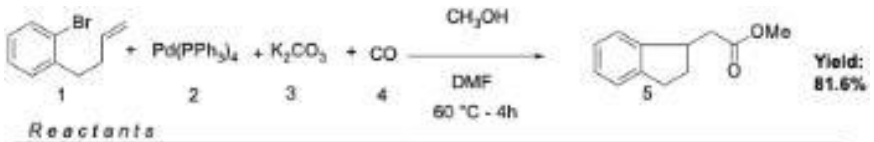
Experimento 1 **NFA-24-003 Adição nucleofílica ao epóxido**

Data de início: 23/04/2024 Data de término: 24/04/2024

Referências: CN114524914A e J. CHEM. SOC. PERKIN TRANS (1985), 2585-2598

Objetivo: Refazer o experimento 2, adicionando uma solução fresca de etóxido de sódio em etanol.

Dados experimentais



Reactants

Formula	$C_{10}H_{11}Br$	$C_{72}H_{60}P_4Pd$	CK_2O_3	CO	CH_4O	C_3H_7NO
MW	211,10	1155,59	138,20	28,01	32,04	73,09
Limiting?	**Yes**	No	No	No	No	No
Equivalents	***1,00***	***0,05***	***2,00***	***10,00***	***10,00***	***100,00***
Sample Mass	***1,00g***	273,70mg	1,31g	1,33g	1,52g	34,63g
%Weight						
Molarity						
Density					***792,00mg/L***	***944,00mg/L***
Volume					***1,92mL***	36,68mL
Reactant Moles	4,74mmol	236,85µmol	9,47mmol	47,37mmol	47,37mmol	473,70mmol
Reactant Mass	1,00g	273,70mg	1,31g	1,33g	1,52g	34,63g

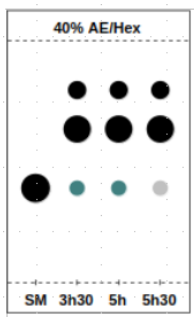
Products

Formula	$C_{12}H_{14}O_2$
MW	190,24
Equivalents	
%Completion	
Expected Mass	901,19mg
Expected Moles	4,74mmol
Measured Mass	**735,00mg**
Purity	
Product Mass	735,00mg
Product Moles	3,86mmol
%Yield	81,56%

Procedimento Experimental

A uma solução de **1** em DMF, foram adicionados MeOH, K_2CO_3 e $Pd(PPh_3)_4$. Essa mistura reacional foi degaseificada via um método de congelamento-bombeamento--degelo e então colocada em uma bomba paar, sendo carregada com CO (5 bar). O meio reacional foi aquecido sob argônio até 60 °C por 4 horas. Após liberar a pressão, o meio reacional foi analisado por (...), confirmando o término.

Tabela 1: CCD 1 - 30 minutos de reação.

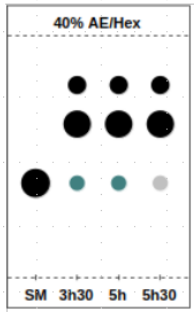
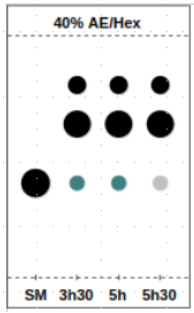
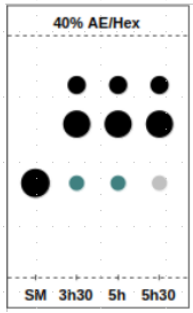
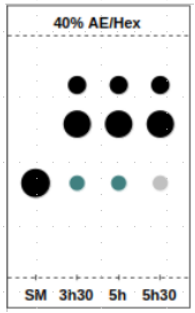
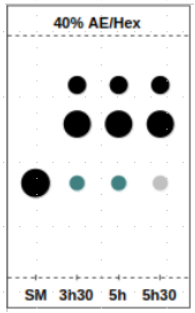
Tempo	Eluente	Revelador	Figura	Conclusão
30 min	Hexano:AcOEt 3:2	UV (254 nm)		Completo/Incompleto

Legenda: SM = Starting Material; tempos são autoexplicativos.

Purificação

O produto bruto foi purificado por coluna de sílica. 20 g de SiO_2 foram utilizados em uma coluna de 10 cm de diâmetro. O eluente utilizado foi uma mistura Hexano:AcOEt 3:2, de acordo com os resultados obtidos pela CCD.

Tabela 2: Placas de CCD para a purificação do produto por coluna cromatográfica.

Placa 1	Placa 2	Placa 3	Placa 4	Placa 5
				

Legenda: SM = Starting Material; tempos são autoexplicativos.

Alternativamente, pode-se descrever procedimentos de recristalização ou destilação.

1. Recristalização: Inserir solvente ou mistura de solvente empregada, temperatura de aquecimento (se for o caso) e aspecto/cor do cristal obtido;
2. Destilação: Inserir temperatura de aquecimento, temperatura do vapor recolhido e devidamente armazenado, volume de destilado recolhido e sua aparência.

Incluir dados de **rendimento** do produto *bruto* **e** *purificado*!

Caracterização

O produto obtido foi caracterizado por FTIR e RMN (^{1}H e ^{13}C).

