

# Síntese e Hidroaminometilação de Novos Polióis pela Funcionalização de Epóxidos com o Glicerol.



UFRGS  
PROPESQ  
CET - Ciências Exatas e da Terra

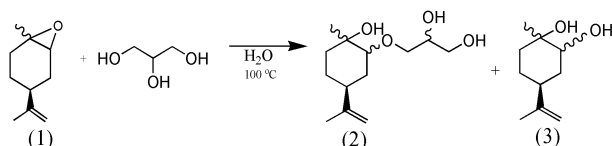
XXV SIC  
Salão Iniciação Científica

Bianca Motta Batista, Bacharelado em Química, UFRGS  
Ricardo Gomes da Rosa

Nossa proposta é utilizar o glicerol como nucleófilo em reações com o óxido de limoneno utilizando a água como promotor para gerar o éter tri-hidroilado, para posterior hidroformilação na presença de CO/H<sub>2</sub> e ródio gerando um novo aldeído. Este novo aldeído servirá como substrato para preparação de novos aminoácidos. Nesse trabalho, apresentamos os resultados sobre o isolamento dos polióis preparados anteriormente e uma tentativa em isolar seus respectivos aldeídos.

## Metodologia

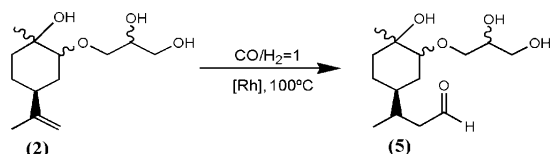
Glicerólise do óxido de limoneno:



Foi realizada a reação do óxido de limoneno com o glicerol, gerando triol (2) e diol (3). A reação foi realizada em uma ampola de vidro sob atmosfera inerte, e então submetida a um banho de óleo de silicone, sob agitação constante, a 100°C durante 22h. Para separação dos produtos (triol, diol e epóxido não reagido), montamos uma coluna cromatográfica de sílica. A coluna cromatográfica foi preparada com aproximadamente 25g de Sílica Gel, para cromatografar 1g de amostra. O eluente usado foi uma mistura 4% metanol 96% acetato de etila, esta combinação foi determinada a partir dos testes descritos ao lado. Como resultado da cromatografia em coluna, foram coletadas aproximadamente 15 alíquotas de aproximadamente 8 mL cada. Para o acompanhamento e análise das alíquotas coletadas, foi utilizada a CCD (Cromatografia em Camada Delgada), com eluente acetato de etila e 4% em metanol. As placas foram reveladas na presença de iodo, e os Fatores de Retenção foram comparados a modelos previamente adquiridos para cada substância.

Hidroformilação:

Após o término da separação, o solvente foi removido através do rota-evaporador seguido da linha de vácuo/argônio. Depois de separado o triol, este foi submetido a uma reação de hidroformilação com Rh(acac)(CO)<sub>2</sub> e (2,4-di-terc-butil)-trifenilfosfite, na presença de H<sub>2</sub>/CO(1/1), 40 bar, 2h. O produto desta reação foi um novo aldeído (5). Para separá-lo do triol não reagido, foi montada uma nova coluna de sílica, com eluente formado por acetato de etila e 2,4% de metanol.



## Resultados e Discussão

O eluente ideal foi determinado com base em testes em CCD (cromatografia em camada delgada), usando variações de misturas de acetato de etila com metanol (variando a polaridade do eluente) até maximizar a resolução, ou seja, a diferença de R<sub>f</sub> do triol e do diol, para melhor separá-los.

A Tabela que se segue, indica o valor obtido de R<sub>f</sub>s para as Misturas 1 e 2, respectivamente, acetato de etila 8% metanol e acetato de etila 4% metanol.

Tabela obtida pelo teste de eluentes.

	MISTURA 1	MISTURA 2
	R <sub>f</sub>	R <sub>f</sub>
TRIOL	58,3%	50,40%
DIOL	79,2%	72,67%
EPÓXIDO	89,6%	87,51%

O rendimento da separação do triol foi calculado tendo em vista que o óxido de limoneno é um isômero 47% *trans* e 54% *cis*, e sua reação com o glicerol é seletiva para o isômero *trans*. A massa inicial de limoneno equivale a 15,6 mmols, destes, 47% reagiram (7,3 mmols ou, 100% do isômero *trans*). Depois de separados os produtos da reação, a massa de triol pesada equivale a 3,8 mmols o que corresponde a 52,1% de rendimento isolado. No caso dos aldeídos, não foi possível recuperá-los da coluna, possivelmente reagiram com os grupos silanóis.

## Conclusões

Tivemos êxito no isolamento dos polióis através da cromatografia em coluna. Porém os resultados nos indicam que devemos testar outra fase estacionária menos ácida como, por exemplo, a alumina básica.

Referências: Carol H. Collins: Fundamentos da Cromatografia.



MODALIDADE  
DE BOLSA

INICIAÇÃO CIENTÍFICA