

Thais Kroetz (IC), Débora Müller Pimentel (PG), Fabiano Severo Rodembusch (PQ)

Grupo de Pesquisa em Novos Materiais Orgânicos e Fotoquímica - IQ/UFRGS

Av. Bento Gonçalves, 9500 - Porto Alegre-RS - CEP 91501-970

<http://www.iq.ufrgs.br/Inmo>

E-mail: kroetzthais@gmail.com

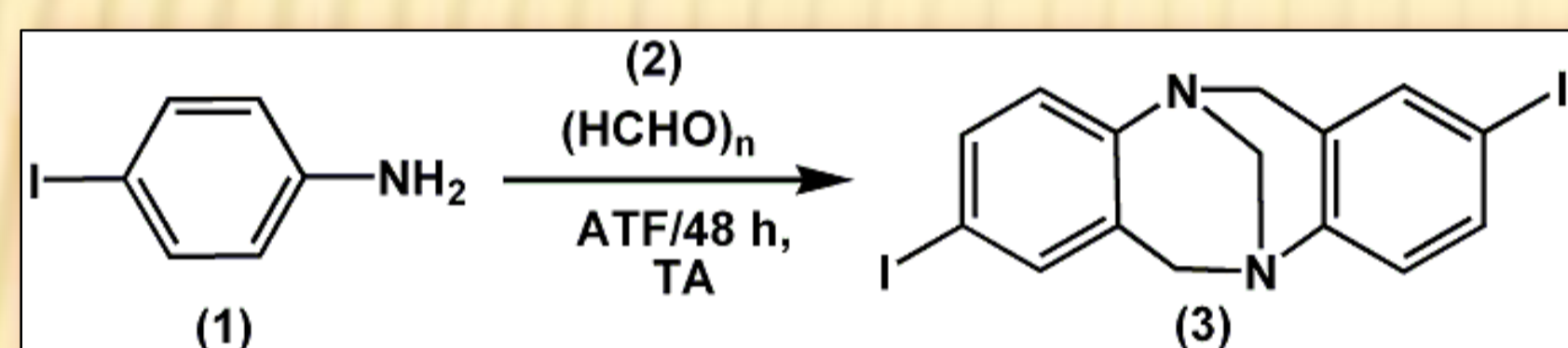
Introdução

Bases de Tröger foram primeiramente descritas por Julius Tröger em 1887 e são aminas quirais que possuem baixa velocidade de interconversão configuracional podendo ser encontradas na forma de enantiômeros,[1] apresentando também grande rigidez estrutural devido sua superfície côncava. Estas características fazem com que estas moléculas apresentem importantes aplicações sintéticas, tecnológicas e bioquímicas.[2]

Este trabalho possui como objetivo principal a síntese de uma base de Tröger halogenada para futura utilização em reações de acoplamento do tipo Sonogashira,[3] bem como a sua caracterização pelas técnicas espectroscópicas usuais.

Experimental

A obtenção da base de Tröger (**3**) consiste na reação da 4-iodo-anilina (**1**) com paraformaldeído (**2**) em ácido trifluoroacético (ATF) à temperatura ambiente por 48 horas (**Esquema 1**).



Esquema 1. Reação de obtenção da base de Tröger (**3**).

A mistura resultante é vertida sobre água gelada e basificada até pH 8. Logo após, o precipitado formado é filtrado e seco. O produto (**3**) é purificado por cromatografia em coluna utilizando diclorometano como eluente e sílica como fase estacionária.[4]

Resultados

O produto foi obtido com um rendimento similar ao encontrado na literatura (~37%) e sua estrutura foi confirmada por métodos espectroscópicos clássicos (^1H , ^{13}C -RMN e FTIR). A **Figura 1** apresenta o espectro de ressonância magnética nuclear de hidrogênio (^1H -RMN), em CDCl_3 .

