

Estudo de metodologias sintéticas para a obtenção de tiossemicarbazidas mono e di-substituídas

Danilo Sousa Pereira* (IC), Camilla Moretto dos Reis (PG) e Aurea Echevarria (PQ)

sousadanilo90@gmail.com

Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.

Palavras Chave: Tiossemicarbazidas, Micro-ondas, Maceração.

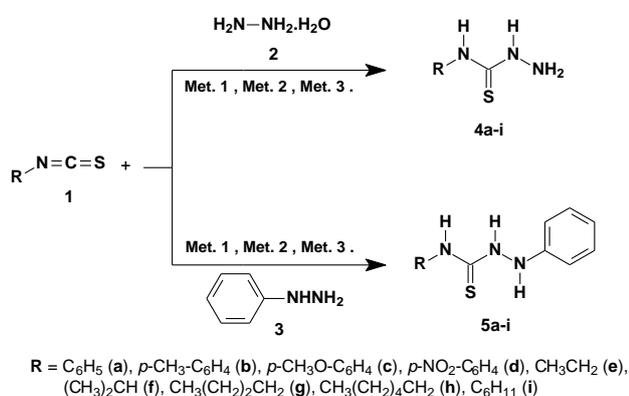
Introdução

A síntese de tiossemicarbazidas tem apresentado grande interesse, especialmente pela sua diversificada atividade biológica¹ e, também devido à aplicação destes compostos na inibição da corrosão². Além disso, as tiossemicarbazidas são muito utilizadas como intermediários na síntese de compostos heterocíclicos. Logo, este trabalho tem como objetivo o estudo de metodologias para a obtenção de diferentes tiossemicarbazidas mono e di-substituídas.

Resultados e Discussão

As tiossemicarbazidas mono-substituídas (**4a-i**) e di-substituídas (**5a-i**) foram preparadas por três diferentes metodologias conforme mostrado no esquema 1.

Esquema 1



A primeira metodologia consistiu na agitação, em temperatura ambiente, de quantidades equimolares do isotiocianato substituído (**1**) e da hidrazina hidratada (**2**) ou fenilidrazina (**3**), durante 60 minutos, utilizando tolueno como solvente orgânico³. Após o término da reação os produtos foram filtrados e lavados com tolueno gelado. Na metodologia 2 irradiou-se quantidades equimolares dos reagentes em forno de micro-ondas científico por 30 minutos a 100W, também na presença de tolueno³. Os produtos obtidos foram filtrados e lavados com tolueno gelado. Por fim, na metodologia 3, quantidades equimolares dos reagentes foram misturados em gral e macerados vigorosamente

com pistilo por 2 minutos na ausência de solvente orgânico. Os produtos obtidos foram lavados com tolueno gelado. A Tabela 1 mostra os rendimentos obtidos nas diferentes metodologias.

Tabela 1. Rendimentos obtidos para as tiossemicarbazidas.

Composto	Rendimentos (%)			Composto	Rendimentos (%)		
	Met. 1	Met. 2	Met. 3		Met. 1	Met. 2	Met. 3
4a	79	65	100	5a	93	83	100
4b	85	71	100	5b	92	78	100
4c	80	67	100	5c	92	80	100
4d	89	77	100	5d	95	73	100
4e	97	36	100	5e	97	25	100
4f	99	30	100	5f	99	35	100
4g	94	28	100	5g	94	22	100
4h	94	34	100	5h	94	31	100
4i	98	41	100	5i	93	83	100

A obtenção das tiossemicarbazidas através da metodologia tradicional (Met.1) mostrou-se mais eficiente em relação à assistida por micro-ondas (Met.2), proporcionando maiores rendimentos, especialmente para as tiossemicarbazidas alquil-substituídas. O baixo desempenho nas reações assistidas por micro-ondas pode ser devido à grande volatilidade dos isotiocianatos. Contudo, a metodologia 3 mostrou ser a mais eficiente para a obtenção das tiossemicarbazidas por proporcionar rendimentos quantitativos em menor tempo de reação (2 minutos), além de produtos puros.

Conclusões

A metodologia usando maceração mostrou ser a mais eficiente, pois levou às tiossemicarbazidas em rendimentos quantitativos e com alto grau de pureza em apenas 2 minutos de reação, e sem a utilização de solvente orgânico.

Agradecimentos

UFRRJ, CNPq e PETROBRAS.

¹Yamaguchi, M.U.; Barbosa da Silva, A.P.; Ueda-Nakamura, T.; Dias Filho, B.P.; Conceição da Silva, C.; Nakamura, C.V. *Molecules*, **2009**, *14*, 1796. ²Ebenso, E.E.; Isabirye, D.A.; Eddy, N.O. *Inter. J. Mol. Sci.*, **2010**, *11*, 2473. ³Reis, C.M.; Pereira, D.S.; Paiva, R.O.; Kneipp, L.F.; Echevarria, A. *Molecules*, **2011**, *16*, 10668.