

Síntese eficiente de 2-amino-*N*-dodecilacetamida visando à preparação de nanoestruturas organizadas

Marcus Mandolesi Sá (PQ)^{1,*}, Denice Schulz Vicentini (PQ)², William Gerson Matias (PQ)²

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900 Florianópolis/SC *marcus.sa@ufsc.br

²Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-900 Florianópolis/SC

Palavras Chave: 2-amino-*N*-dodecilacetamida, nanoestrutura, amida

Introdução

Nanoestruturas com diferentes morfologias, incluindo nanofios, nanobastões e nanotubos, são cada vez mais utilizadas para a preparação de materiais com propriedades inovadoras. A preparação de nanotubos normalmente envolve a utilização de moldes que atuam como substratos para o crescimento de nanoestruturas.¹ Estes moldes são removidos por tratamento térmico, deixando a nanoestrutura com uma cavidade central oca. Entre os moldes utilizados está o 2-amino-*N*-dodecilacetamida (**ANDA**, Esquema).

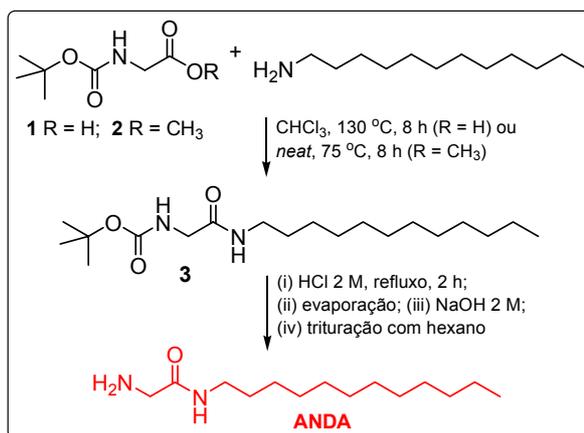
Embora seja comercialmente disponível, a aquisição do **ANDA** é limitada pelo seu alto custo bem como pela necessidade de ser preparado sob encomenda e pelo seu grau de pureza variável. Já a síntese do **ANDA** a partir de métodos descritos na literatura possui diversas desvantagens, como o uso de reagentes de partida de alto custo, condições anídras e/ou múltiplas etapas sintéticas envolvendo proteção/desproteção e ativação de grupos funcionais.^{2,3} Sendo assim, a síntese do **ANDA** por métodos simples e baratos torna-se necessária. Neste trabalho, desenvolveu-se uma rota de síntese robusta para o **ANDA**, empregando condições reacionais brandas e reagentes de fácil acesso.

Resultados e Discussão

As duas estratégias propostas para a síntese do **ANDA** estão delineadas no Esquema, onde a etapa-chave em cada caso envolve a reação de amidacção direta partindo de derivados *N*-protegidos da glicina (**1**) ou do seu respectivo éster metílico (**2**), seguido de clivagem do grupo protetor Boc em meio ácido.

No caso da reação da Boc-glicina (**1**) com dodecilamina, houve baixa conversão à amida *N*-protegida **3**, mesmo sob altas temperaturas e tempos reacionais longos. Além disso, a reação requer o uso de solvente (CHCl₃) devido à falta de miscibilidade entre os reagentes sólidos. Já o uso do Boc-glicinato (**2**) levou a resultados mais consistentes e reprodutíveis, obtendo-se a amida intermediária **3** em alto rendimento e sob condições mais brandas. Outra vantagem da rota partindo do Boc-glicinato (**2**) diz respeito à ausência de solvente na reação, devido ao éster **2** ser líquido, permitindo uma menor geração de resíduos e menores custos, em particular para reações na escala de gramas.

38ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química



Esquema. Estratégias para a preparação do **ANDA**.

A etapa seguinte de desproteção da amida *N*-protegida **3** foi adaptada de acordo com o descrito por Schunack e cols.³ Assim, o tratamento de **3** com HCl aquoso sob refluxo forneceu o cloridrato do **ANDA** correspondente, o qual foi separado do meio aquoso por evaporação do solvente sob pressão reduzida, ou, de forma mais eficiente, sob aquecimento brando (40 °C) à pressão ambiente. O resíduo obtido foi então tratado com NaOH aquoso, obtendo o **ANDA** bruto após extração com CHCl₃. Trituração com hexano para retirada de resíduos de dodecilamina forneceu o produto esperado em rendimento global de 74% (2 etapas), alta pureza e ótima concordância com os dados da literatura.⁴

Conclusões

A síntese do **ANDA** em duas etapas sob condições brandas mostrou-se viável, obtendo-se o produto desejado em bom rendimento global e alta pureza na escala de gramas.

Agradecimentos

CNPq, CAPES e INCT-Catálise

¹ Ko, Y. G.; Lee, H. J.; Oh, H. C.; Choi, U. S. *J. Hazard. Mater.* **2013**, 250-251, 53-60.

² (a) Rokach, J.; Hamel, P.; Girard, Y.; Reader G. *J. Org. Chem.* **1979**, 44, 1118-1124. (b) Clegg, R. S.; Reed, S. M.; Smith, R. K.; Barron, B. L.; Rear, J. A.; Hutchison, J. E. *Langmuir* **1999**, 15, 8876-8883.

³ Leschke, C.; Storm, R.; Breitweg-Lehmann, E.; Exner, T.; Nürnberg, B.; Schunack, W. *J. Med. Chem.* **1997**, 40, 3130-3139.

⁴ Olivares, O.; Likhanova, N. V.; Gómez, B.; Navarrete, J.; Llanos-Serrano, M. E.; Arce, E.; Hallen, J. M. *Appl. Surf. Sci.* **2006**, 252, 2894-2909.