

Preparo e caracterização de nanopartículas de Pd(0) estabilizadas por PVA em meio aquoso e aplicação em acoplamentos de Suzuki

Vanessa P. Siqueira* (IC), Jamille S. Castro (IC), Victor F. Ferreira (PQ), Daniela de Luna Martins (PQ)

Universidade Federal Fluminense, Centro de Estudos Gerais, Instituto de Química, Campus do Valonguinho, Outeiro de São João Batista s/n, Centro, Niterói, RJ 24020-141, Brasil.

Palavras Chave: nanopartículas metálicas, paládio (0), PVA, álcool polivinílico, acoplamento C-C, Suzuki.

Introdução

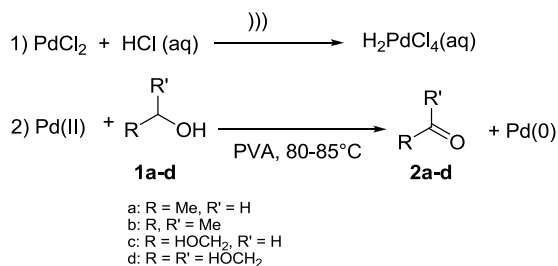
Nanopartículas de metais de transição podem ser aplicadas em catálise, na marcação biológica, como biossensores, em eletrônica, óptica, etc.¹

O desenvolvimento de métodos de preparo de nanopartículas de metais de transição em soluções aquosas, bem como a aplicação dessas soluções coloidais em síntese orgânica é desejável do ponto de vista econômico e ambiental. Além disso, nanopartículas de metais de transição são considerados catalisadores na fronteira entre a catálise heterogênea e homogênea, uma vez que podem apresentar alta eficiência catalítica, ao mesmo tempo em que oferecem a possibilidade de recuperação e reciclo.

Neste trabalho, foram preparadas e caracterizadas nanopartículas de Pd(0) estabilizadas pelo álcool polivinílico (PVA). As nanopartículas de Pd(0)-PVA foram testadas como catalisadores em reações de acoplamento de Suzuki.

Resultados e Discussão

As nanopartículas de Pd(0) foram obtidas através da redução do Pd(II)² na presença do PVA como agente de proteção (Esquema 1). Foram estudados os efeitos de diferentes tempos de reação (0,5; 1,0; 2,0 e 3,0 h), diferentes quantidades de PVA (0,5; 1,0 e 2,5 g) e de diferentes álcoois (EtOH, *n*PrOH, HOCH₂CH₂OH e HOCH₂CH(OH)CH₂OH).



Esquema 1. Preparo das soluções de Pd(0)-PVA

A redução do Pd(II) a Pd(0) e a formação de nanopartículas foi confirmada pela análise do espectro de UV-Vis das soluções de Pd(0)-PVA.

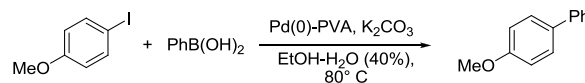
Não foi observado nenhum pico em 235 nm, no espectro eletrônico das soluções de Pd(0)-PVA, correspondente à transição de transferência de car-

ga ligante-metal dos íons [PdCl₄]²⁻ ou em 440 nm, correspondente à transição de transferência de carga ligante-metal do Pd(II) em solução de PVA.

O efeito protetor do PVA sobre as nanopartículas de Pd(0) foi investigado através da espectroscopia na região do infravermelho. A banda em 3427 cm⁻¹, a qual pode ser associada ao estiramento da ligação OH do PVA, apresentou um deslocamento devido à interação das hidroxilas do PVA com a superfície das nanopartículas de Pd(0).

As nanopartículas de Pd(0)-PVA também foram caracterizadas por RMN (¹H e ¹³C) e TGA (análise termogravimétrica).

As diferentes soluções de nanopartículas de Pd(0)-PVA obtidas foram aplicadas ao acoplamento de Suzuki entre o anisol e o ácido fenilborônico (Esquema 2).



Esquema 2. Reação de Suzuki catalisada por nanopartículas de Pd(0)-PVA

As nanopartículas de Pd(0)-PVA foram eficientes (R> 90%, rendimento por ¹H RMN) como catalisadores nos acoplamentos de Suzuki em tempos reacionais curtos (4-6 h) e puderam ser recuperadas e re-aproveitadas.

Conclusões

Foram preparadas soluções aquosas estáveis Pd(0)-PVA. As soluções coloidais preparadas foram eficientes na catálise de acoplamentos de Suzuki e puderam ser recuperadas e re-utilizadas sem perda apreciável da atividade catalítica.

Agradecimentos

FAPERJ, CNPq, CAPES.

¹ Roy, P. S.; Bagchi, J.; Bhattacharya, S. K. *Transition Met. Chem.* **2009**, *34*, 447.

² Li, Y.; Hong, X. M.; Collard, D. M. El-Sayed, M. A. *Org. Lett.* **2000**, *2*, 2385.