

Síntese do ligante 1,2-bis(2-hidroxibenzamida)etano e aplicação catalítica em reação de acoplamento C-C de Suzuki.

Daniel P. da Costa (PG)*, Leandro Bresolin (PQ), Marcos A. Gelesky (PQ), Sabrina M. Nobre (PQ).

Universidade Federal do Rio Grande, Escola de Química e Alimentos, Programa de Pós Graduação em Química Tecnológica Ambiental Av. Itália, Km 8, Campus Carreiros Rio Grande RS.

Palavras Chave: *ligante bis-amida, acoplamento carbono-carbono, reação de Suzuki.*

Introdução

Atualmente há um grande interesse no estudo da química de coordenação e no desenvolvimento de novos sistemas catalíticos a base de metais de transição para reações de acoplamento C-C.

Ligantes bis-amida apresentam uma grande importância no âmbito da química, pois muitos destes compostos podem atuar como ligantes frente a metais de transição (cobre, níquel, zinco, cromo, ferro e paládio) e apresentarem atividade catalítica.^{1,2,3}

O objetivo deste trabalho é apresentar a síntese do ligante 1,2-bis(2-hidroxibenzamida)etano (Figura 1), derivado do ácido salicílico e etilenodiamina que na presença de precursores de paládio podem apresentar atividade catalítica em reações de acoplamento C-C do tipo Suzuki.

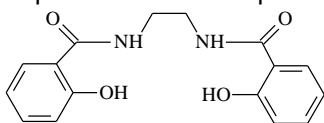


Figura 1. Estrutura do ligante 1,2-bis(2-hidroxibenzamida)etano.

Resultados e Discussão

Para a síntese deste composto (Figura 2) foi utilizado salicilato de metila (200 mmol, 25,7 mL), juntamente com etilenodiamina (100 mmol, 6,6 mL) sob agitação magnética, mantido a 110°C em sistema com refluxo por 7 horas, sem a utilização de solvente.⁴

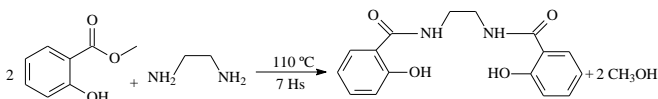


Figura 2. Esquema proposto para a síntese do ligante 1,2bis(2-hidroxibenzamida)etano.

Após etapas de purificação e secagem a vácuo foi obtido um sólido branco que apresentou ponto de fusão 180 °C. O produto foi caracterizado por espectroscopia no infravermelho (IV) e apresentou bandas de vibrações características da molécula. Foram observadas as bandas em 3392 cm⁻¹ (ν_{N-H}), 3061 cm⁻¹ (ν_{C-H(arom.)}), 2954(ν_{C-H(alif.)}),

1641 cm⁻¹ (ν_{C=O}). Estas bandas de vibrações estão de acordo com valores encontradas na literatura.⁵

Testes preliminares utilizando o sistema catalítico composto pelo ligante 1,2-bis(2-hidroxibenzamida)etano na presença de Pd(OAc)₂ forneceram resultados promissores para a reação de Suzuki (acoplamento C-C de haletos de arila e ácidos arilborônicos).⁶

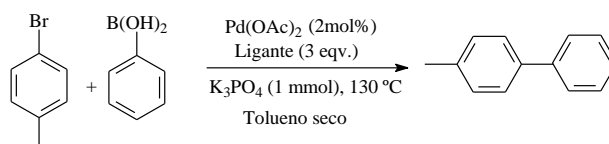


Figura 3. Modelo de reação de Suzuki utilizado para testes catalíticos na presença do ligante bis-amida.

Conclusões

Sendo assim, está sendo proposto a síntese do ligante 1,2-bis(2-hidroxibenzamida)etano e a utilização deste em sistema catalítico para reações de acoplamento C-C de Suzuki. Outras técnicas de caracterização serão realizadas como análise elementar (CHN), espectroscopia de ressonância magnética nuclear de próton e carbono para confirmação estrutural da molécula. O sistema proposto apresenta atividade catalítica para reações de acoplamento C-C.

Agradecimentos

CAPES, Universidade Federal do Rio Grande (FURG), Programa de Pós-Graduação em Química Tecnológica e Ambiental (PPGQTA-FURG).

¹ Maurya, M. R.; Titinchi, S. J. J.; Chand, S. *Catalysis Letters* **2003**, 89 (3-4), 219.

² Smekal, Z.; Sindelar, Z.; Klicka, R. *Monatshefte fur Chemie* **1998**, 129, 769.

³ Verboom, R. C.; Plietker, B. J.; Backvall, J.E. *Journal of Organometallic Chemistry* **2003**, 687, 508.

⁴ Cheng, K.; Zheng, Q. Z.; Qian, Y.; Shi, L.; Zhao, J.; Zhu, H. L. *Bioorganic & Medicinal Chemistry* **2009**, 17, 7861.

⁵ Silverstein, R. M.; Kiemle, D. J.; Webster, F. X. *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos* **2006**, 7ª Ed, 508p; Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S. *Introduction to spectroscopy*. 3ª Ed., São Paulo: Brooks/Cole – Thomson Learning, **2001**, 680p.

⁶ Miyaura, N.; Suzuki, A. *Chem. Ver.* **1995**, 95, 2457.