

## Aprimoramento de uma Metodologia para a Síntese de Iodoarenos.

José A. Nóbrega (PQ), Neirivaldo C. da Silva (IC)\*, Wagner André V. da Silva (IC)

Departamento de Química, Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande – PB  
 \*([neirivaldocavalcante@gmail.com](mailto:neirivaldocavalcante@gmail.com))

Palavras Chave: Compostos Aromáticos, Iodação, Ácido Tricloroisocianúrico, Sílica Úmida.

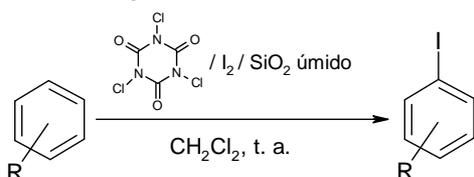
### Introdução

Os iodoarenos são intermediários valiosos na síntese de alguns compostos orgânicos, por meio da formação da ligação C-C, com metais de transição. Possuem importância na síntese de compostos farmacológicos e bioativos, demonstrando aplicações no campo da farmacologia, medicina e bioquímica. A iodação direta em aromáticos pode ser promovida pela reação entre  $I_2$  e um aromático. Outro método também utiliza aromáticos na presença do Ácido Triiodoisocianúrico (TICA). Contudo, em sua maioria, esses métodos requerem reagentes caros e tóxicos, além de temperaturas elevadas e longos tempos de reações. Esse trabalho investiga uma variação experimental e propõe uma estequiometria alternativa para a iodação de aromáticos utilizando o Ácido Tricloroisocianúrico (TCCA)<sup>1,2</sup>.

### Resultados e Discussão

O método utilizado para promover a iodação dos compostos aromáticos dispostos na Tabela 1, envolveu o uso do ácido tricloroisocianúrico, iodo molecular e  $SiO_2$  úmido, sendo que os experimentos foram conduzidos em diclorometano. A Figura 1 descreve o procedimento geral.

Figura 1. Iodação de aromáticos via TCCA/ $I_2$ / $SiO_2$ .



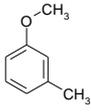
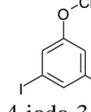
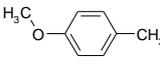
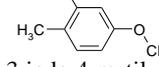
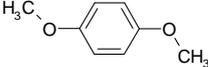
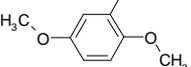
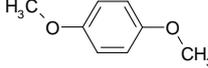
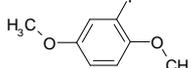
Uma simples mistura do composto aromático (1 eq), ácido tricloroisocianúrico (1 eq),  $SiO_2$  úmida e iodo (0,5 eq), em diclorometano, foi mantida em agitação por alguns minutos em temperatura ambiente. A reação foi monitorada por cromatografia de camada delgada. A extração da fase orgânica foi feita através da lavagem com água e solução de tiosulfato de sódio aquosa a 5%. A mistura foi seca com sulfato de sódio e em seguida submetida a coluna cromatográfica, utilizando hexano/acetato como eluente, produzindo rendimentos na faixa de 70-90%.

A estequiometria (1<sub>arom.</sub> / 1<sub>TCCA</sub> / 0,5<sub>iodo</sub>) foi adotada com a intenção de conduzir a reação com redução da quantidade do iodo molecular, em relação aos

demais reagentes, na tentativa de otimizar o procedimento e torná-lo economicamente mais interessante.

O efeito de impedimento estérico no grupo -metóxi do anel aromático explica a ocorrência dos ataques nas posições indicadas nas entradas 1 e 2. Os produtos foram caracterizados através de análises de Ressonância Magnética Nuclear RMN  $H^1$  e  $C^{13}$ .

Tabela 1. Iodação de aromáticos.

	Reagente	Produto	T / Rend %
1	 3-metil-anisol	 4-iodo-3-metil-anisol	30min / 89
2	 4-metil-anisol	 3-iodo-4-metil-anisol	30min / 40
3	 1,4-dimetóxi-benzeno	 1,4-dimetóxi-2-iodo-benzeno	30min / 70
4*	 1,4-dimetóxi-benzeno	 1,4-dimetóxi-2-iodo-benzeno	40min / 98

\*Estequiometria utilizada nessa entrada: Aromático (1 eq),  $I_2$  (1 eq), TCCA (0,66 eq).

### Conclusões

O sistema TCCA /  $I_2$  /  $SiO_2$  se mostrou eficiente em promover a iodação nos anéis aromáticos selecionados pela pesquisa. No geral, as reações produziram altos rendimentos e aconteceram em curto período de tempo. A precisão com que foi conduzida a iodação atribui importância à variação estequiométrica proposta nesse trabalho.

### Agradecimentos

Ao LTF (UFPB) e UFPE pela obtenção dos espectros.

<sup>1</sup> Akhlaghinia B.; Rahmani M.; *Turkish Journal of Chemistry*. 2009, 33, 67-72.

<sup>2</sup> Akhlaghinia B.; Rahmani M.; *Journal of Brazilian Chemical Society*. 2009, 00, 1-4.