

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO  
**REBECCA JORGE CERVASIO**

SÍNTESE DE DI-HIDROPIRIMIDINONAS E DI-HIDROPIRIMIDINTIONAS  
UTILIZANDO CARBONATO DE PROPILENO COMO SOLVENTE VERDE

RIO DE JANEIRO  
2015

Rebecca Jorge Cervasio

SÍNTESE DE DI-HIDROPIRIMIDINONAS E DI-HIDROPIRIMIDINTIONAS  
UTILIZANDO CARBONATO DE PROPILENO COMO SOLVENTE VERDE

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto de Química da  
Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários  
à obtenção do grau de Química com Atribuições Tecnológicas.

Orientadores: Flavia Martins da Silva  
Joel Jones Junior

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer aos meus orientadores, Professora Flavia e Professor Joel, pelo conhecimento que me foi passado com tanta dedicação e o acolhimento que recebi no Laboratório SOA. Seu amor pela Química me inspirou a ser uma estudante curiosa e crítica e, espero, no futuro, me tornar uma profissional com a capacidade e paixão de vocês. Gostaria de agradecer também aos doutorandos do SOA, Sebastián e July, que mais do que orientadores, foram professores e amigos durante todo o caminho. A todos os membros do SOA, muito obrigada por me permitir aprender tanto e conhecer pessoas incríveis.

## RESUMO

A busca por novos compostos com atividades biológicas passa, muitas vezes, por processos em que o meio ambiente e a saúde são comprometidos. Solventes são uma das principais causas desse fator desfavorável. Assim, uma alternativa de solvente menos nocivo foi utilizada na preparação de duas famílias de compostos de grande interesse farmacológico, as di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas. O carbonato de propileno é considerado solvente verde devido a sua não-volatilidade, fácil obtenção e extração. Com sua utilização, foi possível obter uma variedade de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas com bons rendimentos em uma metodologia *one pot*.

## ÍNDICE

1 INTRODUÇÃO .....	1
2 OBJETIVO .....	2
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	2
3.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 1 .....	8
3.2 ESPECTRO DE MASSA E CROMATOGRAMA DO COMPOSTO 1 .....	12
3.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 1 .....	14
3.4 EXPERIMENTAL .....	16
3.4.1 SÍNTESE .....	16
3.4.2 MÉTODOS FÍSICOS DE ANÁLISE UTILIZADOS .....	16
3.4.3 DADOS ESPECTRAIS DOS COMPOSTOS .....	16
3.4.3.1 - 6-metil-2-oxo-4-fenil-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (1) .....	16
3.4.3.2 - 4-(4-clorofenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (2) .....	17
3.4.3.3 - 4-(4-bromofenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (3) .....	17
3.4.3.4 - 6-metil-4-(4-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (4) .....	17
3.4.3.5 - 6-metil-4-(2-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (5) .....	18
3.4.3.6 - 6-metil-4-(3-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (6) .....	18
3.4.3.7 - 4-(4-metoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (7) .....	18
3.4.3.8 - 4-(3,4-dimetoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (8) .....	19
3.4.3.9 - 6-metil-2-oxo-4-(3,4,5-trimetoxifenil)-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (9) .....	19
3.4.3.10 - 4-(4-hidroxi-3-metoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (10) .....	20
3.4.3.11 - 4-(4-hidroxi-3-etoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (11) .....	20
3.4.3.12 - 6-metil-4-fenil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (12) .....	20
3.4.3.13 - 4-(4-bromofenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (13) .....	21
3.4.3.14 - 6-metil-4-(3-nitrofenil)-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (14) .....	21
3.4.3.15 - 4-(4-metoxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (15) .....	21
3.4.3.16 - 4-(3-hidroxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (16) .....	22
3.4.3.17 - 4-(4-hidroxi-3-metoxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (17) .....	22
4 CONCLUSÃO .....	22
5 REFERÊNCIAS .....	24
6 MATERIAL SUPLEMENTAR .....	29
6.1 COMPOSTO 1 .....	29
6.1.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 1 .....	29
6.1.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 1 .....	31
6.1.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 1 .....	32
6.2 COMPOSTO 2 .....	33
6.2.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 2 .....	33
6.2.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 2 .....	35
6.2.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 2 .....	36
6.3 COMPOSTO 3 .....	37
6.3.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 3 .....	37
6.3.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 3 .....	39
6.3.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 3 .....	40
6.4 COMPOSTO 4 .....	41
6.4.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 4 .....	41
6.4.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 4 .....	43
6.4.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 4 .....	44
6.5 COMPOSTO 5 .....	45
6.5.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 5 .....	45
6.5.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 5 .....	47

6.5.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 5 .....	48
6.6 COMPOSTO 6 .....	49
6.6.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 6.....	49
6.6.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 6.....	51
6.6.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 6 .....	52
6.7 COMPOSTO 7 .....	53
6.7.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 7.....	53
6.7.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 7.....	55
6.7.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 7 .....	56
6.8 COMPOSTO 8 .....	57
6.8.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 8.....	57
6.8.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 8.....	59
6.8.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 8 .....	60
6.9 COMPOSTO 9 .....	61
6.9.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 9.....	61
6.9.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 9.....	63
6.9.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 9 .....	64
6.10 COMPOSTO 10 .....	65
6.10.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 10.....	65
6.10.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 10.....	67
6.10.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 10 .....	68
6.11 COMPOSTO 11 .....	69
6.11.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 11.....	69
6.11.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 11.....	71
6.11.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 11 .....	72
6.12 COMPOSTO 12 .....	73
6.12.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 12.....	73
6.12.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 12.....	75
6.12.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 12 .....	76
6.13 COMPOSTO 13 .....	77
6.13.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 13.....	77
6.13.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 13.....	81
6.13.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 13 .....	82
6.14 COMPOSTO 14 .....	83
6.14.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 1.....	83
6.14.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 14.....	85
6.14.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 14 .....	86
6.15 COMPOSTO 15 .....	87
6.15.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 15.....	87
6.15.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 15.....	89
6.15.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 15 .....	90
6.16 COMPOSTO 16 .....	91
6.16.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 16.....	91
6.16.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 16.....	93
6.16.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 16 .....	94
6.17 COMPOSTO 17 .....	95
6.17.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 17.....	95
6.17.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 17.....	97
6.17.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 17 .....	98

## 1 INTRODUÇÃO

A reação de Pietro Biginelli consiste em um método multicomponente para a síntese de racematos de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas. Reportada em 1893<sup>1</sup>, a reação consistiu na condensação entre um aldeído, ureia e um beta-ceto-éster.

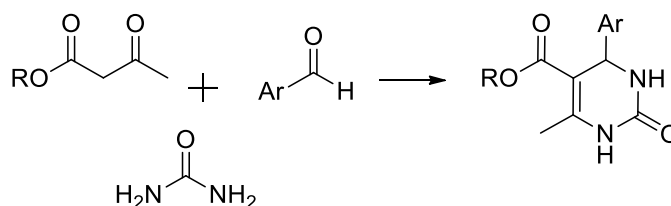


Figura 1 – Reação de Biginelli

Muitas metodologias já foram desenvolvidas para otimização dessa reação, como, por exemplo, utilização de líquidos iônicos<sup>2</sup>,  $\text{CeCl}_3$  e  $\text{InCl}_3$ <sup>3</sup>, catalisadores de alto custo (como  $\text{Fe}(\text{OTf})_3$ ,  $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{BF}_4)_3$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_3/\text{Pd-Cat.}$  entre outros)<sup>4</sup>, solventes como MeOH e DMF<sup>5</sup> e ácidos<sup>6</sup>.

O grande interesse em desenvolver metodologias para essa reação é devido ao fato dos seus produtos e derivados possuírem atividade biológica<sup>7</sup>. Entre elas estão a atividade anti-viral, antibacteriana, anti-inflamatória e como inibidora dos canais de cálcio<sup>8</sup>. Além disso, há exemplos de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas que mostraram ser muito eficientes na atividade anticâncer, como o monastrol, o piperastrol, o enastron, o dimetilenastron e seus análogos<sup>9</sup>. Esses compostos atuam nas células neoplásicas inibindo a Cinesina-5, proteína motora que participa do processo de mitose da célula<sup>10</sup>.

Atualmente, o interesse em processos sustentáveis cresce com a preocupação em preservar o meio ambiente. A química verde pode ser definida como o desenvolvimento de produtos químicos e procedimentos para reduzir ou eliminar o uso e geração de substâncias perigosas<sup>11</sup>. Assim, a necessidade em utilizar componentes menos tóxicos e reutilizáveis nunca esteve tão clara<sup>12</sup>. Porém, ainda é desejável que os elementos de uma reação sejam acessíveis e de custo baixo para que esta seja viável.

## 2 OBJETIVO

Sintetizar, purificar e caracterizar compostos das famílias de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas, utilizando uma metodologia que esteja de encontro com os princípios da Química Verde, com o uso de solventes menos tóxicos e etapas menos nocivas ao ambiente.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O seguinte trabalho propõe uma metodologia completamente nova que se encontra dentro dos padrões da química verde, já que consiste em utilização de solvente não-volátil, de fácil obtenção e extração e custo acessível<sup>13</sup>. Além disso, o método também utiliza catalisador de fácil extração, reutilizável e custo baixo<sup>14</sup>.

O solvente escolhido para essa reação é o carbonato de propileno (CP), sendo este dipolar aprótico, que possui aplicações já reportadas em extrações, eletroquímica, cosméticos e medicina<sup>15</sup>. Este solvente possui as características mencionadas acima e, em adição a elas, possui baixa viscosidade, boa solvatação, falta de odor, é anidro, não corrosivo, não tóxico e biodegradável<sup>16</sup>. Sua extração do meio reacional é feita de maneira simples, já que o CP é solúvel em água quente, bastando algumas lavagens para que a extração esteja completa.

Além destas qualidades apreciáveis, o solvente escolhido também é produzido de maneira verde. Sua síntese é realizada com óxido de propileno e dióxido de carbono, capturando, dessa forma, CO<sub>2</sub> da atmosfera e o reutilizando, trazendo vantagens ambientais, mesmo sendo o óxido de etileno um derivado de petróleo<sup>17</sup>.

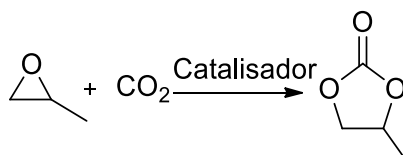


Figura 2 – Síntese de Carbonato de Propileno



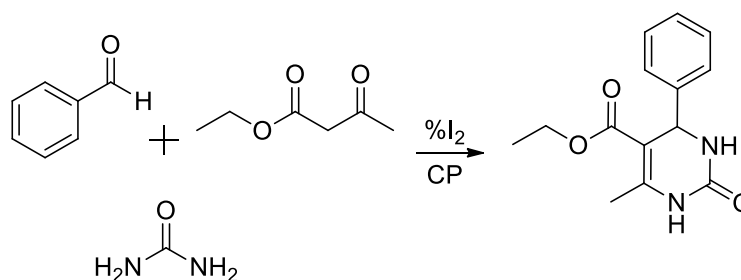
Baseando-se nessas propriedades, é possível afirmar que o CP oferece uma alternativa segura para os solventes padrões utilizados em muitas reações orgânicas. Diclorometano, que é muito volátil e danoso para a atmosfera, já que reage com a camada de ozônio<sup>18</sup>, e hexano, que é um derivado do petróleo muito inflamável<sup>19</sup>, são exemplos de solventes que são tóxicos e podem causar riscos à saúde e ao ambiente quando utilizados ou descartados de forma inapropriada.

Outra escolha que deve ser realizada com cuidado é a do catalisador, de forma a não prejudicar a purificação dos produtos e não encarecer a reação. Muitas metodologias encontradas na literatura utilizam ácidos fortes, metais e catalisadores caros em seus processos<sup>20</sup>. Foi desejando evitar isso que o iodo molecular foi escolhido como catalisador.

O iodo molecular já possui função conhecida como ácido de Lewis, utilizado na desidratação de álcoois terciários a alquenos, na formação de éteres, na esterificação, transesterificação e acetilação<sup>21</sup>.

Com o objetivo de investigar a quantidade mais eficiente de catalisador a ser utilizada, foram realizadas cinco sínteses com diferentes percentagens de iodo, como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 – Avaliação da Percentagem de Iodo  
(Reação Padrão com Benzaldeído)



Iodo (%)	Rend. isolado (%)
0	-
5	23
10	46
20	14
30	24

Após essa análise cuidadosa, foi verificado que a quantidade mais eficiente é a de 10%mmol, em relação às outras percentagens utilizadas.

Na metodologia apresentada, propõe-se que o iodo atua nas etapas de desidratação, enolização e complexação com o beta-ceto-éster (Figura 3).

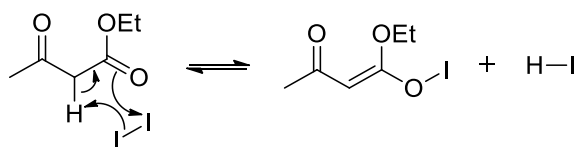
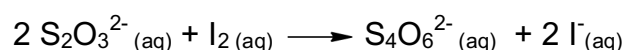


Figura 3 – Atuação do iodo na catálise da Reação de Bignelli

A extração do iodo do meio reacional é facilmente realizada com tiosulfato de sódio. O ânion tiosulfato reage com o iodo, reduzindo-o a iodeto e se oxidando a tetrionato<sup>22</sup>.



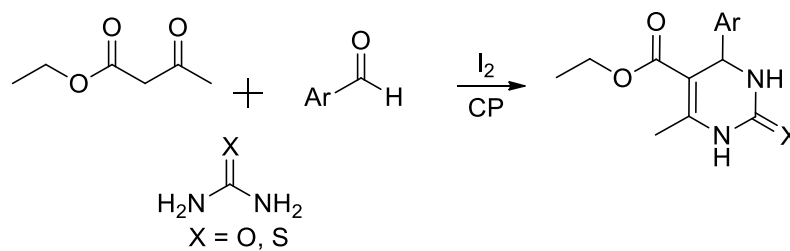
A purificação é uma simples lavagem da mistura com tiosulfato de sódio e água quente, no qual a água quente extrai o CP e o tiosulfato reduz o iodo a iodeto, passando-os para a fase aquosa.

Entretanto, alguns derivados sintetizados a partir da tiouréia (compostos 14, 15, 16 e 18) permaneceram com uma cor escura após a purificação mencionada acima. Foram, então, feitas análises em cromatografia em camada fina e em fase gasosa para avaliar a presença de outros compostos no sólido que não o desejado. Nessas análises observou-se que haviam subprodutos e então, para retirá-los do sólido, escolheu-se a lavagem com hexano quente, à temperatura de aproximadamente 60°C. Após essa lavagem e nova análise por cromatografia em camada fina, observou-se que não houve mudança.

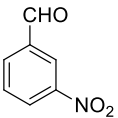
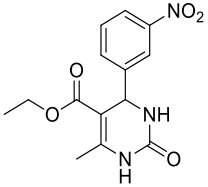
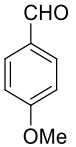
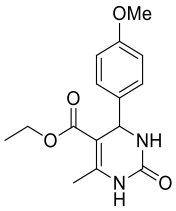
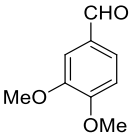
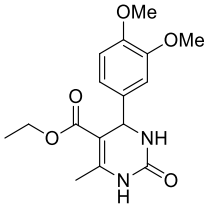
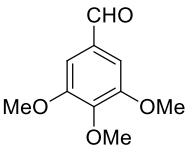
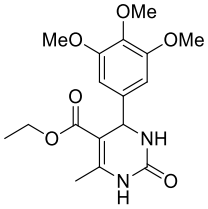
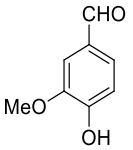
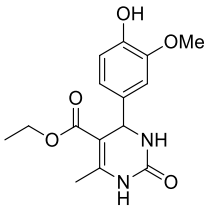
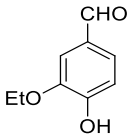
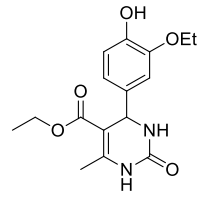
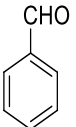
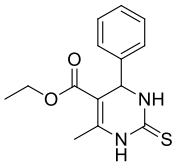
Na literatura encontramos três condições para recristalização desse tipo de composto: etanol<sup>23</sup>, etanol/água<sup>24</sup> e hexano/acetato de etila<sup>25</sup>. As três condições foram tentadas, porém não foi possível recristalizar os produtos. Obtivemos sucesso utilizando a mistura de acetona/água.