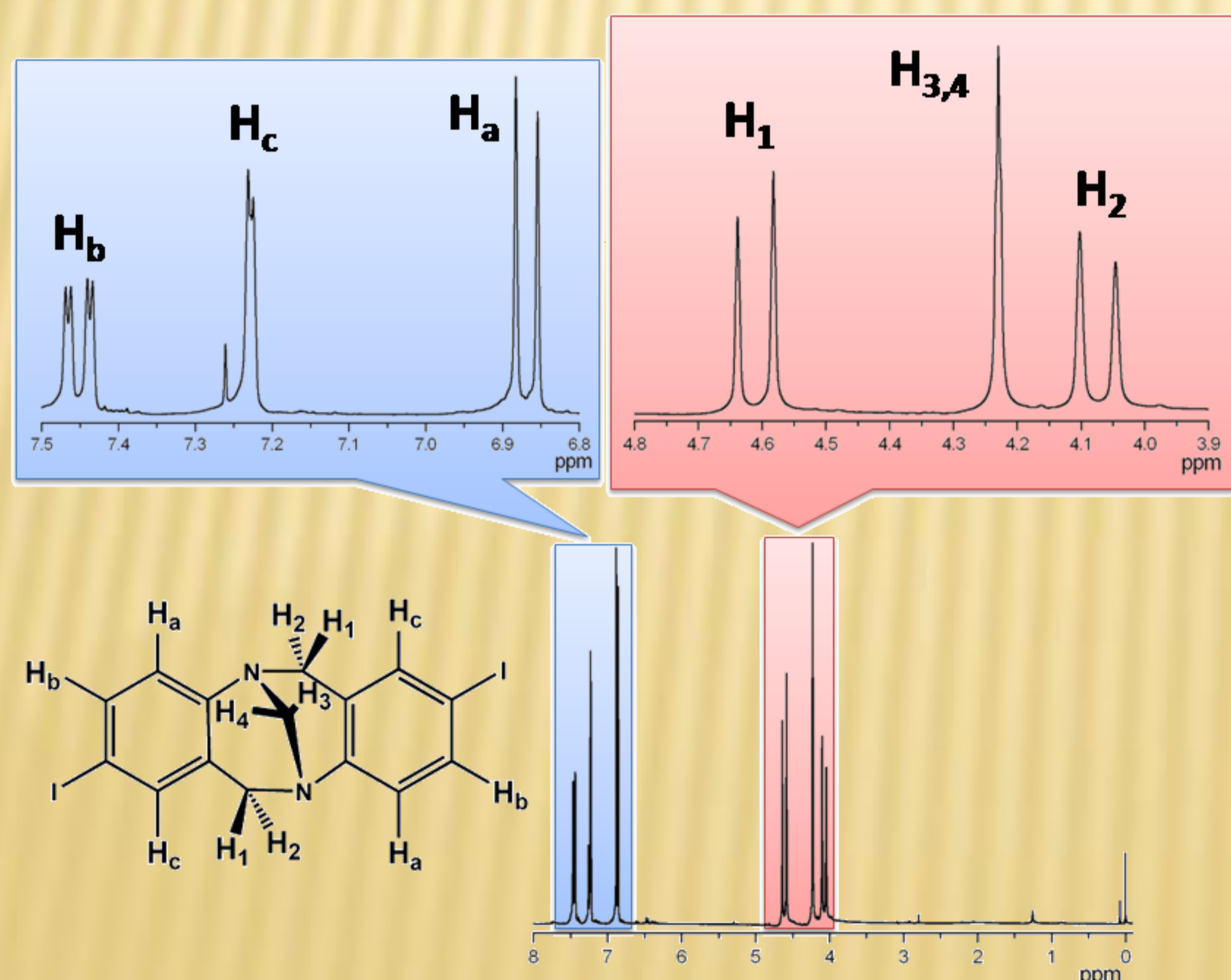


Figura 1. Espectro de ^1H -RMN do produto **3**, onde são apresentadas as regiões alifáticas (direita) e aromáticas (esquerda)

O espectro de ressonância magnética nuclear de carbono (^{13}C -RMN) através da técnica de APT (Attached Proton Test) é apresentado na **Figura 2**.

