

# 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

## Síntese do composto N,N'-1,2-fenileno bis(4-bromobenzamida)

SCHAIDHAUER DUARTE, Leonardo (IC)  
MADRUGA NOBRE, Sabrina (PQ)  
MACHADO SIQUEIRA CAVALHEIRO, Valeria (PG)  
PEREIRA DA COSTA, Daniel (PG)  
lduarte\_sc@hotmail.com

Evento: Congresso de iniciação científica  
Área do conhecimento: Química Inorgânica

**Palavras-chave:** Bis-amida, síntese, acoplamento.

### 1 INTRODUÇÃO

Compostos nitrogenados da classe amida e bis amidas despertam atenção pela capacidade de se coordenar a metais de transição.<sup>1</sup> Estes compostos nitrogenados também podem ser utilizadas como precursores de moléculas com propriedades químicas e físicas, por exemplo podem atuar como precursores de macromoléculas.

Estes compostos também mostram-se extremamente importantes na catálise, pois podem atuar como ligante junto à um metal, seja na forma “livre”, ou coordenada formando um novo precursor catalítico.<sup>2,3,4</sup>

As reações de acoplamento cruzado nas últimas décadas tiveram um desenvolvimento substancial no número de publicações.<sup>5,6</sup> Devido a este crescimento de diferentes sistemas catalíticos e da importância destes compostos nitrogenados, amidas e bis amidas, este trabalho visa sintetizar um compostos da classe bis amida, caracterizá-lo e posteriormente testá-lo nas reações de acoplamento cruzado, mais especificamente nas reações de Suzuki.<sup>7</sup>

### 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a síntese do ligante (Esquema 1), uma solução de Cloreto de 4-bromobenzoila (5 mmol; 1,1g) em 5 mL de benzeno foi adicionada lentamente em banho de gelo a uma solução de *o*-fenilenodiamina (2,5 mmol; 0,250g) e trietilamina (0,7 mmol; 07 mL) em 5 mL de benzeno. O sistema permaneceu sob refluxo e agitação magnética por 2 horas, após repousou por 20 horas. O sólido foi coletado por filtração a vácuo e lavado com água destilada para obter o produto mais puro. Ao final foi obtido um sólido branco caracterizado por ponto de fusão e espectroscopia no infravermelho.

# 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

Esquema 1: Esquema reacional para a síntese N,N'-1,2-fenileno bis(4-bromobenzamida)

## 3 RESULTADOS e DISCUSSÃO

A síntese proposta levou a formação de um produto inédito de cor branca, rendimento de aproximadamente 80% (0,954g) e ponto de fusão de 245°C. A análise de IR do ligante apresentou os seguintes valores de número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ ):  $\nu_{\text{C=O}}$  em 1649;  $\nu_{\text{C-N}} + \delta_{\text{N-H}}$  em 1535;  $\nu_{\text{C-N}} + \delta_{\text{N-H}}$  em 1300 e  $\nu_{\text{Car-H}}$  em 3068. Uma das principais bandas do espectro de infravermelho do ligante são as bandas que representam o estiramento C=O e N-H, pois indicam a formação da molécula bis amidas, além de estarem de acordo com a literatura.<sup>8</sup> Também observamos que uma banda em  $3269 \text{ cm}^{-1}$  forte e aguda é característica da ligação N-H, mostrando a reação na função amida. Pode-se observar também banda com deslocamento em  $1070 \text{ cm}^{-1}$  referente à  $\nu_{\text{Car-Br}}$ .<sup>9</sup>

Outras caracterizações, como difração de raios-X de monocristal, ultravioleta visível e RMN de prótons estão sendo realizadas para caracterizar melhor o composto. Além disso, testes catalíticos já foram iniciados.

## 4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Na primeira etapa deste trabalho foi possível obter um composto tipo bis amida inédito. A caracterização desta bis-amida ocorreu inicialmente por Espectroscopia no Infravermelho. Já foi obtido o resultado da difração de raios-X de monocristal, o qual confirmou a presença do composto esperado, entretanto estes dados estão sendo tratados.

Testes catalíticos já foram iniciados, na qual este composto atua como ligante na reação de Suzuki.

## REFERÊNCIAS

- 1 Beletskaya I.P.; Cheprakov A.V. *Coord. Chem. Rev.* **2004**, 248, 2337
- 2 (a)Dino Alberico D.; Scott M.E.; Lautens M. *Chem. Rev.* **2007**, 107, 174. (b) Littke A. F.; Fu G. C. *Angew. Chem. Int.* **2002**, 41, 4176
- 3 Wentzel M.T.; Hewgley J.B.; Kamble R.M.; Wall P.D.; Kozlowski M.C. *Adv. Synth. Catal.* **2009**, 351, 931
- 4 Colacot, T.J.; Snieckus, V., Johansson Seechum, C.C.C.; Kitching, M.O. *Angew. Chem. int. Ed.* **2012**, 51, 5062
- 5 Candeias, N. R.; Branco, L. C.; Gois, P. M. P.; Afonso, C. A. M., Trindade, A. F. *Chem. Rev.* **2009**, 109, 2703
- 6 Herrmann, W.A.; Böhm, V.P.W.; Reisinger, C.P. *J.Organomet. Chem.* **1999**, 23, 576.

## 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

7 Gerstenberger B.S.; Rauckhorst M.R.; Starr J.T. *Org. Lett.* **2009**, 11, 2097

8 Donald L. Pavia [et al.]; *Introdução à espectroscopia*. São Paulo: Cengage, 2010

9 da Costa, Daniel Pereira.; Nobre, Sabrina Madruga.; Gonçalves, Bruna Lisboa.; Vicenti, Juliano Rosa de Menezes.; Back, Davi Fernando. *Acta Cryst.* **2013**, E**69**, o201