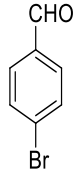
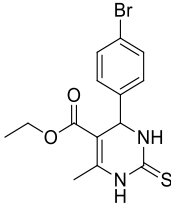
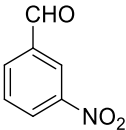
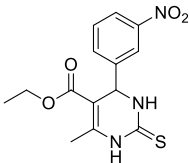
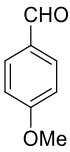
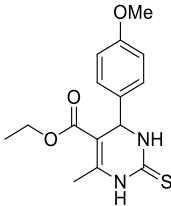
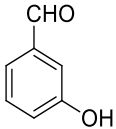
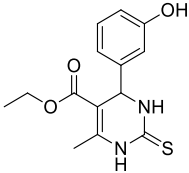
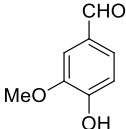
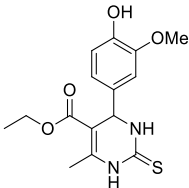
Os rendimentos obtidos foram em sua maioria altos, como pode ser observado na Tabela 2.

Tabela 2 – Resultados para cada Composto Sintetizado



Entrada	Aldeído	X	Produto	PF(°C) (Lit)	Rend(%) (Lit)
1		O		202 – 205 (202 – 203 <sup>26a</sup> )	66 (95 <sup>26a</sup> )
2		O		209 – 210 (210 – 212 <sup>26b</sup> )	58 (88 <sup>26b</sup> )
3		O		216 – 217 (195 – 198 <sup>26c</sup> )	73 (97 <sup>26c</sup> )
4		O		211 – 212 (209 – 210 <sup>26a</sup> )	71 (92 <sup>26a</sup> )
5		O		219 – 220 (208 – 210 <sup>26b</sup> )	34 (80 <sup>26b</sup> )

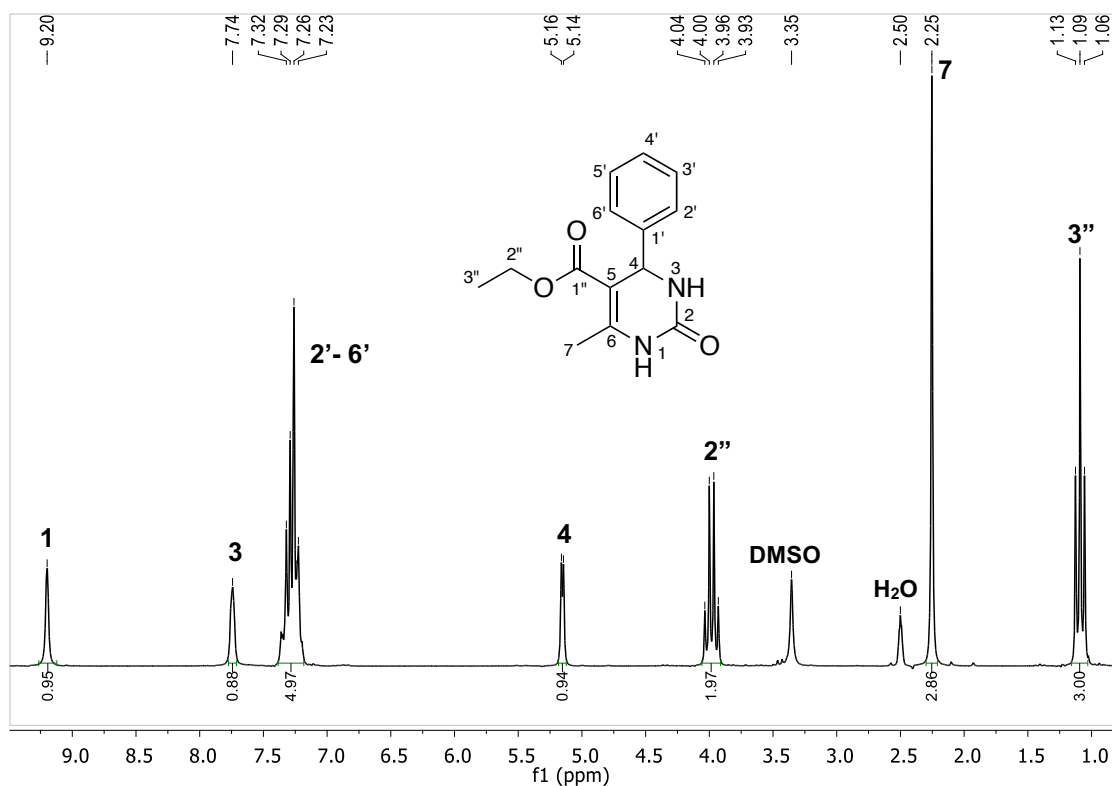
Entrada	Aldeído	X	Produto	PF(°C) (Lit)	Rend(%) (Lit)
6		O		223 – 224 (225 – 227 <sup>26c</sup> )	61 (95 <sup>26c</sup> )
7		O		207 – 207,5 (200 – 202 <sup>26b</sup> )	76 (86 <sup>26b</sup> )
8		O		168,5 – 169,5 (174 – 176 <sup>26b</sup> )	41 (89 <sup>26b</sup> )
9		O		180 – 181 (180 – 182 <sup>26b</sup> )	27 (83 <sup>26b</sup> )
10		O		233 – 234 (204 – 205 <sup>26b</sup> )	33 (87 <sup>26b</sup> )
11		O		179 – 183 (185 – 186 <sup>26d</sup> )	74 (85 <sup>26d</sup> )
12		S		195 – 196 (207 – 208 <sup>27a</sup> )	53 (95 <sup>26a</sup> )

Entrada	Aldeído	X	Produto	PF(°C) (Lit)	Rend(%) (Lit)
13		S		199 – 200 (182 – 183 <sup>27b</sup> )	28 (51 <sup>27b</sup> )
14		S		200 – 202 (210 <sup>27c</sup> )	22 (91 <sup>26a</sup> )
15		S		157 - 158 (150 – 152 <sup>27a</sup> )	36 (94 <sup>26a</sup> )
16		S		175 – 176 (184 – 186 <sup>27d</sup> )	40 (79 <sup>27d</sup> )
17		S		215 - 217 (241 – 242 <sup>27d</sup> )	49 (68 <sup>27d</sup> )

O Composto 1 foi utilizado como padrão de análise dos espectros para todos os outros compostos. Todos os compostos foram analisados e caracterizados por Cromatografia em Camada Fina, Espectroscopia no Infravermelho, Espectrometria de Massa acoplada a Cromatografia Gasosa (GCMS) e Ressonância Magnética Nuclear (<sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C).

### 3.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 1

Figura 4 -  $^1\text{H}$  RMN do Composto 1



A partir do espectro de  $^1\text{H}$  RMN pode-se determinar a quantidade de hidrogênios na molécula analisada e quais são eles. O sinal em  $\delta$  1,09 é um tripleto de integração 3, indicando que este sinal é equivalente a um  $\text{CH}_3$  vizinho a um  $\text{CH}_2$ , ou seja, são os três hidrogênios ligados ao carbono  $3''$ . Além disso, a constante de acoplamento ( $J = 7,00$  Hz) é aquela esperada para ésteres etílicos como pode ser visto na Figura 5.

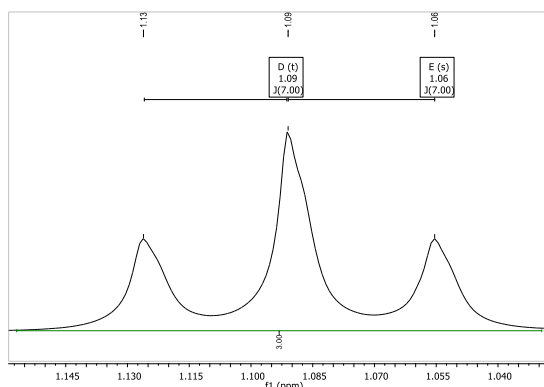


Figura 5 – Ampliação entre  $\delta$  1,04-1,14 em  $^1\text{H}$  RMN referente ao sinal de  $\text{H}_{3''}$  do composto 1

O sinal em  $\delta$  3,98, é um quarteto integrando 2 hidrogênios, assim, esse sinal é equivalente a um CH<sub>2</sub> vizinho a CH<sub>3</sub>, ou seja, os hidrogênios da posição 2". Além disso, a constante de acoplamento ( $J = 7,00$  Hz) é a mesma encontrada para o hidrogênio 3" (Figura 7).

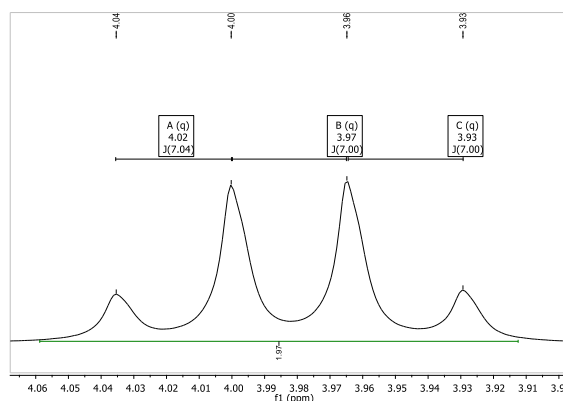


Figura 6 - Ampliação entre  $\delta$  3,90-4,06 em <sup>1</sup>H RMN referente ao sinal de H2" do composto 1

O sinal em  $\delta$  2,25, é um simpleto de integração 3, o que indica que é um CH<sub>3</sub> vizinho a carbonos quaternários ou a heteroátomos sem hidrogênio. Atribuímos a metila 7.

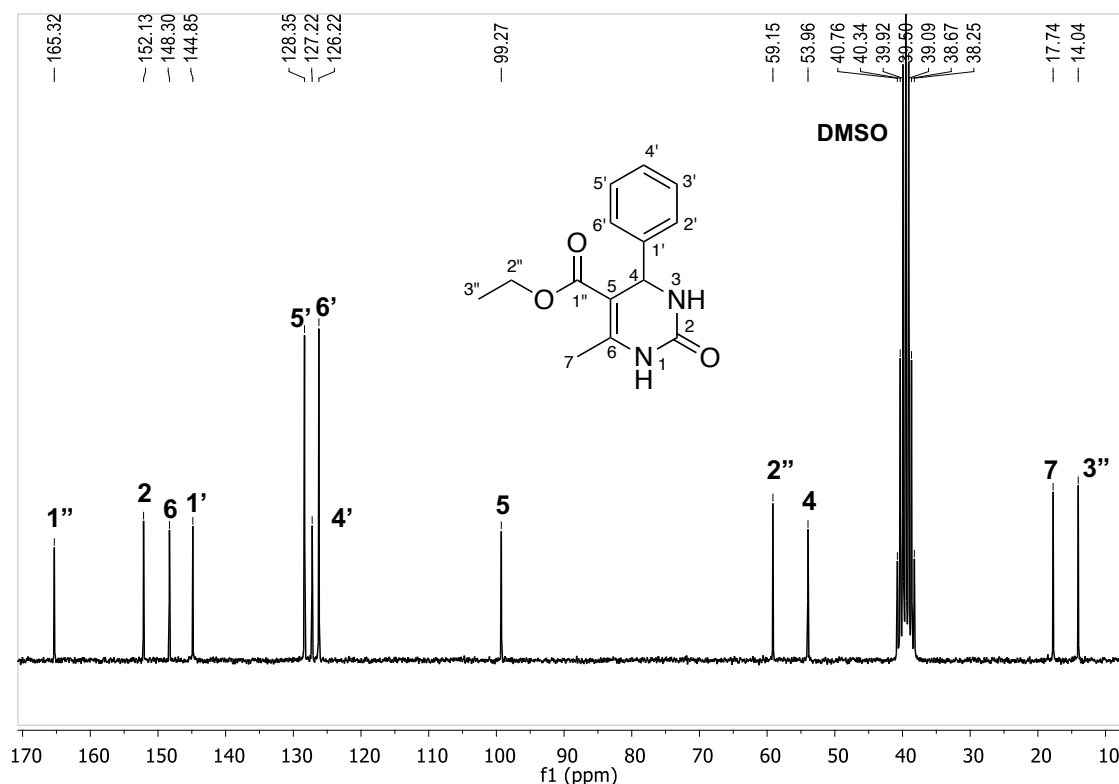
O sinal em  $\delta$  5,15 é um duplete com integração 1 e  $J = 3,20$ . Isso indica que esse hidrogênio está acoplado com outro hidrogênio vizinho, então pode-se inferir que este é o hidrogênio da posição 4. O multiplete centrado em  $\delta$  7,29 com integração 5, indica que este sinal é referente à fenila presente na molécula. Os sinais em  $\delta$  7,74 e  $\delta$  9,20 foram atribuídos aos hidrogênios que estão ligados aos nitrogênios, sendo o primeiro referente ao nitrogênio da posição 3 e o segundo referente a posição 1.

Tabela 3 – <sup>1</sup>H RMN do Composto 1

$\delta$	Multiplicidade	Hidrogênio	Acoplamento
1,10	tripleto	3" (CH <sub>3</sub> )	$J = 7,0$ Hz
2,25	simpleto	7 (CH <sub>3</sub> )	-
3,99	quarteto	2" (CH <sub>2</sub> )	$J = 7,0$ Hz
5,16	duplete	4 (CH)	$J = 3,2$ Hz
7,28	multiplete	2'-6'(Fenila)	-
7,74	Simpleto largo	1 (N-H)	-
9,20	Simpleto largo	3 (N-H)	-

A seguir é feita análise do espectro de  $^{13}\text{C}$  RMN do Composto 1.

Figura 7 -  $^{13}\text{C}$  RMN do Composto 1



A partir do espectro de  $^{13}\text{C}$  RMN pode-se determinar a quantidade de carbonos na molécula analisada e quais são eles. O primeiro sinal em 14,04 ppm, foi atribuído ao carbono 3'' (CH<sub>3</sub>). O sinal em 17,74 ppm também é equivalente a um carbono primário e foi atribuído ao carbono 7.

O sinal em 53,96 ppm pertence ao carbono 4, um carbono terciário, já o em 59,15 ppm, foi atribuído ao carbono 2'' (CH<sub>2</sub>). O sinal do carbono 2'' possui um deslocamento químico maior que o carbono 4 pois é um carbono vizinho ao átomo de oxigênio.

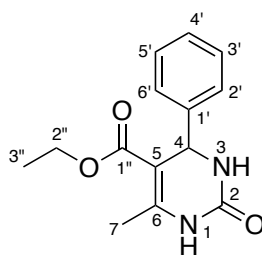
Em 99,27 ppm está presente um sinal que foi atribuído ao carbono 5, quaternário. Os sinais 126,22 ppm e 128,35 ppm são os carbonos 4' e 6' da fenila, respectivamente, e o carbono 5' da fenila aparece em 127,22 ppm.

O sinal em 148,30 ppm foi atribuído ao outro carbono quaternário 1'.



O sinal dos carbonos das carbonilas, 2 e 1", foram atribuídos aos sinais em 152,13 ppm e 165,32 ppm, respectivamente. A carboxila equivalente ao carbono 1" possui deslocamento químico maior que a do carbono 2 devido ao seu átomo vizinho ser o oxigênio.

