

Síntese de 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas a partir de acetais utilizando líquidos iônicos.

Marcos A. P. Martins(PQ)¹, Emerson A. Guarda(PG)^{1*}, Clarissa P. Frizzo(PG)¹, Alexandre C. da Costa(IC)¹, Nilo Zanatta(PQ)¹, Hélio G. Bonacorso(PQ)¹.

Núcleo de Química de Heterociclos(NUQUIMHE), Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, 97105-900 Santa Maria RS Brasil

Palavras Chave: Acilação, líquido iônico.

Introdução

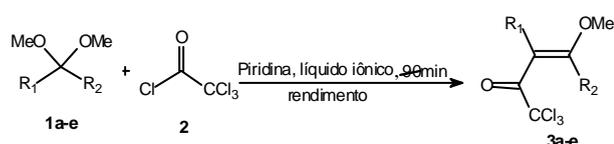
Nos últimos anos, o interesse em líquidos iônicos em reações orgânicas tem aumentado, pois apresentam propriedades como: pressão de vapor não considerável, alta estabilidade térmica, não-inflamabilidade, habilidade de solvatação e facilidade de purificação. Todas estas propriedades tornam os líquidos iônicos meios reacionais alternativos aos solventes convencionais.^{1,2} Eles são na sua maioria altamente polares e não se coordenam. Os compostos 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas são importantes intermediários sintéticos para a síntese de inúmeros heterociclos³. Nosso objetivo neste trabalho é mostrar que líquidos iônicos são um meio adequado para a síntese de 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas à partir de acetais.

Resultados e Discussão

Os líquidos iônicos usados nesta síntese foram 1-metil-3-butylimidazol tetrafluorborato e hexafluorofosfato. Em um balão com agitação, resfriado a 0°C, onde foi adicionado o agente acilante (2mmol), o acetal (1mmol) foi misturado gota-a-gota, juntamante com piridina(2 mmol) e líquido iônico(8mmol). Após a adição, o banho de gelo foi removido e a reação permaneceu à temperatura ambiente por 120 min. Depois de completado este tempo, o produto foi isolado, lavando-se com éter etílico (3X). O solvente foi evaporado resultando 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas. A reação é ilustrada na figura 1.

As estruturas foram identificadas por espectroscopia de ressonância magnética nuclear de hidrogênio e carbono.

Figura 1



1,3	R ₁	R ₂
a	CH ₃	n-butyl
b	CH ₃	isopropyl
c	CH ₃	n-ethyl
d	CH ₃	Isopentyl
e	benzil	H

A comparação destes resultados com informações da literatura mostra que este método permite redução significativa do tempo reacional e ainda elimina o uso de solvente. Uma vez que o método convencional de acilação de acetais³ exige o uso de diclorometano como solvente e um tempo reacional de 18hs, podemos afirmar que estes líquidos são capazes de catalisar a síntese de 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas, sob condições ambiente. A eficácia dos líquidos iônicos em acelerar esta reação deve-se possivelmente a sua alta polaridade e a basicidade dos ânions. É importante notar a obtenção de bons rendimentos comparados aos da literatura. O presente trabalho encontra-se em fase inicial, a síntese de acilados à partir de acetais cíclicos e de outros agentes acilantes como anidrido trifluor acético está em desenvolvimento em nosso laboratório.

Conclusões

Uma metodologia simples, eficiente, com redução do tempo reacional e ausência do uso de solventes para a síntese dos intermediários 1,1,1-trialo-3-alquen-2-onas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e a FATEC pelo apoio financeiro.

¹Welton, T. *Chem. Ver.* **1999**, 99, 2071.

²Wassercheid, P.; Keim, W. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2000**, 39, 3772.

³Colla, A.; Martins, M.A.P.; Clar, G.; Krimmer,S.; Hscher, P. *Synthesis* 1991,483.