

## Síntese de ligantes bis amidas simétricos.

Daniel P. da Costa (PG), Joliano da S. Dias (IC), 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-amidas, cobre, acoplamento carbono-carbono, reação de Suzuki.*

### Introdução

Ligantes bis amidas 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.<sup>1,2,3</sup>

Estes ligantes nitrogenados podem atuar como doadores de pares eletrônicos, e formar complexos com centros metálicos com geometria quadrado planar podendo apresentar atividade catalítica.

Assim, o objetivo deste trabalho é apresentar a síntese dos ligantes bis-amidas (Figura 1) e complexá-los com cobre e outros metais.

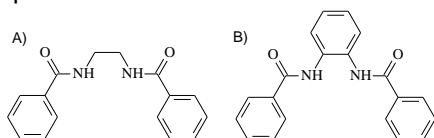


Figura 1 - Estrutura dos ligantes bis amidas propostos.

### Resultados e Discussão

Para a síntese do composto A (Figura 1) foi utilizado cloreto de benzoíla (40 mmol, 4,6 mol) e trietilamina (50 mmol, 7 ml) juntamente com etilendiamina (20 mmol, 1,3 ml) e cloreto de metileno (60 ml) como solvente, sob agitação magnética, mantido a temperatura ambiente por 20 horas (Figura 2). (Rend. 73%).

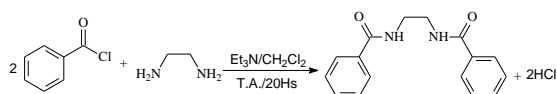


Figura 2 - Esquema proposto para a síntese do ligante 1,2-bis(benzamida)etano.

Após etapas de purificação e secagem a vácuo foi obtido um sólido branco que apresentou ponto de fusão 267 °C.

Para a síntese do composto B foi utilizado ortofenilenodiamina e cloreto de benzoíla nas mesmas condições da síntese do composto A, obtendo-se rendimento de 64%. Ao final obteve um sólido branco que não fundiu até 300°C.

Os compostos A e B foram caracterizados por espectroscopia no infravermelho e apresentaram as seguintes bandas de vibrações: composto A: 3296  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{N-H}$ ), 3086  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C-H( arom. )}$ ), 2956 ( $\nu_{C-H( alif. )}$ ), 1631  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C=O}$ ); composto B: 3271

$\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{N-H}$ ), 3055  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C-H( arom. )}$ ), 1657  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C=O}$ ). As bandas de vibrações apresentadas para os compostos A e B estão de acordo com dados da literatura.<sup>4</sup>

Para a síntese de complexação com cobre (II) foi utilizando 1,2-bis(benzamida)etano (ligante A) (200mg, 0,75 mmol) e acetato de cobre (II) (136,5mg, 0,75 mmol). O ligante foi dissolvido em etanol e desprotonado com sódio metálico e a seguir adicionou-se o acetato de cobre deixando em refluxo por 20 horas, rendimento 60%. Ao final obteve-se um precipitado de cor marrom escuro e quando feito o ponto de fusão não houve mudança de estado físico até 300 °C, diferentemente do ligante que apresentou ponto de fusão em 267°C. O complexo foi caracterizado por espectroscopia no infravermelho e apresentou as seguintes bandas de vibração: 3298  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{N-H}$ ), 3086  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C-H( arom. )}$ ), 2956 ( $\nu_{C-H( alif. )}$ ), 1560  $\text{cm}^{-1}$  ( $\nu_{C=O}$ ).

### Conclusões

Sendo assim, para este trabalho foi realizado a síntese dos ligantes bis amidas. Pretende-se estudar a formação de complexos destes ligantes na presença de cobre e outros metais com preferência a geometria quadrado planar.

Outras técnicas de caracterização serão realizadas como análise elementar (CHN), espectroscopia de ressonância magnética nuclear de hidrogênio e carbono para confirmação estrutural das moléculas. Os complexos e os ligantes serão avaliados cataliticamente para reações de acoplamento C-C de Suzuki.

### Agradecimentos

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

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

<sup>2</sup> Smekal, Z.; Sindelar, Z.; Klicka, R. *Monatshfte fur Chemie* **1998**, 129, 769.

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

<sup>4</sup> 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.