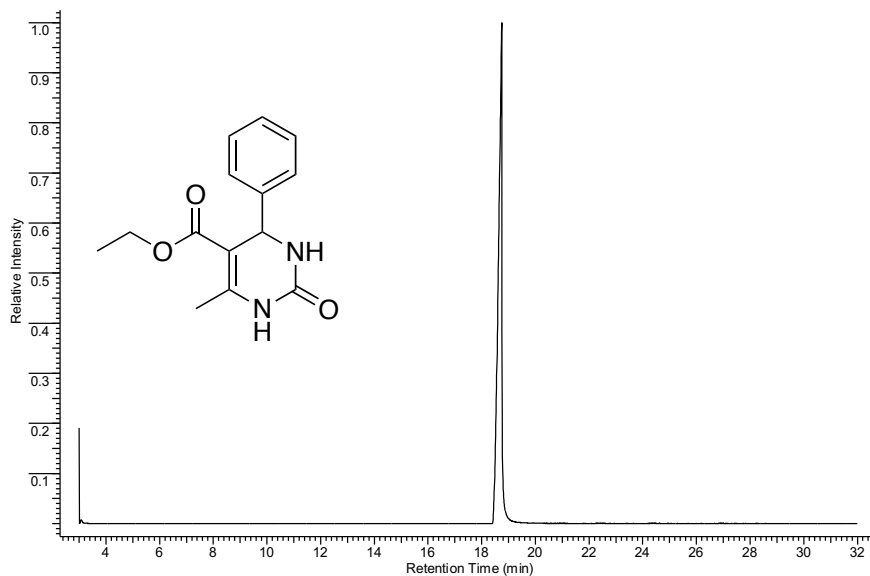
Tabela 4 –  $^{13}\text{C}$  RMN do Composto 1



$\delta$	Carbono
14,04	3"
17,74	7
53,96	4
59,15	2"
99,27	5
126,22	2'
127,22	4'
128,35	3'
144,85	1'
148,30	6
152,13	2
165,32	1"

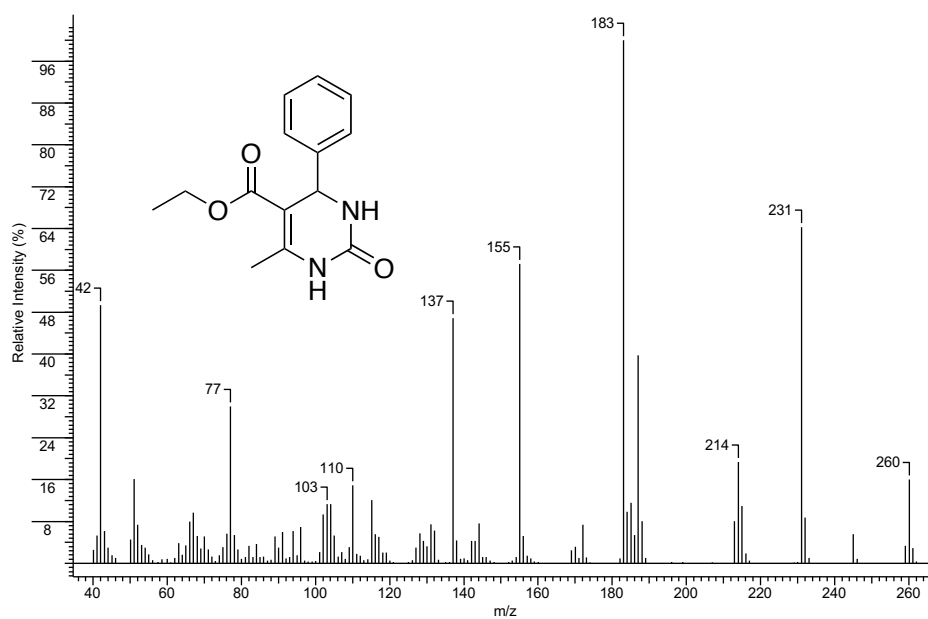
### 3.2 ESPECTRO DE MASSA E CROMATOGRAMA DO COMPOSTO 1

Figura 8 - Cromatograma do Composto 1 em CG-EM



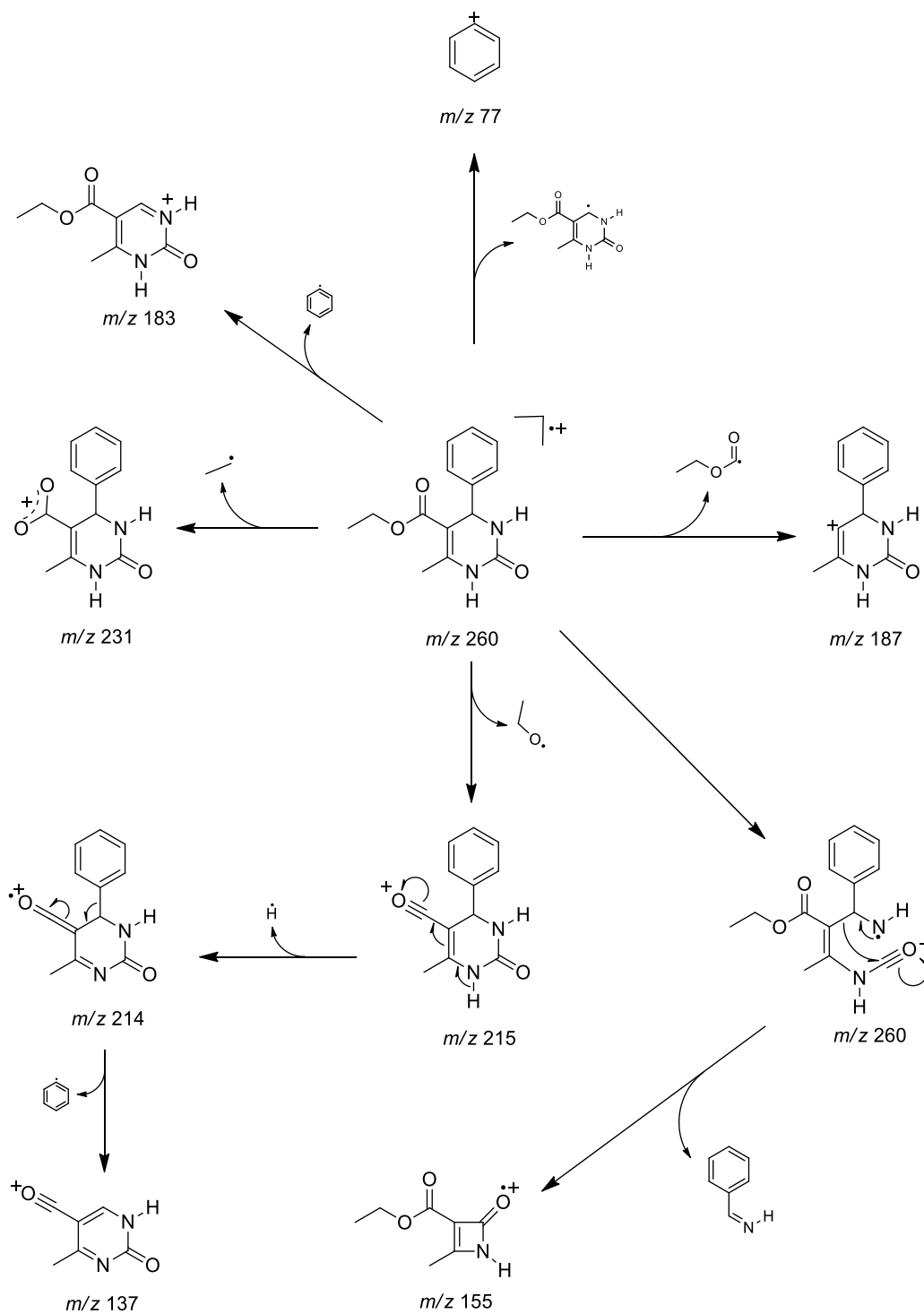
No cromatograma acima, é possível perceber que o composto está puro, junto com os outros métodos, já que há presença somente de um pico durante toda a corrida.

Figura 9 - Espectro de Massa do Composto 1



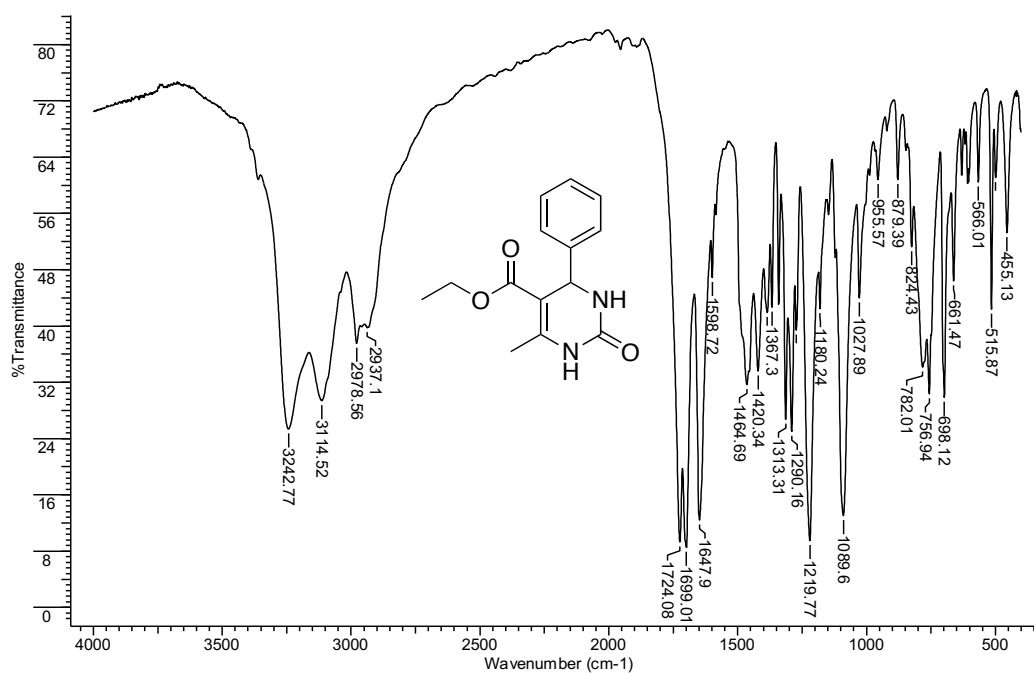
No espectro de massa é possível retirar informações sobre o íon molecular da amostra e seus fragmentos. O íon molecular é o pico de massa em  $m/z$  260 e os fragmentos principais em  $m/z$  77, 110, 137, 155, 183 e 231. A rota proposta de fragmentação é mostrada a seguir.

Figura 10 – Esquema de Fragmentação do Composto 1



### 3.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 1

Figura 11 - Espectro de Infravermelho do Composto 1



As bandas mais importantes do espectro de infravermelho estão dispostas na Tabela 5 a seguir.

Tabela 5 – Principais bandas do Espectro de Infravermelho do Composto 1

Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3242	N-H	E.S.
3114	N-H	E.S.
2978	CH <sub>3</sub>	E.A.
2937	CH <sub>2</sub>	E.S.
1724	C=O	E.S.
1699	C=O	E.S.
1647	C=C	E.S.
1420	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1367	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1219	-OCOEt	E.A.
1089	EtO-	E.A.
879 a 515	Anel Aromático	D.A.

E.S. = Estiramento Simétrico

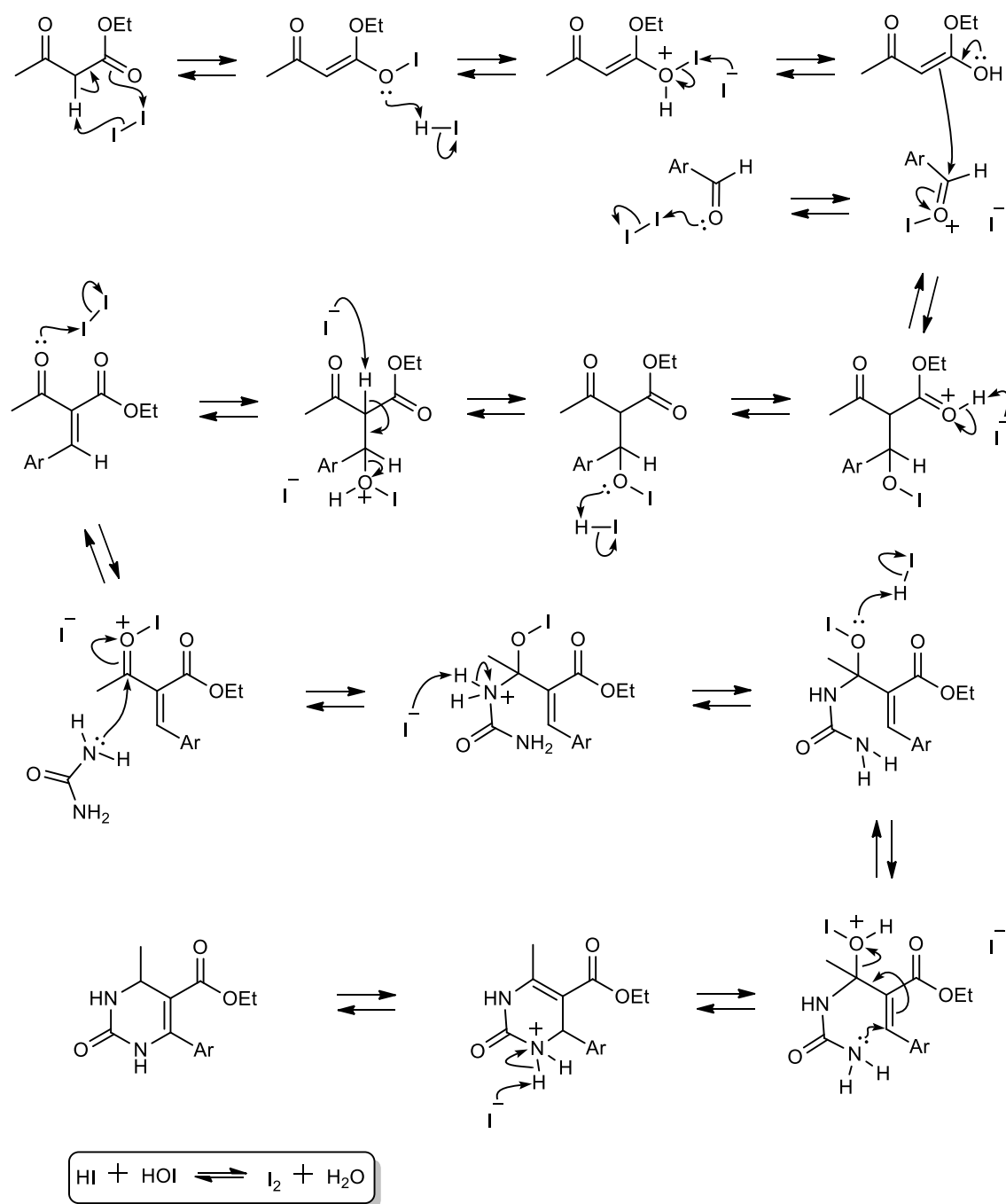
E.A. = Estiramento Assimétrico

D.A. = Dobramento Angular

Com a caracterização do composto padrão elucidada, os demais dados espectrais dos outros compostos podem ser vistos na parte experimental e no anexo.

A seguir, uma proposta para o mecanismo para a reação de Biginelli catalisada por iodo.

Figura 12 - Mecanismo Proposto para a Reação de Biginelli



### 3.4 EXPERIMENTAL

#### 3.4.1 SÍNTESE

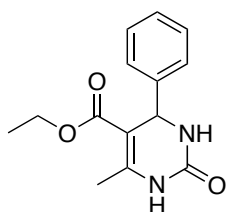
Uma mistura de aril-benzaldeído (3mmol), acetoacetato de etila (3mmol), ureia ou tiourea (3mmol), iodo molecular (0,3mmol) e carbonato de propileno (1mL), deixada sob aquecimento (70°C) e agitação por 4 horas. Lavagem do meio reacional com solução 10% de tiosulfato de sódio, em seguida com água quente. Os compostos 14-16 e 18 foram recristalizados de acetona/água, os demais estavam puros após as lavagens.

#### 3.4.2 MÉTODOS FÍSICOS DE ANÁLISE UTILIZADOS

Pontos de fusão foram determinados utilizando o aparelho Thomas modelo 40 em uma placa de aquecimento tipo Kofler. O espectro de infravermelho foi obtido em um espectrofotômetro Nicolet Magna FT-IR utilizando pastilhas de KBr. Os espectros de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  RMN foram obtidos em um espectrômetro Bruker AC-200 em 200MHz. O espectro de massa foi obtido através do detector de massa Shimadzu Corporation QP2010S (70eV) acoplado a um cromatógrafo a gás – coluna TRX-4, 30m, DI=0,25 mm,  $\Phi$ filme = 0,5 $\mu\text{m}$ , divisor de fluxo 1/20, gás carreador He (1mL/min), 70°(2 mim) 15°/min 120° (15min, Injetor - 250°, detector 280°). Todos os reagentes são da marca Aldrich Co e usados sem purificação.

#### 3.4.3 DADOS ESPECTRAIS DOS COMPOSTOS

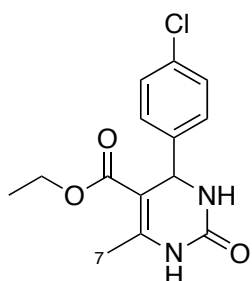
##### 3.4.3.1 - 6-metil-2-oxo-4-fenil-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (1)



IV sólido (KBr): 3245, 1700, 1647, 1220, 1090  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,20 (s, 1H); 7,74 (s, 1H); 7,28 (m, 5H); 5,16 (d,  $J = 3,1$  Hz, 1H); 3,99 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,25 (s, 3H); 1,10 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,04; 17,74; 53,96; 59,15; 99,27; 126,22; 127,22; 128,35; 144,85;

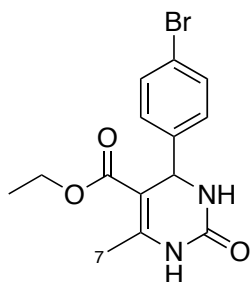
148,30; 152,13; 165,32; GCMS m/z (% inten. rel.): 260 ( $M^+$ , 17), 231 (46), 183 (100), 155 (33), 137 (26).