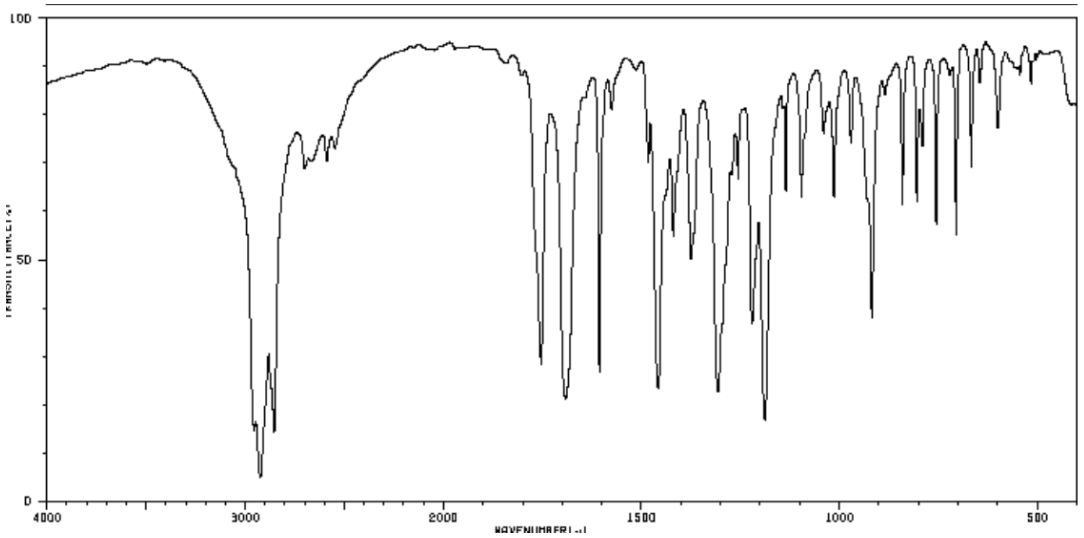


Figura 1: Espectro na região do infravermelho do produto bruto.

Tabela 3: Atribuição de bandas observadas no espectro no infravermelho do produto bruto.

Número de onda, ν/cm^{-1}	**Atribuição**	**Número de onda, ν/cm^{-1}**	**Atribuição**
2950	ν C–H (sp^3)	1730	ν C=O (RCO_2H)
1700	ν C=O (éster)	1600 e 1460	ν C=C (Benzeno)
1190	ν C(O)OR (éster)	900	τ C=C (Benzeno)

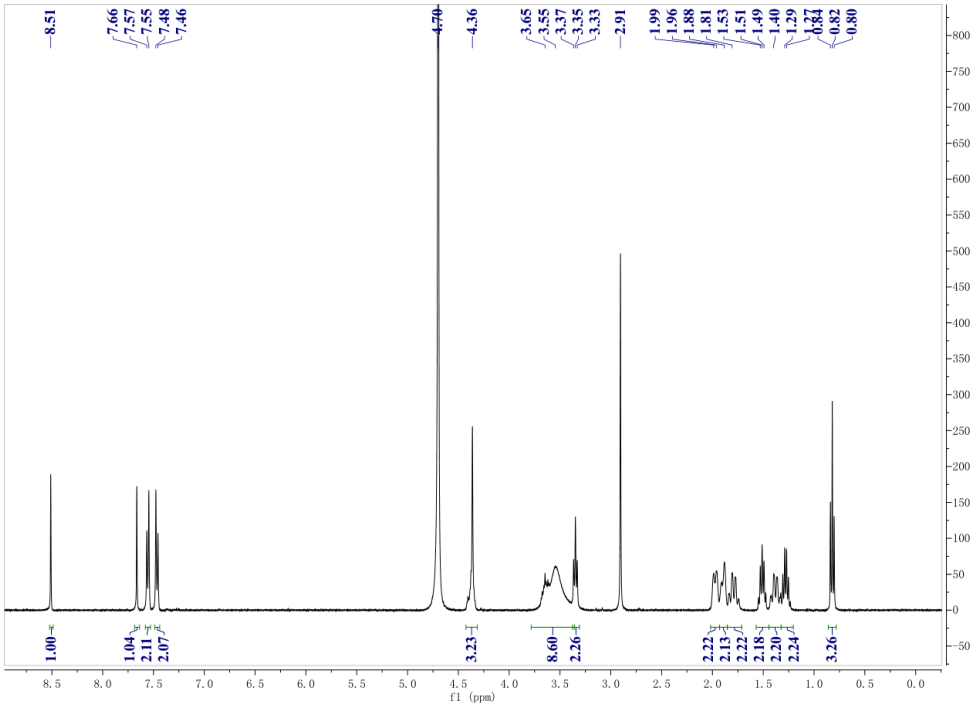


Figura 2: Espectro de RMN de ^{1}H do composto bruto.

Tabela 4: Atribuição de sinais observados no espectro de RMN de ^{1}H do composto bruto.

Deslocamento químico, δ/ppm	**Multiplicidade** [a]	**Constante de acoplamento, J/ Hz**	**Atribuição**
1,5	d	$^{3}J_{\text{H-3,H-4}}$ = 7,5	H-3
2,3	dd	$^{3}J_{\text{H-4,H-3}}$ = 7,0 e $^{3}J_{\text{H-4,H-5}}$ = 3,0	H-4

[a] *Legenda: s = simpleto, d = dupleto, t = tripleto, q = quarteto, m = multipleto, dd = dupleto duplo (...).*

Conclusões e sugestões

O produto foi obtido com sucesso pelas evidências reacionais e espectroscópicas. O rendimento necessita ser melhorado.

Sugestões para melhoria do rendimento: modificar ordem de adição dos reagentes e realizar testes de otimização variando (i) o solvente empregado, (ii) o catalisador e suas quantidades e (iii) o tempo de reação.