

Síntese de Benzoeterociclos-1,2,3-Triazóis-Ftalimidas (BTF) Promovida por Irradiação de Ultrassom

Fernanda C. G. Barbosa (IC), Ronaldo N. de Oliveira* (PQ)

Departamento de Química- Laboratório de Síntese de Compostos Bioativos- Universidade Federal Rural de Pernambuco, Rua Dom Manoel de Medeiros S/N, Dois Irmãos 52171-900 - Recife, PE – Brasil – e-mail: ronaldonoliveira@dq.ufrpe.br

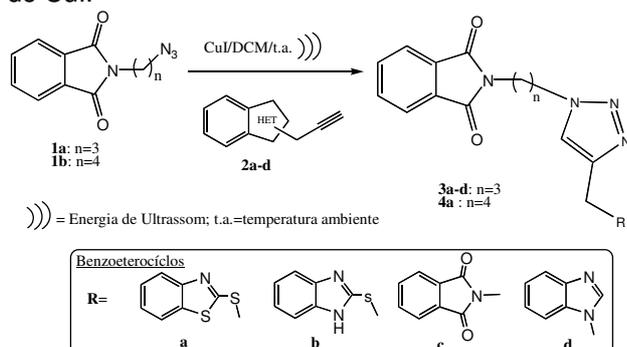
Palavras Chave: *Ultrassom, Ftalimidas, triazóis*

Introdução

Recentemente, a utilização da energia de ultrassom em síntese orgânica tornou-se uma metodologia útil devido algumas vantagens, tais como, redução do tempo reacional, economia de reagentes, aumento de rendimento, seletividade e favorecimento de algumas reações que, em condições normais, não acontecem.^{1,2} Neste trabalho, realizamos a reação de cicloadição 1,3-dipolar de Huisgen³ modificada por Sharpless⁴, entre ftalimida-(CH₂)_n-azidas e alcinos terminais de benzoeterociclos, com o auxílio da irradiação de ultrassom, para comparação entre os métodos convencional (Método A) e sob irradiação de ultrassom (Método B).

Resultados e Discussão

Primeiramente, sintetizamos os reagentes de partida (**2a-d**) com rendimentos entre 28-61% obtidos a partir do brometo propargílico e respectivos benzoeterociclos. As azidas (**1a,b**) foram preparadas com rendimentos de 60% (**1a**) e 93% (**1b**) através da reação entre N-[(bromo)-alquil]-ftalimidas e azida de sódio em DMF/60°C/ N₂/24h. As reações de cicloadição 1,3-dipolar que foram feitas pelo método convencional entre os alcinos (**2a-d**) e as azidas (**1a,b**) forneceram os produtos (**3a-d**) e (**4a**), com tempo reacional entre 19-28 h e com rendimentos entre 15-78% (Esquema 1, Tabela 1). Por outro lado, nas reações aplicando-se a energia de ultrassom obtivemos melhores rendimentos (41%-96%) em tempo reacional entre 1,5 h e 13,5 h. Ambos os métodos foram feitos utilizando-se DCM/temperatura ambiente/(10 mol%) de Cul.



Esquema 1: Síntese de benzoeterociclos-1,2,3-triazóis-Ftalimidas sob Irradiação de Ultrassom.

33ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela1: Comparação entre os Métodos Convencional (A) e Irradiação de Ultrassom (B) na síntese de **3a-d** e **4a**

Produto	Método Convencional (A)		Método Ultrassom (B) ⁽³⁾	
	Tempo (h)	Rend. ⁽¹⁾ (%)	Tempo (h)	Rend. ⁽²⁾ (%)
3 a	20	78	13,5	62
3 b	19	65	6	95
3 c	24	71	2	62
3 d	28	29	1,5	96
4 a	23	15 ⁽²⁾	2,5	41

⁽¹⁾ Rend. após cristalização em hexano/DCM; ⁽²⁾ Rend. após purificação por coluna cromatográfica (90% hexano:10% AcOEt-100% AcOEt) e cristalização em hexano/DCM. ⁽³⁾ UltraSonic Cleaner Modelo T740(40 kHz, 63W).

Conclusões

O uso do ultrassom para a realização da reação de cicloadição 1,3-dipolar entre azida-ftalimidas (**1a,b**) e alcinos (**2a-d**) demonstrou, em geral, ser mais eficiente na síntese de novos 1,2,3-triazóis com redução do tempo reacional e aumento de rendimento. Os compostos (**3a-d**) e (**4a**) foram caracterizados por análise de RMN ¹H e ¹³C, I.V e massa exata de alta resolução (LC-MS).

Agradecimentos

FACEPE pelo apoio financeiro. CNPq pela bolsa PIBIC/UFRPE concedida (F.C.G.B.) e a Central Analítica da UFPE.

¹ a) Barboza, J. C. S.; Serra, A. A. *Quím. Nova*, **1992**, *15*, 302. b) Martines, M.A.U; Davolos, M.R.; Júnior, M. J. *Quím. Nova*, **2000**, *23*, 251.

² Filho, R.A.W.N; de Oliveira, R.N. Application of Ultrasound Irradiation in Carbohydrate Synthesis. *Org. Chem. Highlights* **2009**. URL:<http://www.organic-chemistry.org/Highlights/2009/25July.shtm>.

³ Huisgen, R. *Pure Appl. Chem.*, **1989**, *61*, 613.

⁴ Rostovtsev, V.V.; Green, L.G.; Fokin, V.V.; Sharpless, K.B. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2002**, *41*, 2596.