### 3.4.3.2 - 4-(4-clorofenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (2)



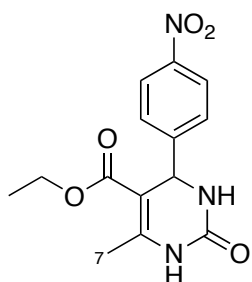
IV sólido (KBr): 3243, 1709, 1648, 1220, 1088  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,24 (s, 1H); 7,77 (s, 1H); 7,39 (d, 2H,  $J = 8,3$  Hz); 7,25 (d, 2H,  $J = 8,3$  Hz); 5,15 (d,  $J = 3,1$  Hz, 1H); 3,96 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,25 (s, 3H); 1,09 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,03; 17,76; 53,40; 59,21; 98,83; 128,15; 128,34; 131,75; 143,76; 148,65; 151,91; 165,17; GCMS m/z (% inten. rel.): 294 ( $M^+$ , 14), 265 (64), 183 (100), 155 (35), 137 (34).

### 3.4.3.3 - 4-(4-bromofenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (3)



IV sólido (KBr): 3244, 1702, 1648, 1221, 1088  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,23 (s, 1H); 7,76 (s, 1H); 7,53 (d, 2H,  $J = 8,4$  Hz); 7,19 (d, 2H,  $J = 8,4$  Hz); 5,14 (d,  $J = 3,2$  Hz, 1H); 3,99 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,25 (s, 3H); 1,09 (t,  $J = 7,1$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,01; 17,74; 53,45; 59,19; 98,75; 120,24; 128,49; 131,25; 132,25; 144,15; 148,65; 151,87; 165,14; GCMS m/z (% inten. rel.): 338 ( $M^+$ , 10), 309 (44), 233 (58), 183 (100), 155 (51).

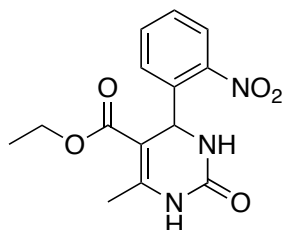
### 3.4.3.4 - 6-metil-4-(4-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (4)



IV sólido (KBr): 3234, 1709, 1647, 1223, 1092  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,35 (s, 1H); 8,21 (d, 2H,  $J = 8,6$  Hz); 7,89 (s, 1H); 7,51 (d, 2H,  $J = 8,6$  Hz); 5,28 (d,  $J = 2,5$  Hz, 1H); 3,99 (q,  $J = 6,9$  Hz, 2H); 2,27 (s, 3H); 1,09 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 13,71; 17,70; 49,37; 59,12; 98,03; 123,86; 128,70; 134,10; 139,28;

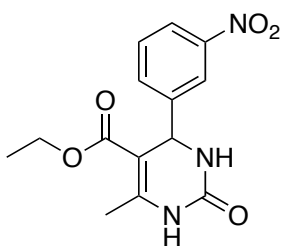
147,44; 149,59; 151,15; 164,62; GCMS m/z (% inten. rel.): 288 ( $M^+$ , 11), 229 (100), 214 (79), 198 (42), 42 (55).

### 3.4.3.5 - 6-metil-4-(2-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (5)



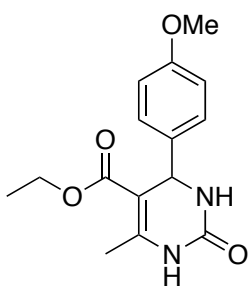
IV sólido (KBr): 3234, 1709, 1647, 1223, 1092  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,39 (s, 1H); 7,89 (d,  $J = 7,7$  Hz, 1H); 7,58-7,65 (m, 1H); 7,73 (s, 1H); 7,56 (dd,  $J = 7,7$  e 1,4Hz, 1H); 7,49 (dd,  $J = 7,8$  e 1,4Hz, 1H); 5,82 (d,  $J = 2,5$  Hz, 1H); 3,84 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,29 (s, 3H); 0,92 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 13,71; 17,70; 49,37; 59,12; 98,03; 123,86; 128,70; 134,10; 139,28; 147,44; 149,59; 151,15; 164,62; GCMS m/z (% inten. rel.): 288 ( $M^+$ , 11), 229 (100), 214 (79), 198 (42), 42 (55).

### 3.4.3.6 - 6-metil-4-(3-nitrofenil)-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (6)



IV sólido (KBr): 3330, 1709, 1630, 1225, 1088  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,37 (s, 1H); 8,20-8,05 (m, 2H); 7,90 (s, 1H); 7,75-7,55 (m, 2H); 5,30 (d,  $J = 3,2$  Hz, 1H); 4,00 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,27 (s, 3H); 1,09 (t,  $J = 7,7$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 13,95; 17,80; 53,53; 59,30; 98,32; 120,97; 122,29; 130,17; 132,94; 146,98; 147,72; 149,37; 151,75; 165,02; GCMS m/z (% inten. rel.): 305 ( $M^+$ , 5), 288 (63), 183 (100), 155 (51), 137 (44).

### 3.4.3.7 - 4-(4-metoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (7)

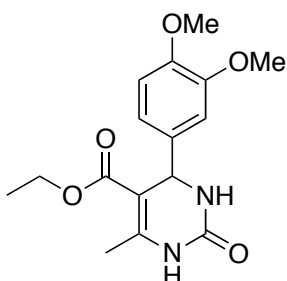


IV sólido (KBr): 3243, 1705, 1651, 1222, 1089  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,16 (s, 1H, NH); 7,68 (s, 1H, NH); 7,15 (d,  $J = 8,6$  Hz, 2H); 6,87 (d,  $J = 8,6$  Hz, 2H); 5,10 (d,  $J = 3,1$  Hz, 1H); 3,71 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,24 (s, 3H); 1,10 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,06; 17,72; 53,33; 55,02; 59,11; 99,58; 113,67; 127,37;



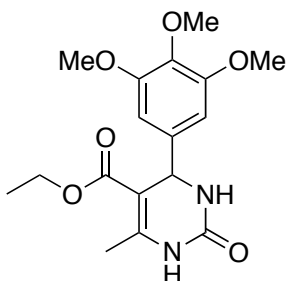
137,04; 147,95; 152,14; 158,43; 165,35; GCMS  $m/z$  (% inten. rel.): 290 ( $M^+$ , 23), 261 (100), 217 (50), 183 (48), 155 (25).

### 3.4.3.8 - 4-(3,4-dimetoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (8)



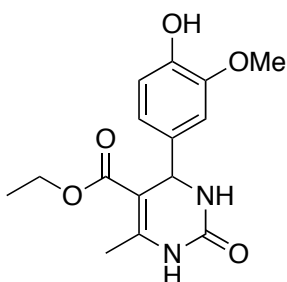
IV sólido (KBr): 3249, 1706, 1655, 1236, 1094  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,15 (s, 1H); 7,67 (s, 1H); 6,89 (d,  $J = 8,2$  Hz, 1H); 6,85 (d,  $J = 2,0$  Hz, 1H); 6,73 (dd,  $J = 8,2$  e 2,0 Hz, 1H); 5,10 (d,  $J = 3,2$  Hz, 1H); 4,02 (q,  $J = 7,1$  Hz, 2H); 3,71 (s, 6H); 2,25 (s, 3H); 1,12 (t,  $J = 7,1$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,12; 17,71; 53,46; 55,43; 55,54; 59,14; 99,40; 110,53; 111,80; 117,92; 137,36; 148,07; 148,49; 152,23; 165,41; GCMS  $m/z$  (% inten. rel.): 320 ( $M^+$ , 55), 291 (100), 247 (63), 183 (72), 155 (52).

### 3.4.3.9 - 6-metil-2-oxo-4-(3,4,5-trimetoxifenil)-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (9)



IV sólido (KBr): 3234, 1707, 1654, 1225, 1127  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,19 (s, 1H); 7,71 (s, 1H); 6,53 (s, 2H); 5,13 (d,  $J = 3,1$  Hz, 1H); 4,02 (q,  $J = 7,1$  Hz, 2H); 3,73 (s, 6H); 3,66 (s, 3H); 2,26 (s, 3H); 1,13 (t,  $J = 7,1$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,11; 17,71; 53,83; 55,77; 59,17; 59,93; 99,04; 103,48; 136,83; 140,40; 148,36; 152,19; 152,72; 165,35; GCMS  $m/z$  (% inten. rel.): 350 ( $M^+$ , 89), 321 (72), 277 (56), 183 (100), 155 (65).

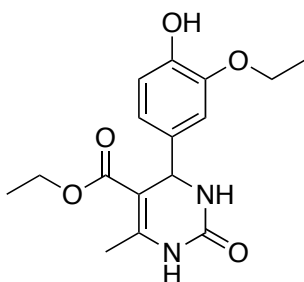
### 3.4.3.10 - 4-(4-hidroxi-3-metoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (10)



IV sólido (KBr): 3235, 1728, 1644, 1215, 1096  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,12 (s, 1H); 8,90 (s, 1H); 7,63 (s, 1H); 6,80 (d,  $J = 1,4$  Hz, 1H); 6,71 (d,  $J = 8,0$  Hz, 1H); 6,40 (dd,  $J = 8,0$  e 1,4 Hz, 1H); 5,06 (d,  $J = 2,9$  Hz, 1H); 3,99 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 3,72 (s, 3H); 2,24 (s, 3H);

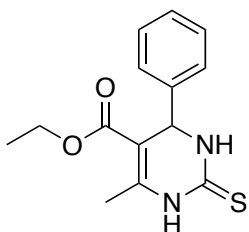
1,10 (t,  $J = 7,1$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,13; 17,71; 53,57; 55,58; 59,11; 99,59; 110,93; 115,28; 118,31; 135,93; 147,26; 152,24; 165,45; GCMS m/z (% inten. rel.): 306 ( $M^+$ , 47), 277 (100), 233 (58), 183 (81), 155 (55).

**3.4.3.11 - 4-(4-hidroxi-3-etoxifenil)-6-metil-2-oxo-1,2,3,4-tetrahidropirimidina-5-carboxilato de etila (11)**



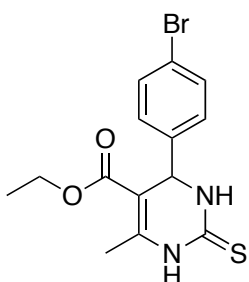
IV sólido (KBr): 3400, 3250, 1700, 1650, 1215, 1150  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 9,15 (s, 1H); 8,81 (s, 1H); 7,61 (s, 1H); 6,78 (d,  $J = 1,8$  Hz, 1H); 6,71 (d  $J = 8,0$  Hz, 1H); 6,61 (dd,  $J = 8,0$  e 1,8 Hz, 1H); 5,04 (d,  $J = 3,3$  Hz, 1H); 3,99 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 3,96 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,23 (s, 3H); 1,31 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H); 1,10 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,67; 15,30; 18,26; 54,09; 59,66; 64,53; 100,22; 112,96; 115,94; 151,74; 119,02; 136,45; 146,69; 146,85; 148,33; 152,79; 166,00; GCMS m/z (% inten. rel.): 320 ( $M^+$ , 43), 291 (100), 247 (50), 183 (77), 155 (40).

**3.4.3.12 - 6-metil-4-fenil-2-tioxo-1,2,3,4-tetrahidropirimidina-5-carboxilato de etila (12)**



IV sólido (KBr): 3328, 3172, 2979, 2935, 1670, 1573, 1195, 1118  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 10,33 (s, 1H); 9,65 (s, 1H); 7,30 (m, 5H); 5,20 (d,  $J = 3,3$  Hz, 1H); 4,07 (q,  $J = 7,1$  Hz, 2H); 2,30 (s, 3H); 1,14 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,55; 17,71; 54,61; 60,12; 101,31; 126,93; 128,21; 129,09; 144,06; 145,55; 165,68; 174,84; GCMS m/z (% inten. rel.): 276 ( $M^+$ , 68), 247 (64), 199 (100), 171 (38), 42 (40).

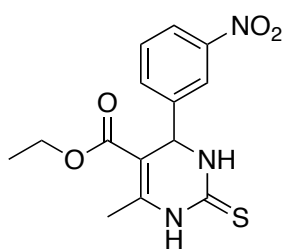
**3.4.3.13 - 4-(4-bromofenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetrahidropirimidina-5-carboxilato de etila (13)**



IV sólido (KBr): 3174, 3104, 2979, 2935, 1670, 1195, 1120  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 10,40 (s, 1H); 9,58 (s, 1H); 7,56 (d,  $J = 8,5$  Hz, 2H); 7,19 (d,  $J = 8,5$  Hz, 2H); 5,18

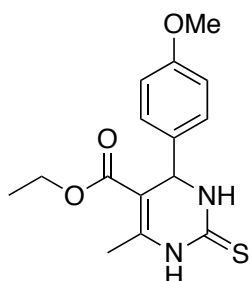
(d,  $J = 3,4$  Hz, 1H); 4,00 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 2,31 (s, 3H); 1,10 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,0; 17,1; 53,6; 59,7; 100,3; 120,9; 128,7; 131,5; 142,9; 145,5; 165,1; 174,4; GCMS m/z (% inten. rel.): 357 ( $\text{M}^+$ , 28), 327 (44), 199 (100), 171 (38), 42 (50).

**3.4.3.14 - 6-metil-4-(3-nitrofenil)-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (14)**



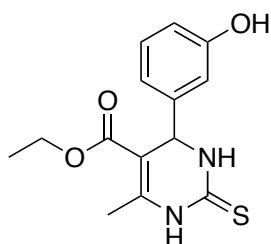
IV sólido (KBr): 3180, 3137, 2987, 2931, 1716, 1660, 1533, 1189, 1101  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 10,50 (s, 1H); 9,76 (s, 1H); 8,25 - 8,00 (m, 2H); 7,80 - 7,60 (m, 2H); 5,35 (s, 1H); 4,01 (q,  $J = 6,4$  Hz, 2H), 2,33 (s, 3H); 1,11 (t,  $J = 6,9$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 13,93; 17,65; 54,08; 60,25; 100,42; 121,69; 123,54; 130,84; 133,51; 146,08; 146,52; 148,39; 165,38; 175,20; GCMS m/z (% inten. rel.): 321( $\text{M}^+$ , 28), 304 (42), 199 (100), 171 (38), 42 (44).

**3.4.3.15 - 4-(4-metoxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (15)**



IV sólido (KBr): 3168, 3104, 2981, 2935, 1668, 1268, 1027, 1195, 1122  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 10,28 (s, 1H); 9,58 (s, 1H); 7,13 (d,  $J = 8,2$  Hz, 2H); 6,87 (d,  $J = 8,2$  Hz, 2H); 5,13 (s, 1H); 3,99 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 3,73 (s, 3H); 2,30 (s, 3H); 1,11 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $d_6$ ) ppm: 14,42; 17,54; 54,03; 55,50; 59,99; 101,55; 114,31; 128,14; 136,28; 145,22; 159,30; 165,69; 174,71; GCMS m/z (% inten. rel.): 306 ( $\text{M}^+$ , 56), 277 (100), 233 (78), 199 (46), 42 (30).

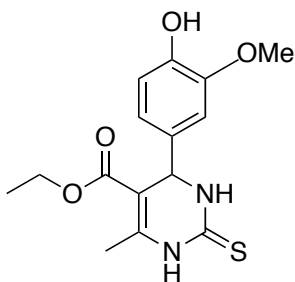
**3.4.3.16 - 4-(3-hidroxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetra-hidropirimidina-5-carboxilato de etila (16)**



IV sólido (KBr): 3309, 3185, 3118, 2983, 2935, 1666, 1575, 1191, 1114  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $d_6$ )  $\delta$ : 10,28 (s, 1H); 9,59 (s, 1H); 9,43 (s, 1H); 7,2 - 7,05 (m, 1H); 6,70 - 6,55 (m, 3H); 5,10 (d,  $J = 3,6$  Hz, 1H); 4,00 (q,

$J = 7,1$  Hz, 2H); 2,28 (s, 3H); 1,12 (t,  $J = 7,0$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $\text{d}_6$ ) ppm: 14,57; 17,69; 54,51; 60,12; 101,38; 113,80; 115,16; 117,55; 130,00; 145,30; 145,38; 158,00; 165,73; 174,77; GCMS m/z (% inten. rel.): 292 ( $\text{M}^+$ , 78), 263 (32), 199 (100), 171 (32), 42 (26).

