Angelita M.; WALLAU, W. Martin; PERIN, Gelson.

**Apresentador:** Angelita Manke Barcellos

**Orientador:** Raquel Guimarães Jacob

**Revisor 1:** Wilson João Cunico Filho

**Revisor 2:** Anderson Schwingel Ribeiro

**Instituição:** Universidade Federal de Pelotas

### Resumo:

Um dos métodos para preparação do (-)-isopulegol é a ene-ciclização do (+)-citronelal, que ocorre com alto grau de estereosseletividade. Este processo é de grande importância para a produção industrial, pois o (-)-isolupulegol é o precursor do (-)-mentol que é amplamente utilizado em produtos agroquímicos, cosméticos, farmacêuticos e alimentícios. Através desse processo é possível ter economia de 100% de átomos, onde quatro estereoisômeros isolupulegol, neoisoisopulegol, neoisopulegol e isoisopulegol. Como parte dos estudos para a utilização do citronelal em síntese orgânica, estamos realizando testes com a zeólita MSN-15 (mordenita) em condições livres de solvente e sob irradiação em microondas, visando a sua ciclização. Inicialmente, para realizar a ciclização do (+)-citronelal utilizou-se a forma ácida da zeólita (diâmetro do poro 6,5 e 7,0 Å) com SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> razão de 13, MSN-15 (AlSi-Penta, GmbH), HMSN-15. Esta foi preparada através da troca iônica com cloreto de amônio, seguida por calcinação a 500 °C por 12 horas. Encontrou-se que as condições ideais para a ciclização seletiva do citronelal (1,0 mmol, 0,154g) foi o seu aquecimento na presença da zeólita HMSN-15 (0,12g) durante 4 min. sob MW (453W). Nestas condições o (-)-isolupulegol foi obtido com excelente rendimento, havendo 95% de conversão e 68% de seletividade para isopulegol. Observou-se também a formação dos isômeros neoisoisopulegol (21%), neoisopulegol (10%) e o isoisopulegol (< 1%). A fim de avaliar a sinergia entre o meio livre de solvente e a irradiação de microondas nessa reação, vários experimentos foram realizados. Alterou-se o tempo de irradiação em microondas e sua potência e a quantidade de catalisador. Estudou-se também esta reação com aquecimento convencional (60°C), usando banho de óleo e sob agitação. A reação foi acompanhada por TLC, constatou-se que após 8 horas não houve o completo consumo do citronelal. Este fato demonstra a clara vantagem da irradiação de microondas à técnica de aquecimento convencional. Realizaram-se experimentos com o objetivo de testar a reutilização da zeólita ácida em uma nova ciclização, a qual levou ao (-)-isolupulegol em quase idêntico rendimento. Concluímos que a utilização de um catalisador comercial mostrou-se eficiente para sintetizar o (-)-isopulegol, através de um método simples e eficiente que segue alguns dos princípios da química verde, como economia de átomos, emprego de MW e meio livre de solvente.