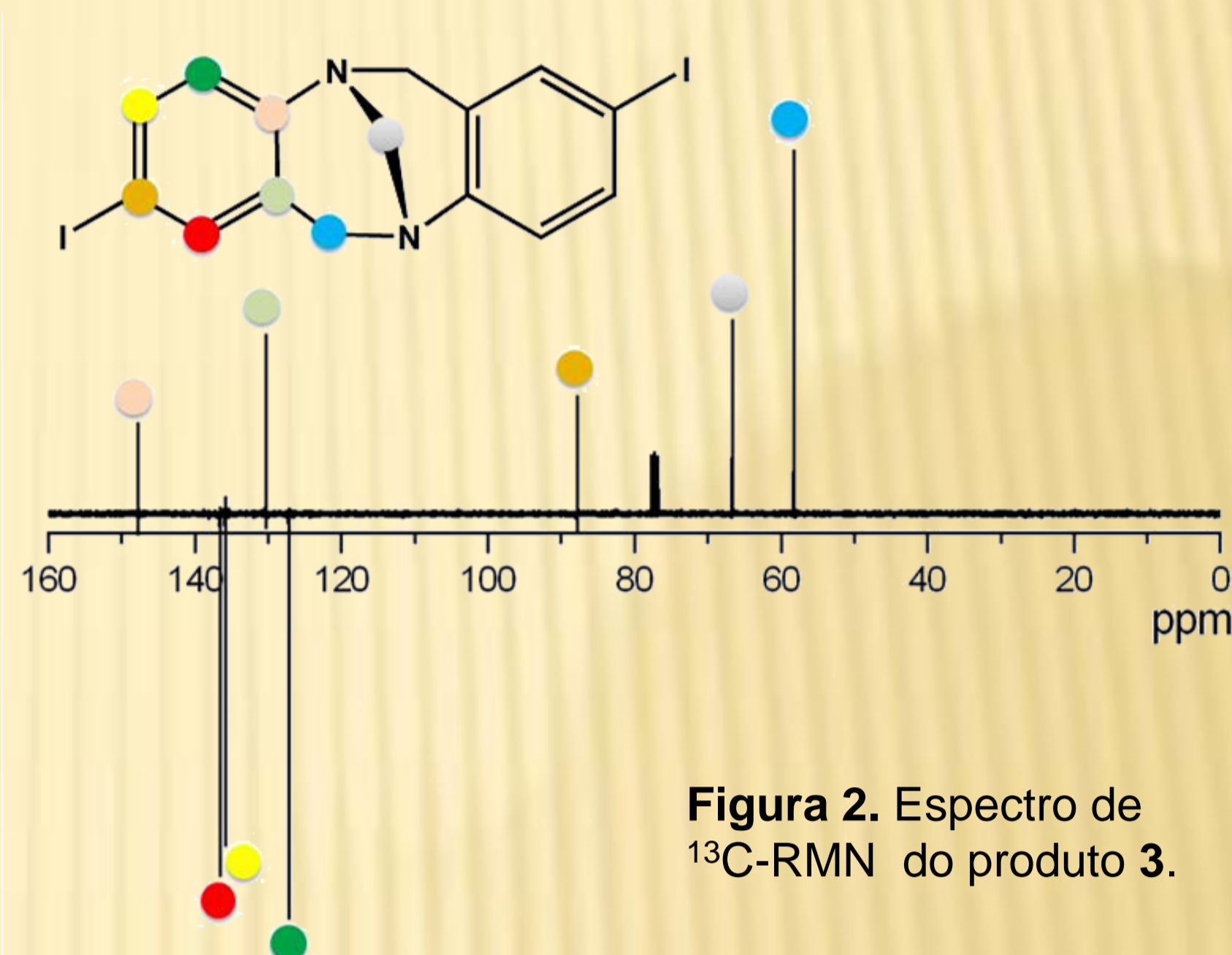


Figura 2. Espectro de ^{13}C -RMN do produto **3**.

Os carbonos alifáticos encontram-se na região de 58,3 a 67,0 ppm e os carbonos aromáticos encontram-se na região de 87,8 a 147,8 ppm. Outra técnica utilizada para a comprovação da estrutura do produto é a espectroscopia no infravermelho (**Figura 3**). Observa-se que não existe banda de amina primária ($\sim 3300\text{ cm}^{-1}$) relativa ao reagente de partida, comprovando a formação de amina terciária, além dos sinais de estiramento C-H alifáticos ($< 3000\text{ cm}^{-1}$).