### 3.4.3.17 - 4-(4-hidroxi-3-metoxifenil)-6-metil-2-tioxo-1,2,3,4-tetrahidropirimidina-5-carboxilato de etila (17)



IV sólido (KBr): 3415, 3155, 2998, 1677, 1592, 1280, 1033, 1193, 1112  $\text{cm}^{-1}$ ;  $^1\text{H}$  RMN (200 MHz DMSO- $\text{d}_6$ )  $\delta$ : 10,24 (s, 1H); 9,54 (s, 1H); 8,96 (s, 1H); 6,81 (sl, 1H); 6,74 (d,  $J = 7,8$  Hz, 1H); 6,61 (d,  $J = 7,8$  Hz, 1H); 5,10 (s, 1H); 3,97 (q,  $J = 7,0$  Hz, 2H); 3,74 (s, 3H); 2,29 (s, 3H); 1,12 (t,  $J = 6,9$  Hz, 3H);  $^{13}\text{C}$  RMN (50 MHz DMSO- $\text{d}_6$ ) ppm: 14,47; 17,52; 54,25; 56,04; 59,97; 101,58; 111,52; 115,87; 119,11; 135,14; 145,08; 146,76; 147,89; 165,78; 174,72; GCMS m/z (% inten. rel.): 322 ( $\text{M}^+$ , 96), 293 (100), 249 (88), 199 (76), 171 (42).

## 4 CONCLUSÃO

A estratégia sintética, que envolveu a inovadora utilização do carbonato de propileno como solvente para reação de Biginelli, mostrou-se ser uma eficiente alternativa sustentável para a síntese de uma variedade de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas. O iodo molecular como catalisador desempenhou seu papel de forma eficiente na reação, determinando que sua presença é essencial para que esta ocorra.

Os estudos feitos por RMN de  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  mostraram com clareza que os compostos estão puros e, com isso, foi possível determinar cada carbono e hidrogênio da molécula. As análises feitas por GCMS e infravermelho também foram aliados na caracterização dos compostos e confirmam sua pureza.

Além disso, foi possível observar a diferença nos rendimentos dos derivados em que a recristalização foi feita, confirmando uma perda de produto nessa etapa.

Com estudos cada vez mais avançados avaliando as atividades biológicas relacionadas a essa classe de compostos, a metodologia poderá ser uma poderosa ferramenta para a síntese de di-hidropirimidinonas e di-hidropirimidintionas no futuro.

## 5 REFERÊNCIAS

- <sup>1</sup> Biginelli, P. *Gazz. Chim. Ital.*, **1893**, 23, 360–416.
- <sup>2</sup> Dadhana, A.; Patel, V.; Ravala, D.; A facile approach for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones using a microwave promoted Biginelli protocol in ionic liquid, *J. Chem. Sci.* 124, 4, July **2012**, 921–926.
- <sup>3</sup> a) Muñoz-Muñiz, O.; Juaristi, E. An enantioselective approach to the Biginelli dihydropyrimidinone condensation reaction using  $\text{CeCl}_3$  and  $\text{InCl}_3$  in the presence of chiral ligands, *ARKIVOC*, **2003**, XI, 16-26. b) Starcevich, J.; Laughlin, T.; Mohan, R.; Iron(III) tosylate catalyzed synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones/thiones via the Biginelli reaction, *Tetrahedron Letters*, **2013**, 54, 983–985
- <sup>4</sup> Shanmugam, P.; Perumal, P.; An unusual oxidation–dealkylation of 3,4-dihydropyrimidin- 2(1H)-ones mediated by  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  in aqueous acetonitrile, *Tetrahedron*, 63, **2007**, 666 – 672.
- <sup>5</sup> Yara, M.; Badja, M.; Shahzadi L.; Novel synthesis of dihydropyrimidines for  $\alpha$ -glucosidase inhibition to treat type 2 diabetes: In vitro biological evaluation and in silico docking, *M. Yar et al. / Bioorganic Chemistry* 54, **2014**, 96 - 104
- <sup>6</sup> Arslan, M.; Faydali, C.; Zengin, M.; Küçükislamoglu, M.; Demirhan, An efficient one pot synthesis of 1,4-dihydropyridines using alumina sulfuric acid (ASA) catalyst, *Turk J. Chem.*, **2009** , 769 - 774.
- <sup>7</sup> Wang, G.; Yan, C.; Lu, Y. Exploring DNA binding properties and biological activities of dihydropyrimidinones derivatives, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, **2013**, 106, 28– 36.
- <sup>8</sup> a) Kappe, C.O.; Fabian, W.M.; Semones, M.A.; *Tetrahedron*, **1997**, 53, 2803. b) Kumar, B. R. P.; Masih, P.; Karthikeyan, E.; Bansal, A. Synthesis of novel

Hantzsch dihydropyridines and Biginelli dihydropyrimidines of biological interest: a 3D-QSAR study on their cytotoxicity, *Med. Chem. Res.*, **2010**, 19, 344 – 363.

<sup>9</sup> a) Mayer, U. T.; Kapoor, M. T.; Haggarty, J. S.; King, W. R.; Schreiber, L. S.; Mitchison, J. T., Small Molecule Inhibitor of Mitotic Spindle Bipolarity Identified in a Phenotype-Based Screen, *Science*, **1999**, 286, 971-4. b) Ramos, L.; Guido, B.; Nobrega, C.; Corrêa, J.; Silva, S.; Oliveira, H.; Gomes, A.; Gozzo, F.; Neto, B. The Biginelli Reaction with an Imidazolium-Tagged Recyclable Iron Catalyst: Kinetics, Mechanism, and Antitumoral Activity, *Chem. Eur. J.*, **2013**, 19, 4156 – 4168.

<sup>10</sup> Soni, R.; Singh, G.; Kaur, R., Review on Monastrol: A Novel Kinesin-5 Inhibitor, *Chemistry & Biology Interface*, **2014**, 4, 3, 163-175.

<sup>11</sup> Anastas, P. T.; Eghbali, N., Green Chemistry: Principles and Practice, *Chem. Soc. Rev.*, **2010**, 39, 301–312.

<sup>12</sup> Da Silva, F.; De Lacerda, P.; Jones, J.; Desenvolvimento Sustentável e Química Verde, *Quim. Nova*, **2005**, 28, 1, 103-110.

<sup>13</sup> Klein, H.; Marquis, T.; Cyclic Organic Carbonates Serve as Solvents and Reactive Diluents, Huntsman Corporation, **1997**.

<sup>14</sup> Bhosale, S. R.; Bhosale, V. S.; Bhosale, V. S.; Wang, T.; Zubhaida, K. P. An efficient, high yield protocol for the one-pot synthesis of dihydropyrimidin-2(1H)-ones catalyzed by iodine, *Tetrahedron Letters*, **2004**, 45, 9111–9113.

<sup>15</sup> Bayardon, J.; Holz, J.; Preetz, A.; Schäffner, B.; Andrushko, V.; Verevkin, S.; Preetz, A.; Börner, A. Propylene Carbonate as a Solvent for Asymmetric Hydrogenations, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2007**, 46, 5971 –5974.

<sup>16</sup> Propriedades selecionadas do PC: p.e. 242°C; p.f. -55°C; pressão de vapor: 0.045 mmHg at 25°C; solubilidade em água: 175.00 mg/L at 25°C; estabilidade

em água em pH 4, a decomposição começa em valores de pH altos e a altas temperatura; estável ao UV; totalmente biodegradável.

<sup>17</sup> a) Du, Y.; Cai, F.; Kong, D. L.; He, L. N. Organic solvent-free process for the synthesis of propylene carbonate from supercritical carbon dioxide and propylene oxide catalyzed by insoluble ion exchange resins. *Green Chem.*, **2005**, 7, 518-523. b) Roshan, K. R.; Mathai, G.; Kim, J.; Tharun, J.; Gyung-Ah Park, G. A.; Park, D. W. A biopolymer mediated efficient synthesis of cyclic carbonates from epoxides and carbon dioxide. *Green Chem.*, **2012**, 14, 2933-2940. c) Dengler, J. E.; Lehenmeier, M. W.; Klaus, S.; Anderson, C. E.; Herdtweck, E.; Rieger, B. A One-Component Iron Catalyst for Cyclic Propylene Carbonate Synthesis. *Eur. J. Inorg. Chem.*, **2011**, 336–343.

<sup>18</sup> Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR), Toxicological Profile for Methylene Chloride, Public Health Service, U.S. Department of Health and Human Services, Atlanta, GA. **1998**. b) Office of Pollution Prevention and Toxics, Chemicals in the environment: Methylene Chloride (Dichloromethane) CAS No. 75-09-2, U.S. Environmental Protection Agency, **1994**.

<sup>19</sup> Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR), Toxicological Profile for n-Hexane, Public Health Service, U.S. Department of Health and Human Services, Atlanta, GA., **1999**.

<sup>20</sup> Sandhu, S.; Sandhu J. S.; Past, present and future of the Biginelli reaction: a critical perspective. *Arkivoc*, **2012**, 66-133.

<sup>21</sup> Bhosale, S. R.; Bhosale, V. S.; Bhosale, V. S.; Wang, T.; Zubhaida, K. P.; An efficient, high yield protocol for the one-pot synthesis of dihydropyrimidin-2(1H)-ones catalyzed by iodine, *Tetrahedron Letters*, **2004**, 45, 9111–9113.

<sup>22</sup> Fornari, A. M.; Tessaro, I. C.; Kechinski, C. P.; Geração de Microbolhas de Ozônio através de Materiais Porosos para Aplicação em Tratamento de



Efluentes, Trabalho de Conclusão de Curso, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, **2011**.

<sup>23</sup> Yara M.; Bajda M.; Shahzadi L.; Shahzad S.; Ahmed M.; Ashraff M.; Alam U.; Khan I.; Khan A.; Novel synthesis of dihydropyrimidines for  $\alpha$ -glucosidase inhibition to treat type 2 diabetes: In vitro biological evaluation and in silico docking, *Bioorganic Chemistry*, **2014**, 54, 96–104.

<sup>24</sup> Ghorbani-Choghamarani A.; Zamani P.; Three component reactions: An efficient and green synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones and thiones using silica gel-supported L-pyrrolidine-2-carboxylic acid-4-hydrogen sulfate, *Chinese Chemical Letters*, **2013**, 24, 804–808.

<sup>25</sup> Sun H.; Mab Z.; Xia W.; Efficient, stable, and reusable Lewis acid–surfactant-combined catalyst: One-pot Biginelli and solvent-free esterification reactions, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **2014**, 392, 76–82.

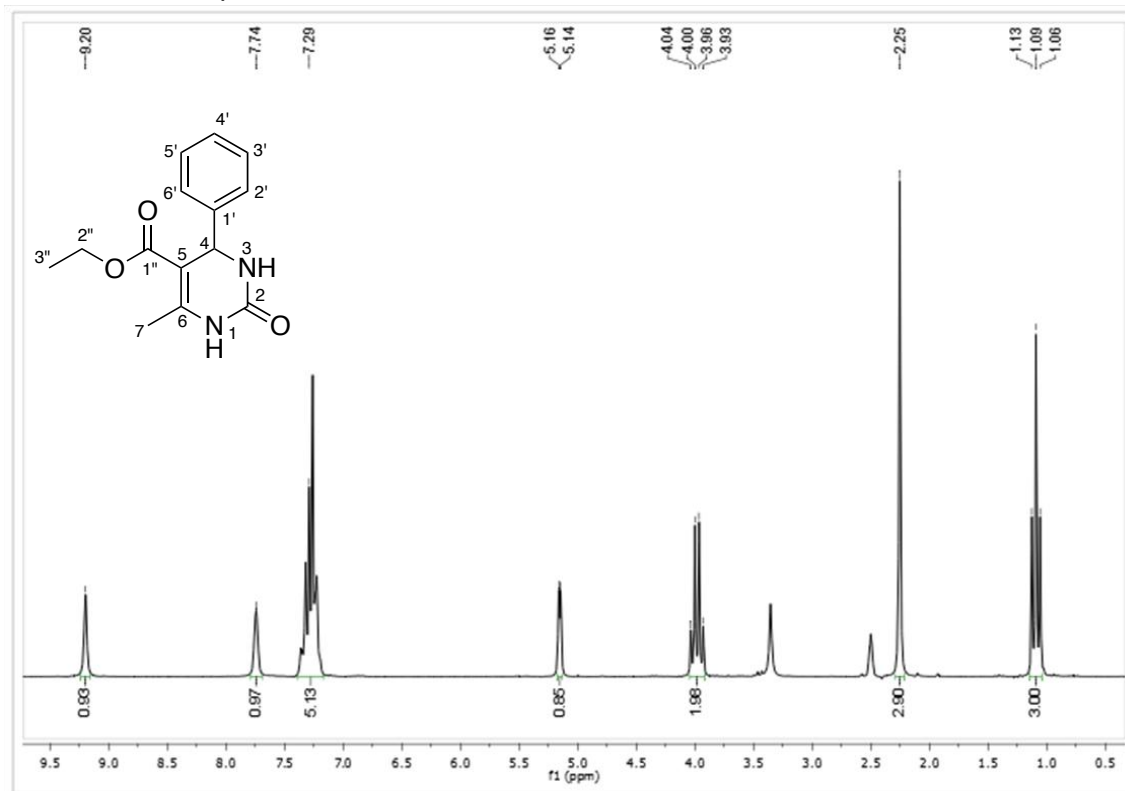
<sup>26</sup> a) Jetti, S.; Bhatewara, A.; Kadre, T.; Jain, S. Silica-bonded N-propyl sulfamic acid as an efficient recyclable catalyst for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones/thiones under heterogeneous conditions, *Chinese Chemical Letters*, **2014**, 25, 469 – 473. b) Dadhania, A.; Patel, V.; Ravel, D.; A facile approach for the synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2-(1H)-ones using a microwave promoted Biginelli protocol in ionic liquid, *J. Chem. Sci.*, **2012**, 124, 921–926. c) Shirini, F.; Abedini, M.; Pourhasan-Kisomi, R.; N-Sulfonic acid poly(4-vinylpyridinium) chloride as a highly efficient and reusable catalyst for the Biginelli reaction, *Chinese Chemical Letters*, **2014**, 25, 111 – 114. d) Prasad, A.; Mukherjee, C.; Singh, S.; Brahmaa, R.; Singh, R.; Saxena, R.; Olsen, C.; Parmar, V. Novel selective biocatalytic deacetylation studies on dihydropyrimidinones, *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, **2006**, 40, 93–100. e) Siddiqui, Z.; Khan, T.; Unprecedented single-pot protocol for the synthesis of novel bis-3,4-dihydropyrimidin-2(1H)-ones using PEG-HClO<sub>4</sub> as a biodegradable, highly robust and reusable solid acid green catalyst under solvent-free conditions, *RSC Adv.*, **2014**, 4, 2526.

<sup>27</sup> a) Xing, R.; Zhang, T.; Zhang, Y.; One-pot synthesis of 3,4-dihydropyrimidin-2(1h)-ones catalyzed by SO<sub>3</sub>H-functionalized meso-polymer under solvent-free conditions, *Gaofenzi Xuebao*, **2014**, 5, 613-618. b) Salim, S. S.; Salim, S. S.; Synthesis and Characterization of Derivative derived from 1, 4-Dihydropyrimidine, *Research Journal of Chemical Sciences*, **2014**, 4, 18-22. c) Wei, Z.; Xiao, L.; Wang, C.; Wang, Y.; Biginelli reaction of iron (III) catalysts supported on kaolin, *Huaxue Shiji*, **2014**, 36, 251-253. d) Rashid, U.; Batool, I.; Wadood, A.; Khan, A.; ul-Haq, Z.; Chaudhary, M.I.; Ansari, F.L.; Structure based virtual screening-driven identification of monastrol as a potent urease inhibitor, *Journal of Molecular Graphics & Modelling*, **2013**, 43, 47-57.

