

Aquecimento convencional X micro-ondas: estudo comparativo para síntese de acetoacetatos graxos.

**BARROS, Bruno G.; WEBER, Andressa C. H., HACK, Carolina R. L.,
PORCIUNCULA, Larissa M., Montes D'Oca, Marcelo G.
bnogbs@gmail.com**

**Evento: XIII Mostra da produção Científica
Área do conhecimento: Ciências Exatas e da Terra**

Palavras-chave: micro-ondas; acetoacetatos graxos; síntese (citar até três)

1 INTRODUÇÃO

Acetoacetatos são utilizados como precursores para síntese de muitos compostos de interesse farmacológico.ⁱ Neste aspecto a utilização de micro-ondas surge para substituir os tempos demasiadamente longos para poucos minutos de reação para a síntese de um único composto.ⁱⁱ Logo, este trabalho tem por objetivo investigar uma nova metodologia para a síntese de acetoacetatos graxos, livre de solvente e utilizando irradiação de micro-ondas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Acetoacetatos são compostos 1,3-dicarbonílicos importantes para a química tecnológica e medicinal. Estas moléculas podem ser aplicadas na síntese de polímeros,ⁱⁱⁱ fármacos^{iv} e compostos biologicamente ativos^v o que os caracteriza como blocos construtores na área da síntese. Já a utilização de micro-ondas torna o aquecimento interno uniforme e eficiente pela interação direta das ondas eletromagnéticas e as moléculas presentes na mistura reacional.^{vi,vii,viii}

De acordo com a literatura, foi observado que o sistema de micro-ondas pode proporcionar transformações não viáveis ao aquecimento tradicional uma vez que a energia é aplicada diretamente nos reagentes e o aquecimento global é minimizado pelo uso de resfriamentos simultâneos. Nestes sistemas existe um controle mais preciso e uniforme de temperatura e/ou pressões internas viabilizando reações mais homogêneas.^{ix}

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A síntese dos acetoacetatos graxos (Figura 1) foi realizada a partir da reação de transesterificação entre acetoacetato de metila e diferentes alcoóis graxos utilizando ácido sulfâmico como catalisador e livre de solvente. No aquecimento convencional utilizou-se a temperatura de 60°C por 6h enquanto que no micro-ondas 120°C por 13min (Micro-ondas Discovery CEM Discovery & Explorer SP).

A reação foi acompanhada por cromatografia em camada delgada utilizando com hexano:acetato de etila (8:2). A purificação dos compostos ocorreu em coluna de sílica gel. O eluente foi hexano:acetato de etila (97:3 e 95:5).

4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Os resultados obtidos, conforme se observa na Tabela 1, confirmam a viabilidade de aplicação de um sistema de micro-ondas para esta rota sintética.

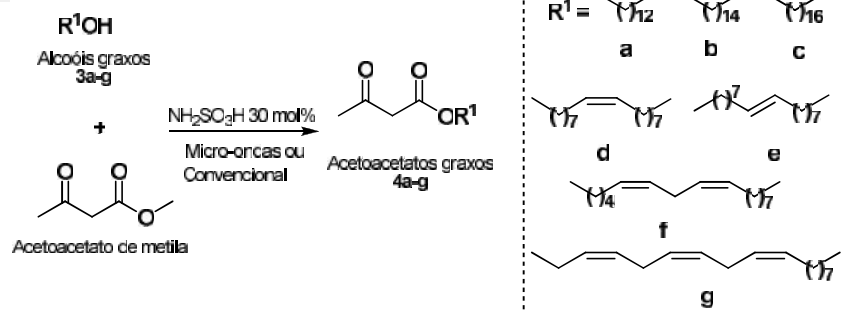


Figura1. Transesterificação dos compostos **4a-g** em aquecimento convencional e micro-ondas.

Tabela 1. Rendimentos comparativos às metodologias Convencional e Micro-ondas.

Álcool graxo	Acetoacetato graxo	Rend. Aquec. Convenc.	Rend. Aquec. Micro-ondas
3a	Tetradecanoico (C14:0)	69%	75%
3b	Palmítico (C16:0)	75%	79%
3c	Estearico (C18:0)	78%	82%
3d	Oleico (C18:1cis)	70%	78%
3e	Eláidico (C18:1trans)	73%	75%
3f	Linoleico (C18:2)	75%	79%
3g	Linolênico (C18:3)	72%	76%

De acordo com os resultados são observados rendimentos ligeiramente superiores (5-10%) para o uso de micro-ondas, considerando que através deste método o tempo reacional diminuiu de 6h para 13min. Assim, a metodologia utilizando micro-ondas demonstrou ser um meio viável para a reação com um aquecimento e agitação uniforme e programável, não existindo variação ou influência do meio externo. Neste sistema é possível fazer o controle das variáveis (tempo, temperatura e pressão).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Uma grande vantagem desta metodologia é a diminuição expressiva do tempo reacional para obtenção dos produtos desejados. Tendo em vista os estudos realizados até o momento para a obtenção dos acetoacetatos graxos, o sistema de radiação de micro-ondas surge como uma alternativa promissora nestas pesquisas.

6 REFERÊNCIAS

- i Chavan, S. P. *et al. Synthesis*. **2003**, 17, 2695. (b) Brinkerhoff, R. C. *et al. RSC Adv.* **2014**, 4, 49556.
- ii Panda, S. S. *et al. Curr. Org. Chem.* **2012**, 16, 507-520.
- iii Koizumi, T.; Sakamoto, J.; Gondo, Y.; Endo, T. *Journ of Polym Scienc: Part A: Polym Chem.* **2002**, 40, 2487.
- iv Halland, N.; Hansen, T.; Jorgensen, K. A. *Angew. Chem.* 2003, 115, 5105.
- v Wang, B.; *Synlett Spotlight.* **2005**, 8, 1342.
- vi Hayes, B. L. *Microwave Synthesis: Chemistry at the Speed of Light.* USA:CEM Publishing, **2002**.
- vii Kappe, C. O. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2004**, 43, 6250.
- viii Polshettiwar, V.; Varma, R. S. *Acc. Chem. Res.* **2008**, 41, 629.
- ix Ranu, B. C.; Saha, A.; Jana, R. *Adv. Synth. Catal.* **2007**, 349, 2690.