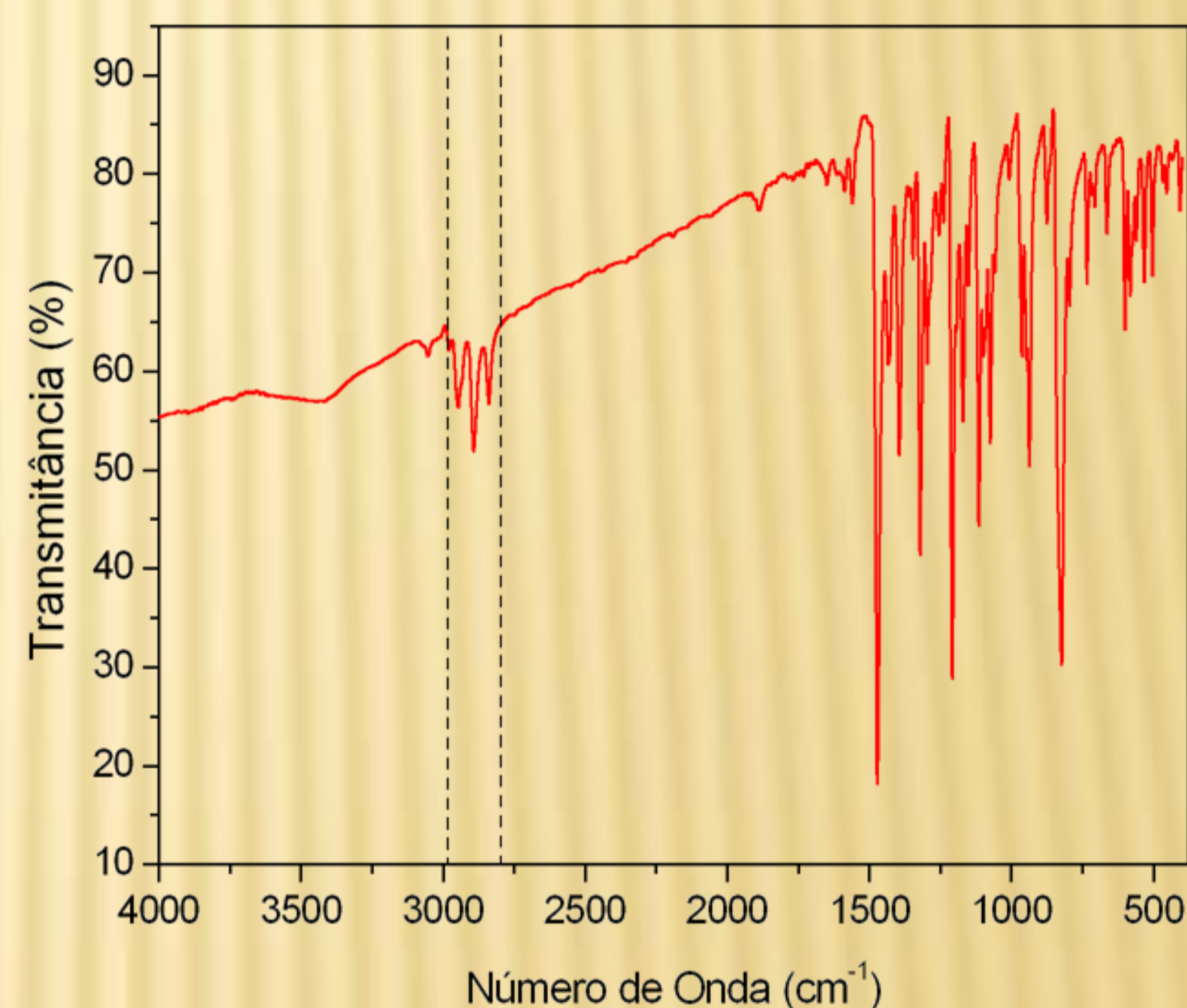


Figura 3. Espectro de absorção na região do Infravermelho do produto **3**.

Conclusão

Foi sintetizada uma base de Tröger halogenada derivada da 4-iodo-anilina, com bons rendimentos. A análise espectroscópica confirma a estrutura esperada para a base de Tröger **3**.

Referências

1. Tröger, J. *J. Prakt. Chem.* **1877**, 36, 225.
2. Rúnarsson, O.V.; Artacho, J. *et al. Eur. J. Org. Chem.* **2012**, 36, 7015.
3. Bew, S.P.; Legentil, L. *et al. Chem. Commun.*, **2007**, 389.
4. Jensen, J.; Strozyk, M. *et al. J. Heteroc. Chem.* **2003**, 40, 373.

Agradecimentos