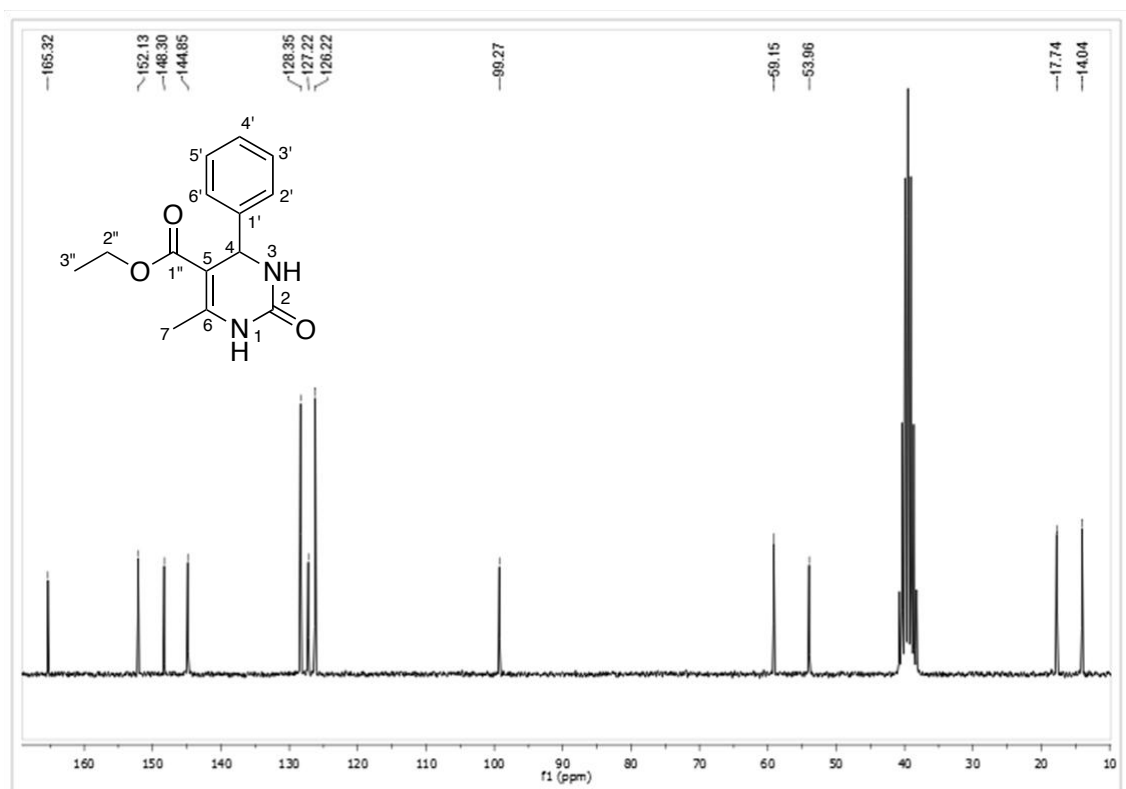
## 6 MATERIAL SUPLEMENTAR

## 6.1 COMPOSTO 1

## 6.1.1 - ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 1

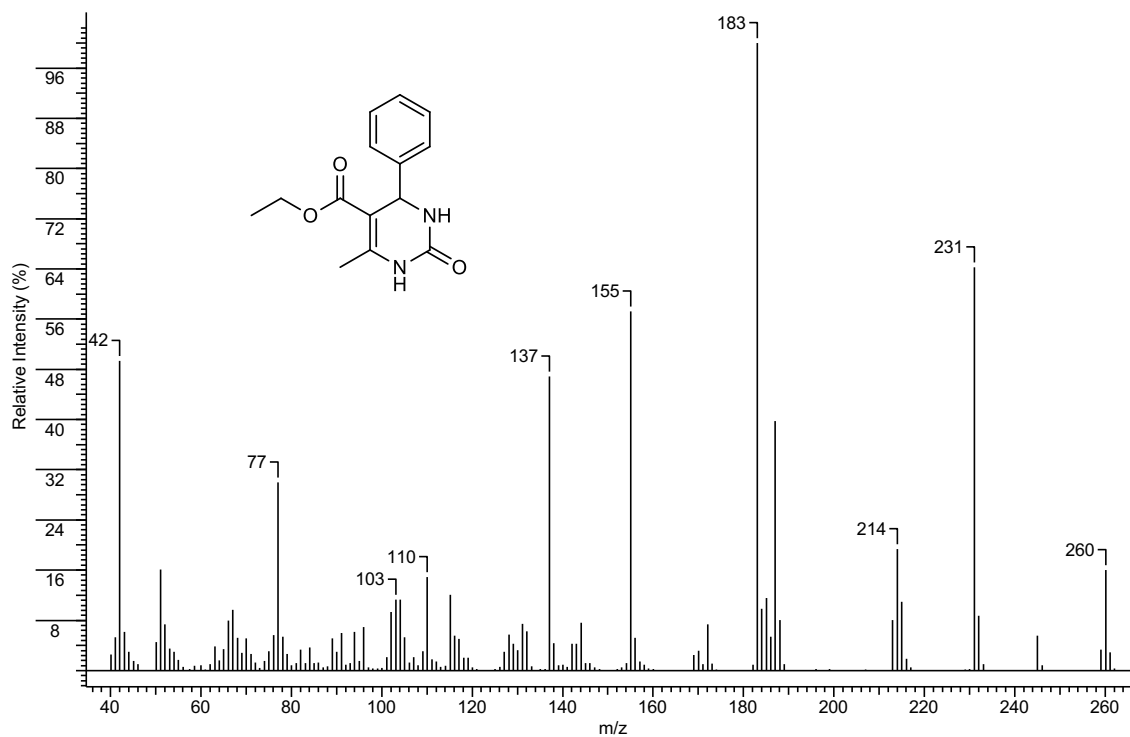
<sup>1</sup>H RMN do Composto 1

$\delta$	H	Multiplicidade
1,10	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,0$ Hz
2,25	7	s
3,99	2''	q, $J_{H2''H3''} = 7,0$ Hz
5,16	4	d, $J_{H4H3} = 3,2$ Hz
7,28	2'-6'	m
7,74	3	sl
9,20	1	sl

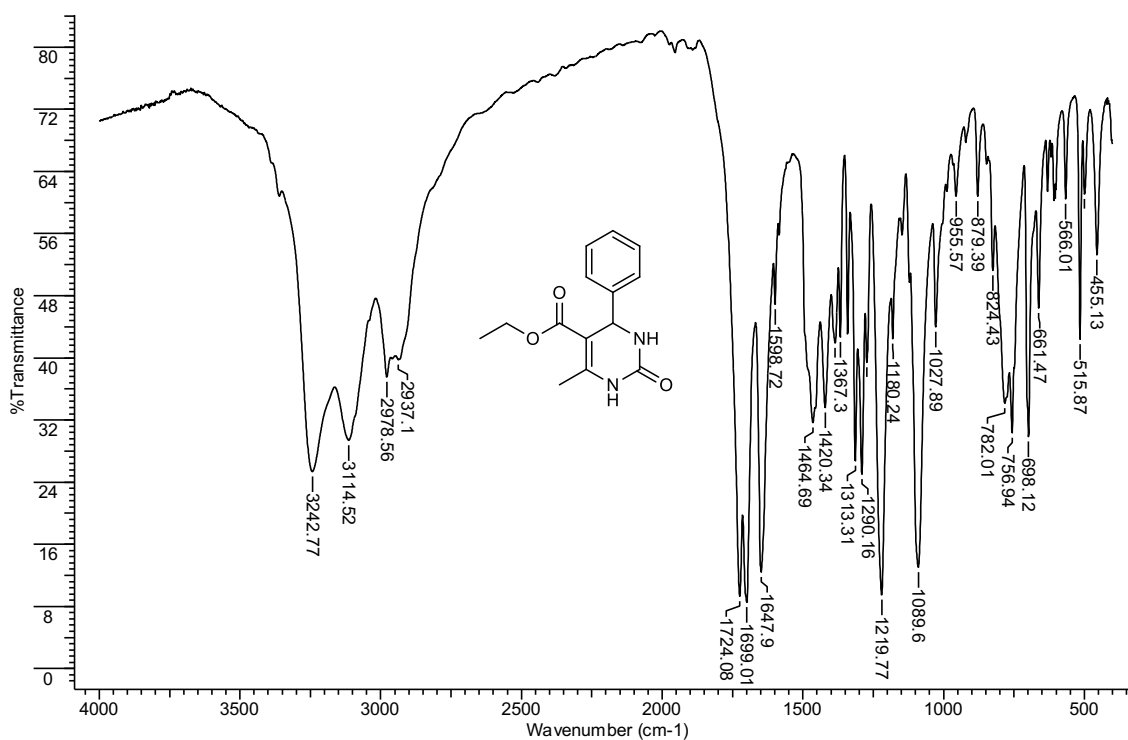
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 1

ppm	C
14,04	3''
17,74	7
53,96	4
59,15	2''
99,27	5
126,22	2'
127,22	4'
128,35	3'
144,85	1'
148,30	6
152,13	2
165,32	1''

## 6.1.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 1



## 6.1.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 1



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3242	N-H	E.S.
3114	N-H	E.S.
2978	CH <sub>3</sub>	E.A.
2937	CH <sub>2</sub>	E.S.
1724	C=O	E.S.
1699	C=O	E.S.
1647	C=C	E.S.
1420	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1367	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1219	-OOEt	E.A.
1089	EtO-	E.A.
879 a 515	Anel Aromático	D,A,

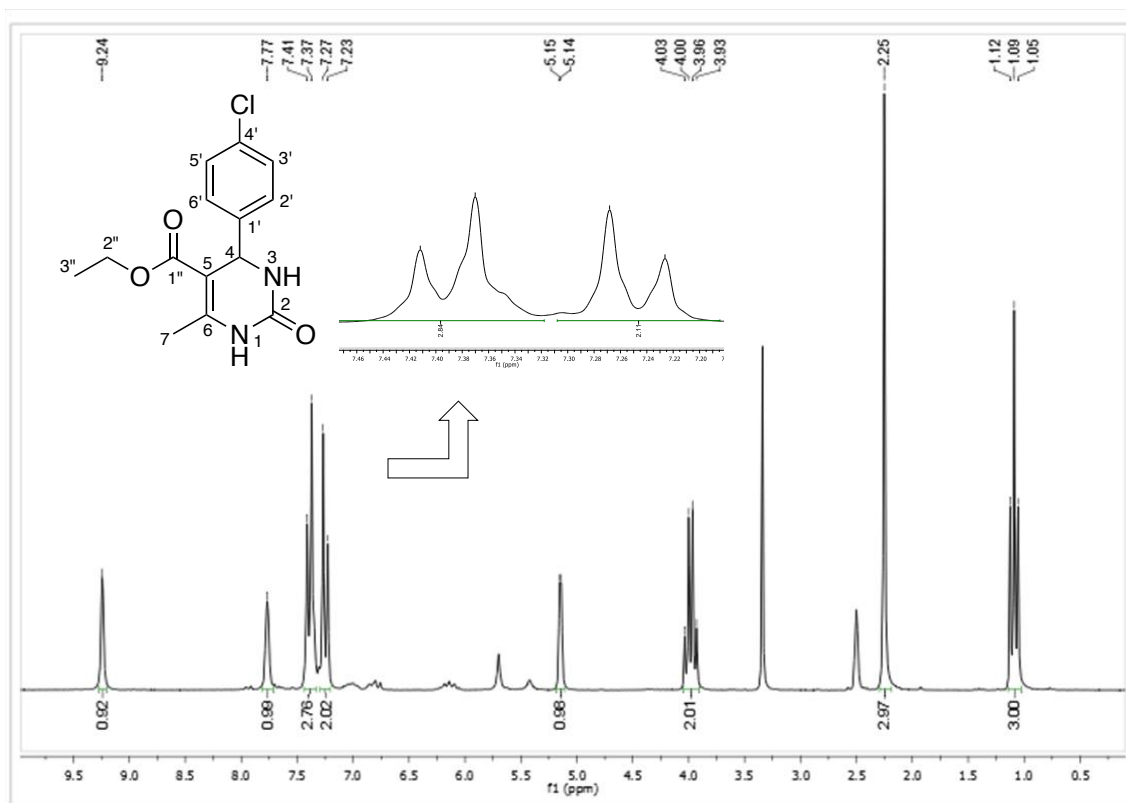
**E.S. = Estiramento Simétrico**

**E.A. = Estiramento Assimétrico**

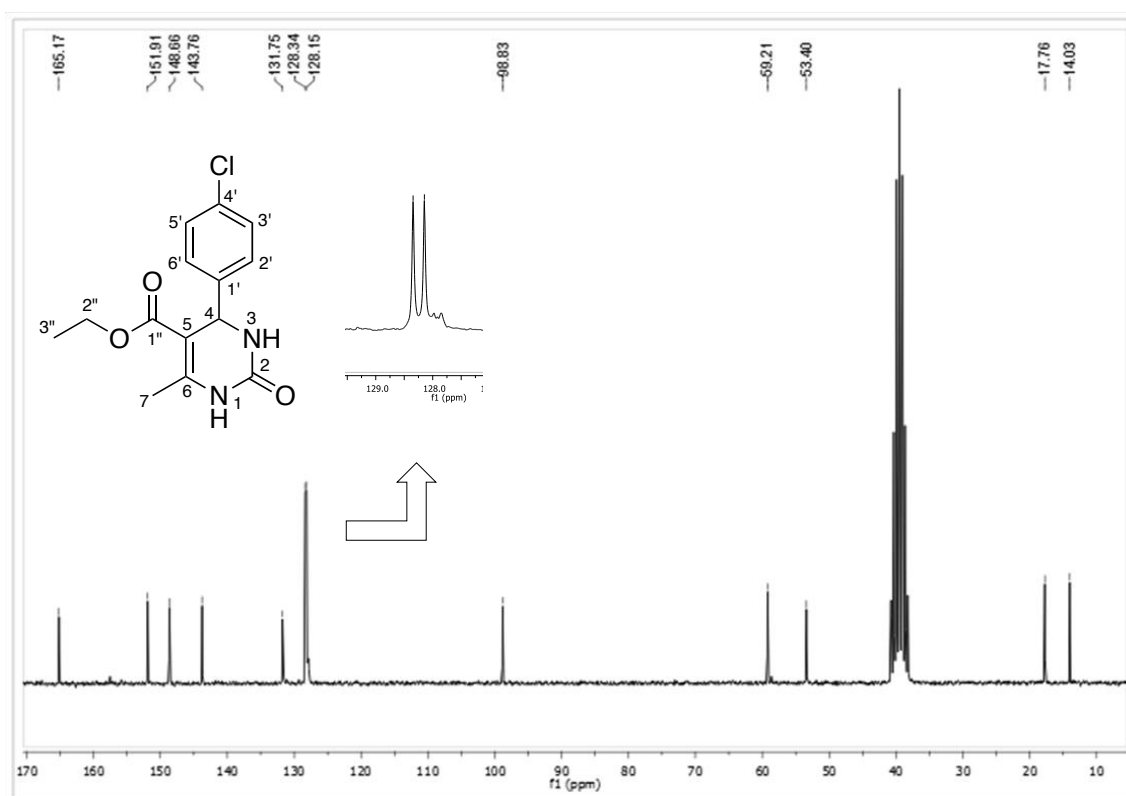
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.2 COMPOSTO 2

## 6.2.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 2

 $^1\text{H}$  RMN do Composto 2

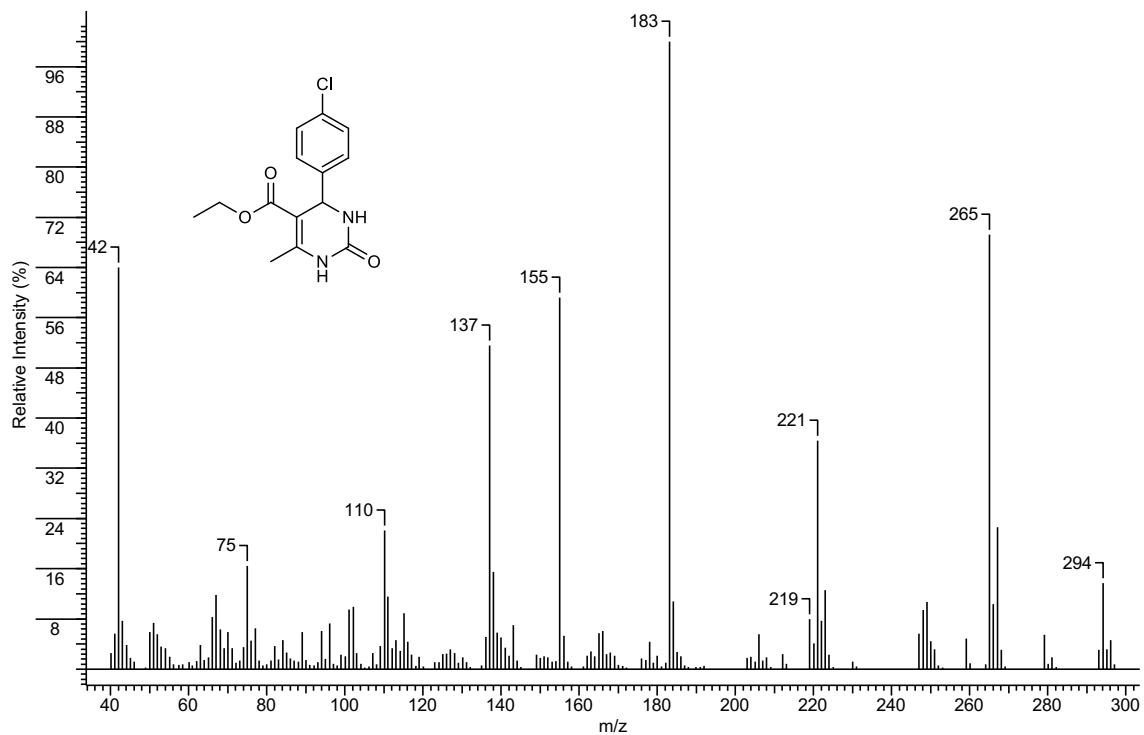
$\delta$	H	Multiplicidade
1,09	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,25	7	s
3,96	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,15	4	d, $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,1$ Hz
7,25	3'	d, $J_{\text{H}3'\text{H}2'} = 8,3$ Hz
7,74	2'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}3'} = 8,3$ Hz
7,77	3	sl
9,20	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 2

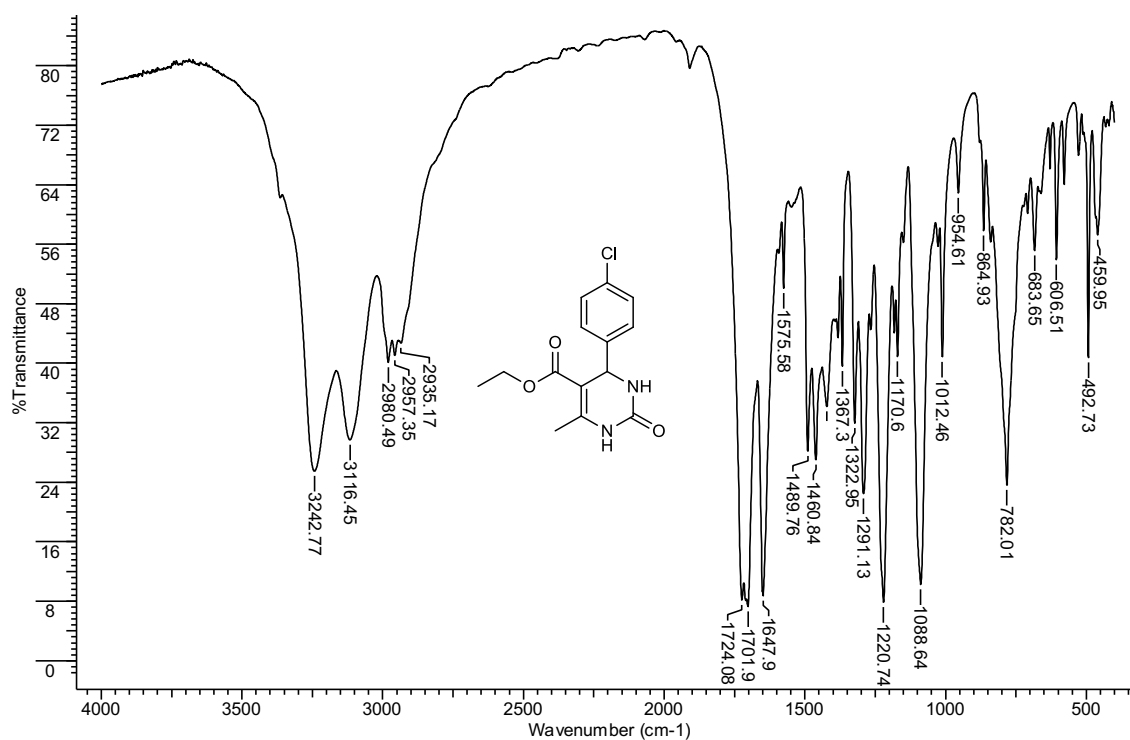
ppm	C
14,03	3''
17,76	7
53,40	4
59,21	2''
98,83	5
128,15	2'
128,34	3'
131,75	4'
143,76	1'
148,65	6
151,91	2
165,17	1''



## 6.2.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 2



## 6.2.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 2



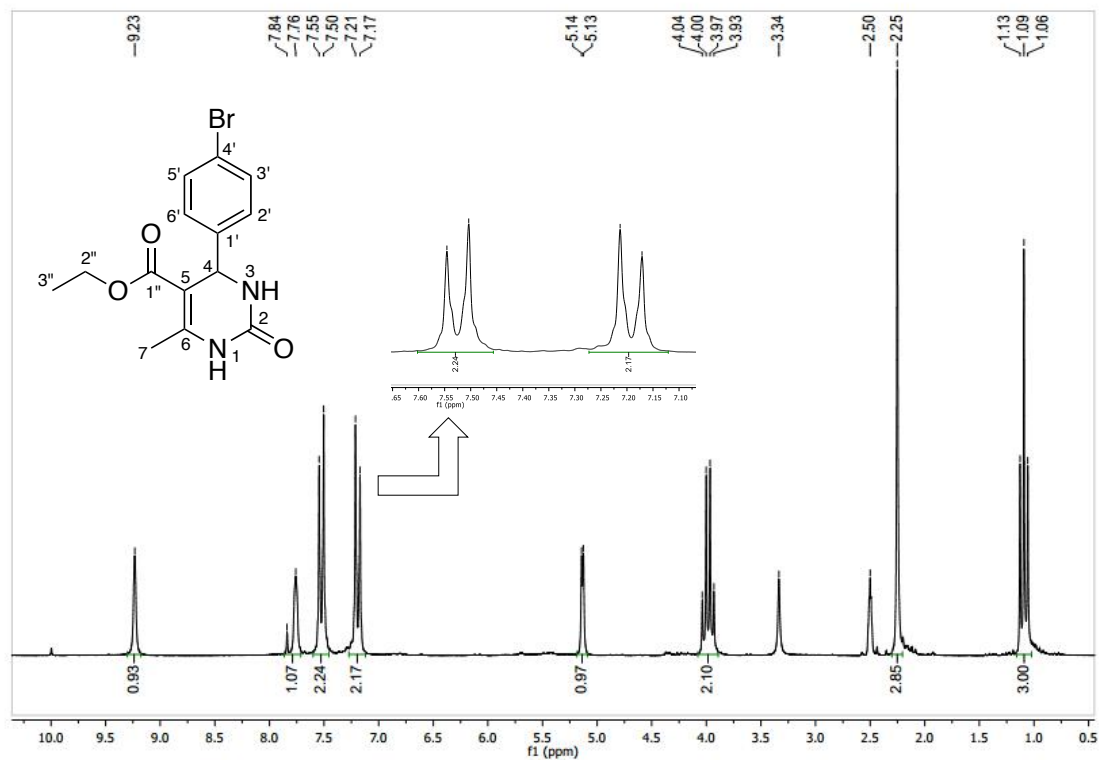
Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3242	N-H	E.S.
3116	N-H	E.S.
2980	CH <sub>3</sub>	E.A.
2957	CH <sub>2</sub>	E.S.
2935	CH <sub>2</sub>	E.A.
1724	C=O	E.S.
1701	C=O	E.S.
1647	C=C	E.S.
1460	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1367	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1220	-OOEt	E.A.
1088	EtO-	E.A.
782	C-Cl	E.S.
864 a 492	Anel Aromático	D.A.

**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

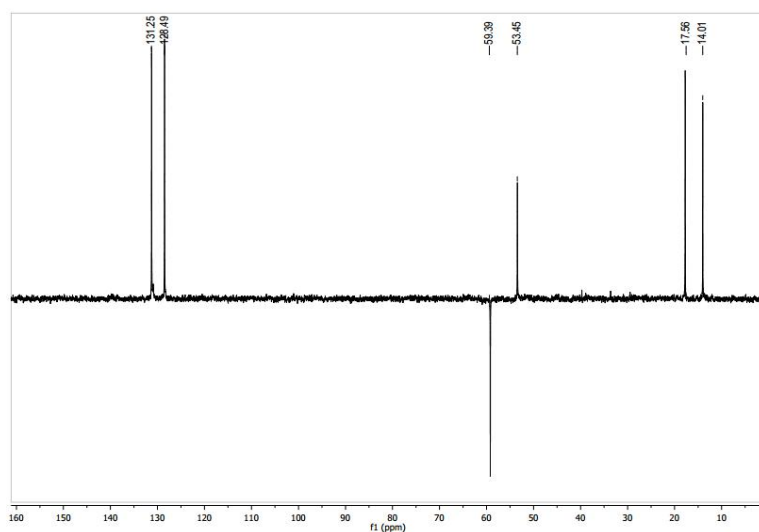
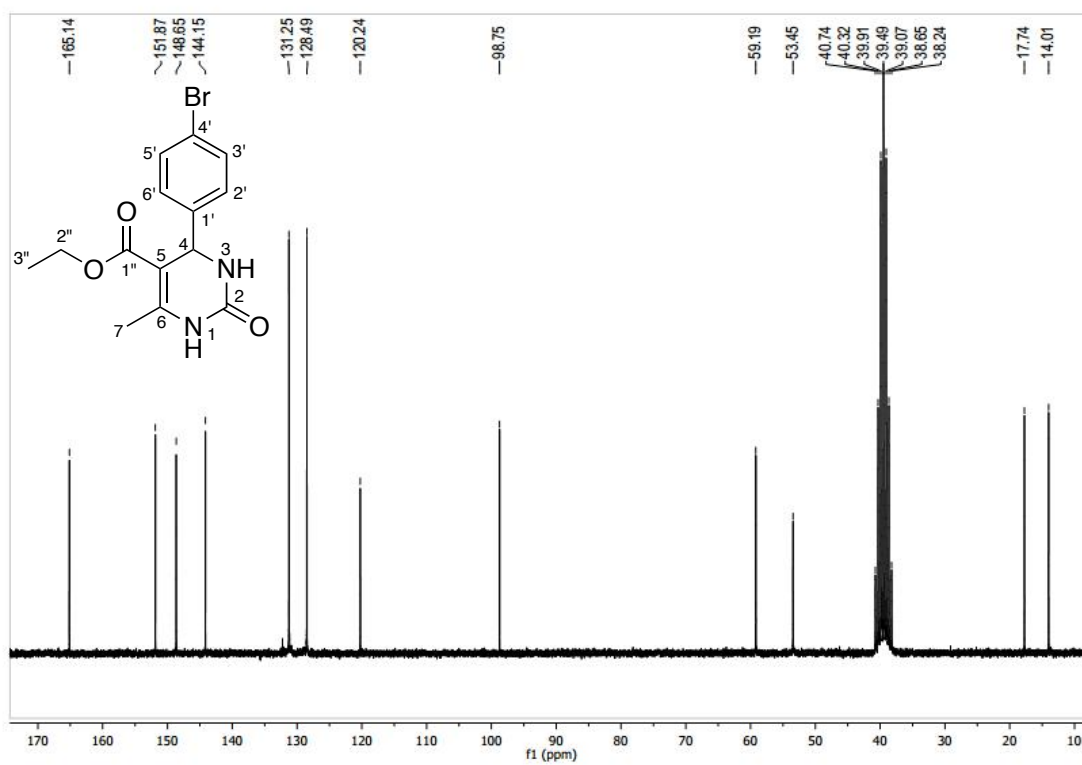
## 6.3 COMPOSTO 3

### 6.3.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 3

$^1\text{H}$  RMN do Composto 3



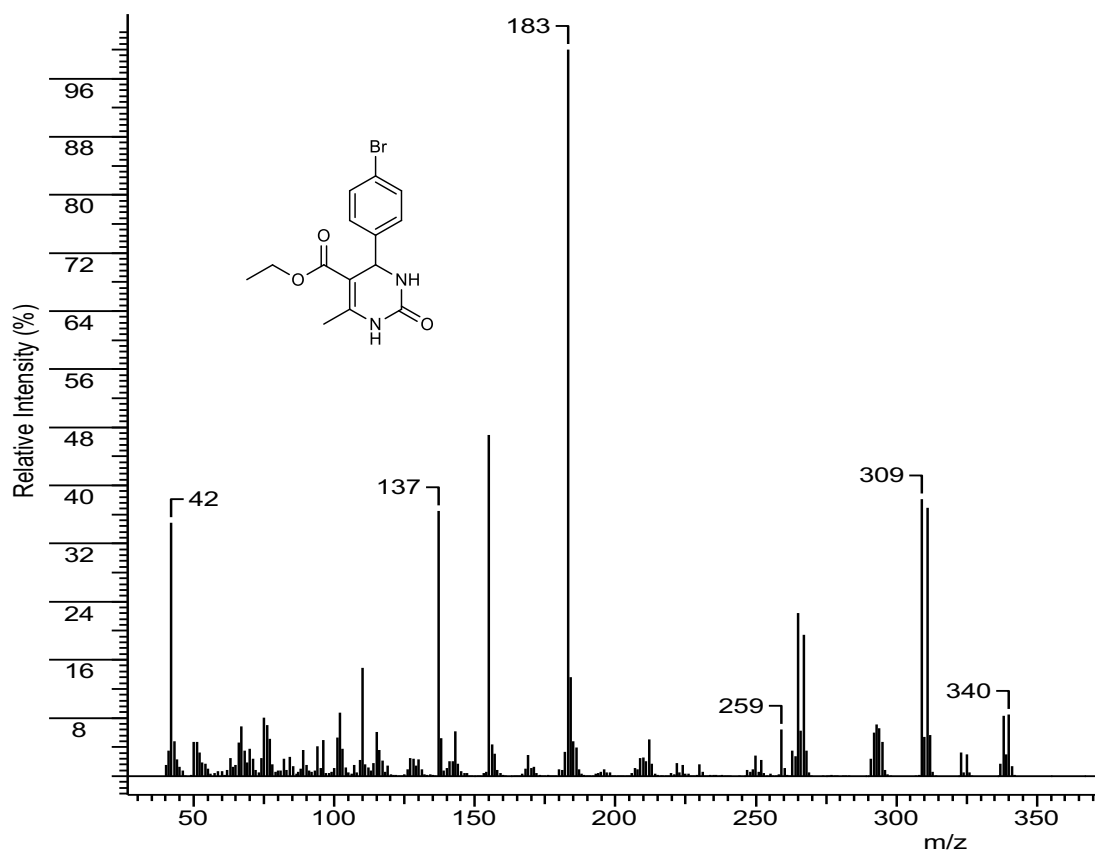
$\delta$	H	Multiplicidade
1,09	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,25	7	s
3,99	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,14	4	d, $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,1$ Hz
7,19	3'	d, $J_{\text{H}3'\text{H}2'} = 8,4$ Hz
7,53	2'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}3'} = 8,4$ Hz
7,76	3	sl
9,23	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 3

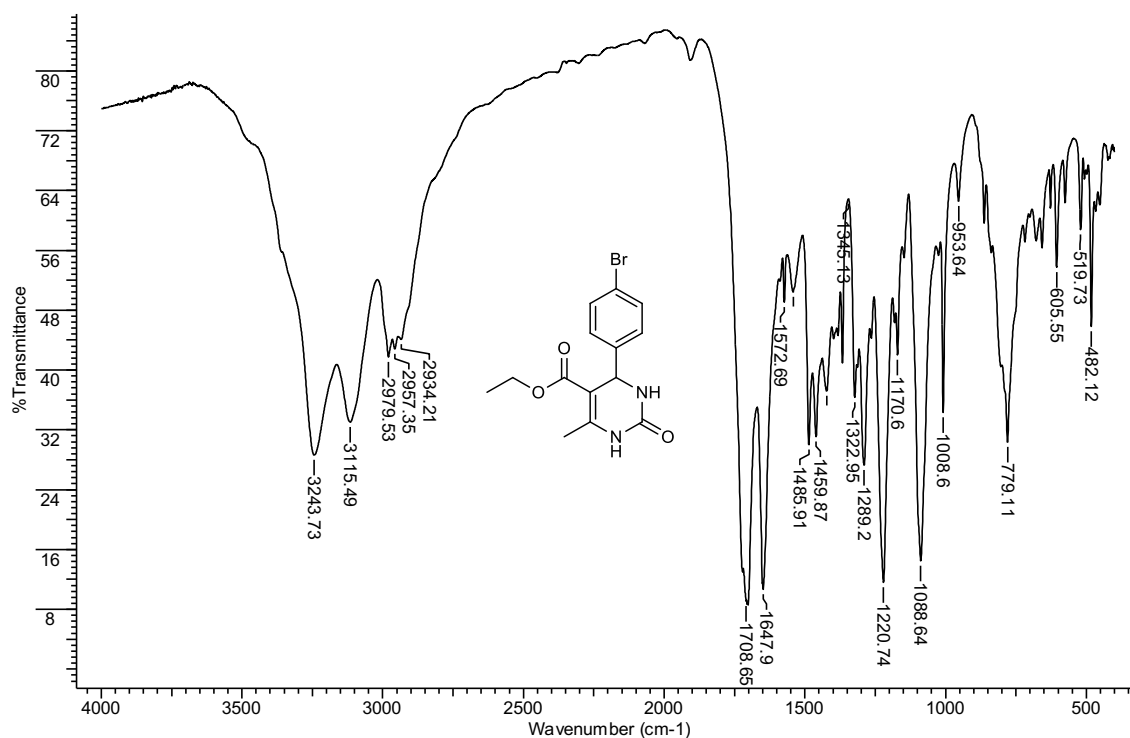
## DEPT 135 do Composto 3

ppm	C
14,01	3''
17,74	7
53,45	4
59,19	2''
98,75	5
120,24	4'
128,49	2'
131,25	3'
144,15	1'
148,65	6
151,87	2
165,14	1''

## 6.3.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 3



## 6.3.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 3

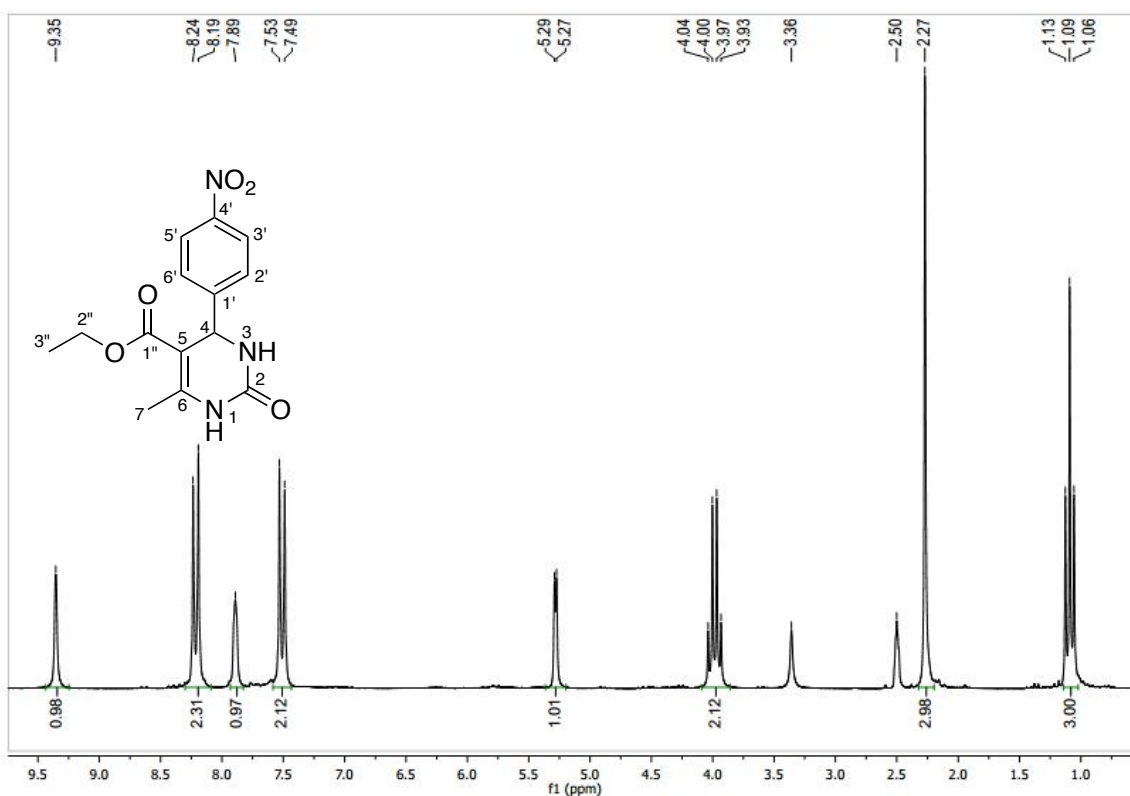


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3243	N-H	E.S.
3115	N-H	E.S.
2979	CH <sub>3</sub>	E.A.
2957	CH <sub>2</sub>	E.S.
2934	CH <sub>2</sub>	E.A.
1708	C=O	E.S.
1647	C=C	E.S.
1459	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1322	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1220	-OOEt	E.A.
1088	EtO-	E.A.
779	C-Br	E.S.
700 a 482	Anel Aromático	D.A.

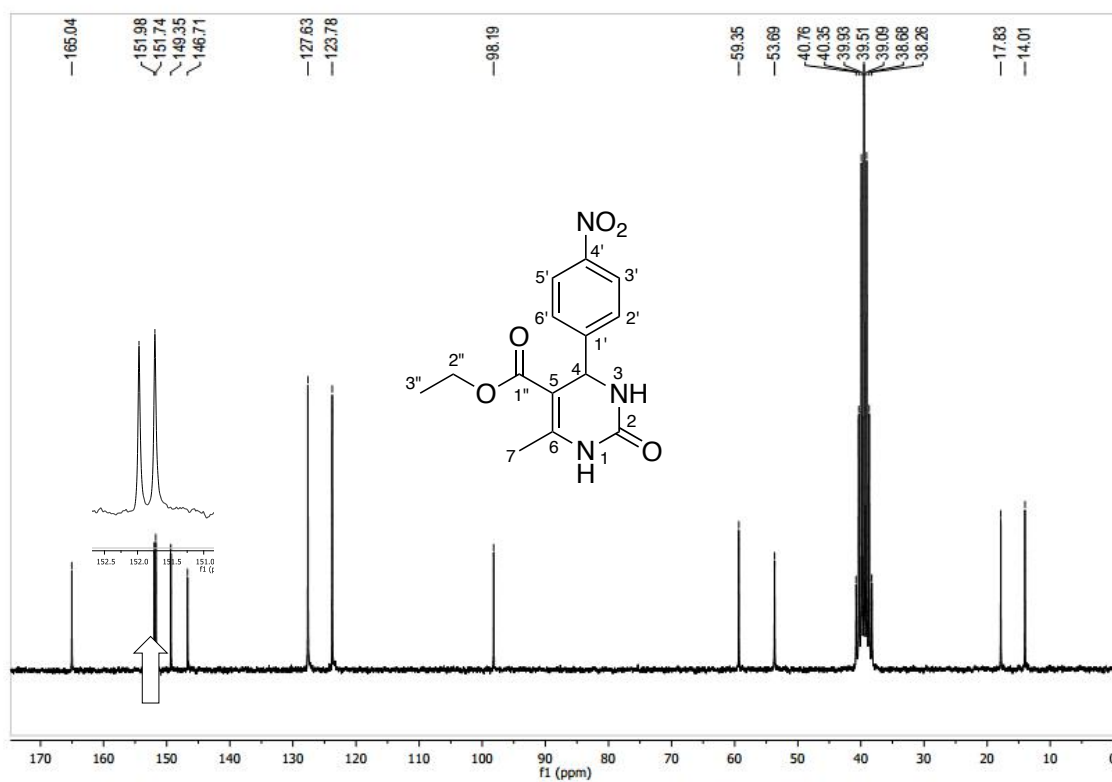
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.4 COMPOSTO 4

## 6.4.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 4

<sup>1</sup>H RMN do Composto 4

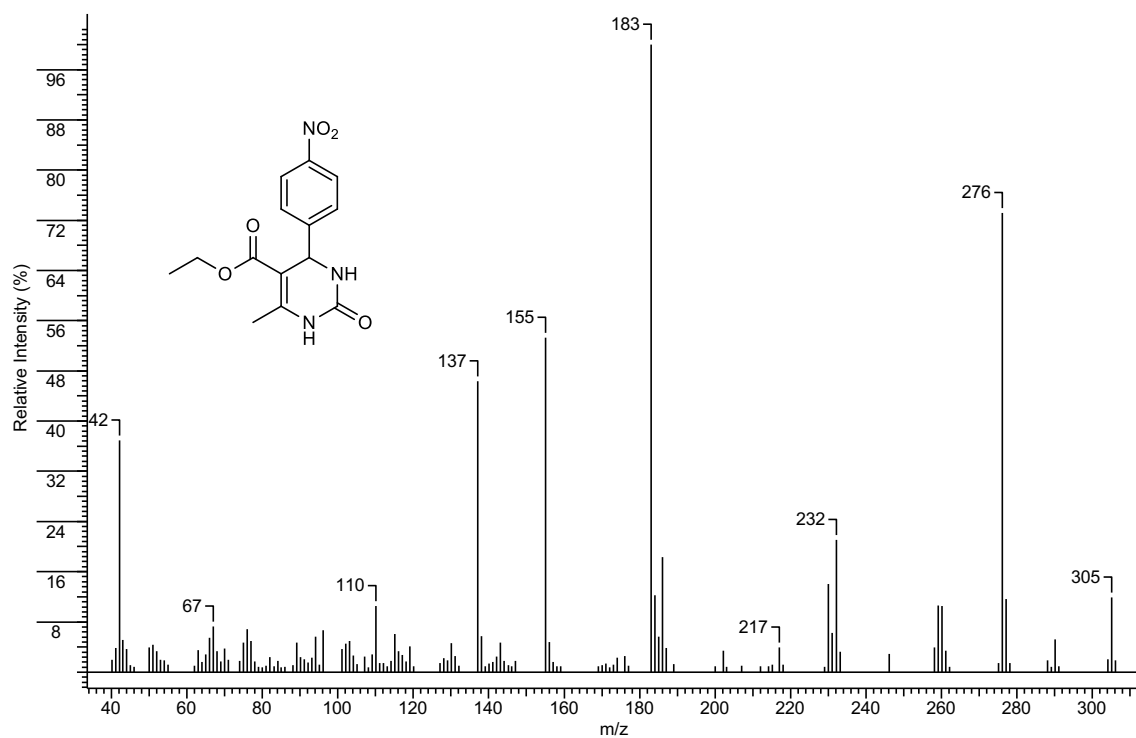
$\delta$	H	Multiplicidade
1,09	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,0$ Hz
2,27	7	s
3,99	2''	q, $J_{H2''H3''} = 7,0$ Hz
5,28	4	d, $J_{H4H3} = 2,5$ Hz
7,51	3'	d, $J_{H3'H2'} = 8,6$ Hz
7,89	2'	sl
8,21	3	d, $J_{H2'H3'} = 8,6$ Hz
9,35	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 4

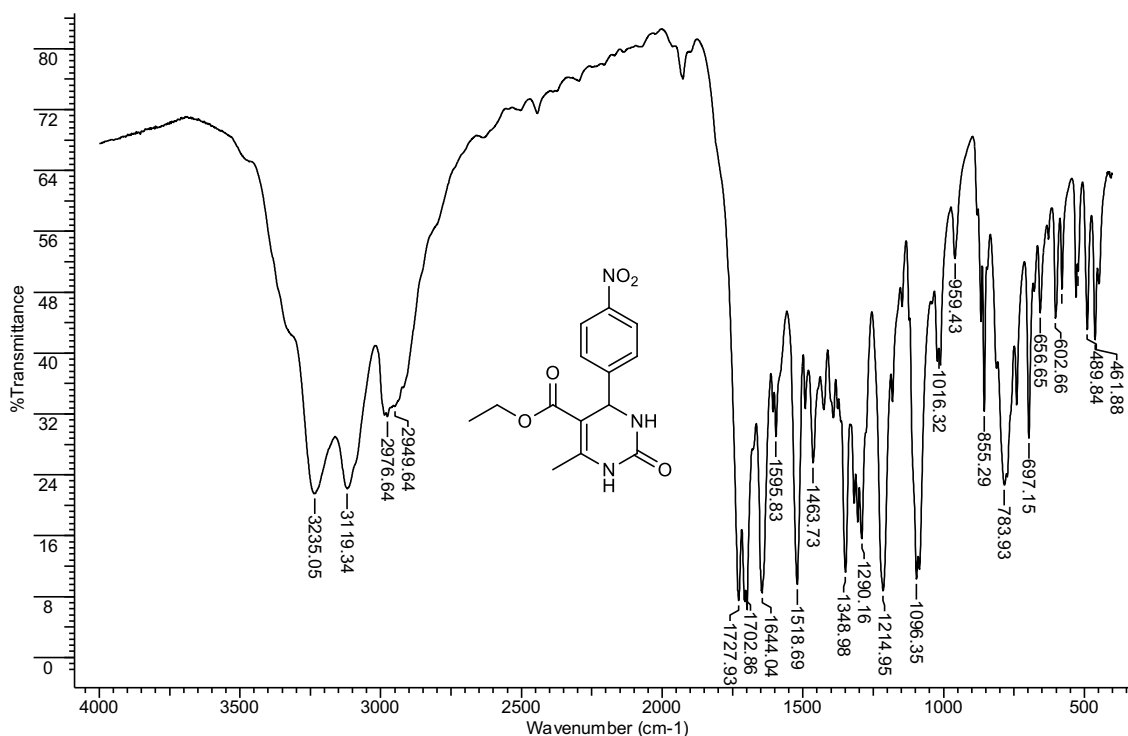
ppm	C
14,01	3''
17,83	7
53,69	4
59,35	2''
98,19	5
123,78	4'
127,63	2'
146,71	3'
149,35	1'
151,74	6
151,98	2
165,04	1''



## 6.4.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 4



## 6.4.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 4



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3235	N-H	E.S.
3119	N-H	E.S.
2976	CH <sub>3</sub>	E.A.
2949	CH <sub>2</sub>	E.S.
1727	C=O	E.S.
1702	C=O	E.S.
1644	C=C	E.S.
1518	NO <sub>2</sub>	Estiramento
1463	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1348	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1214	-OOEt	E.A.
1096	EtO-	E.A.
864 a 492	Anel Aromático	D.A. – parassubstituído

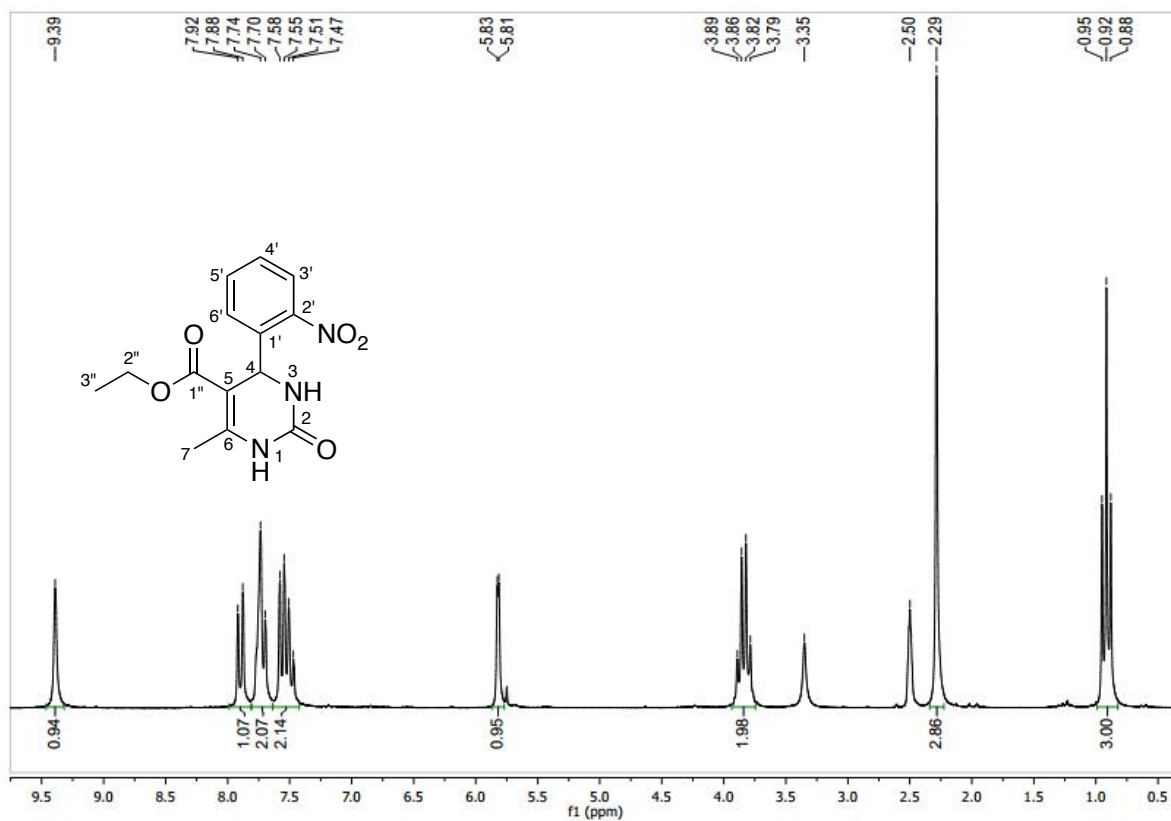
**E.S. = Estiramento Simétrico**

**E.A. = Estiramento Assimétrico**

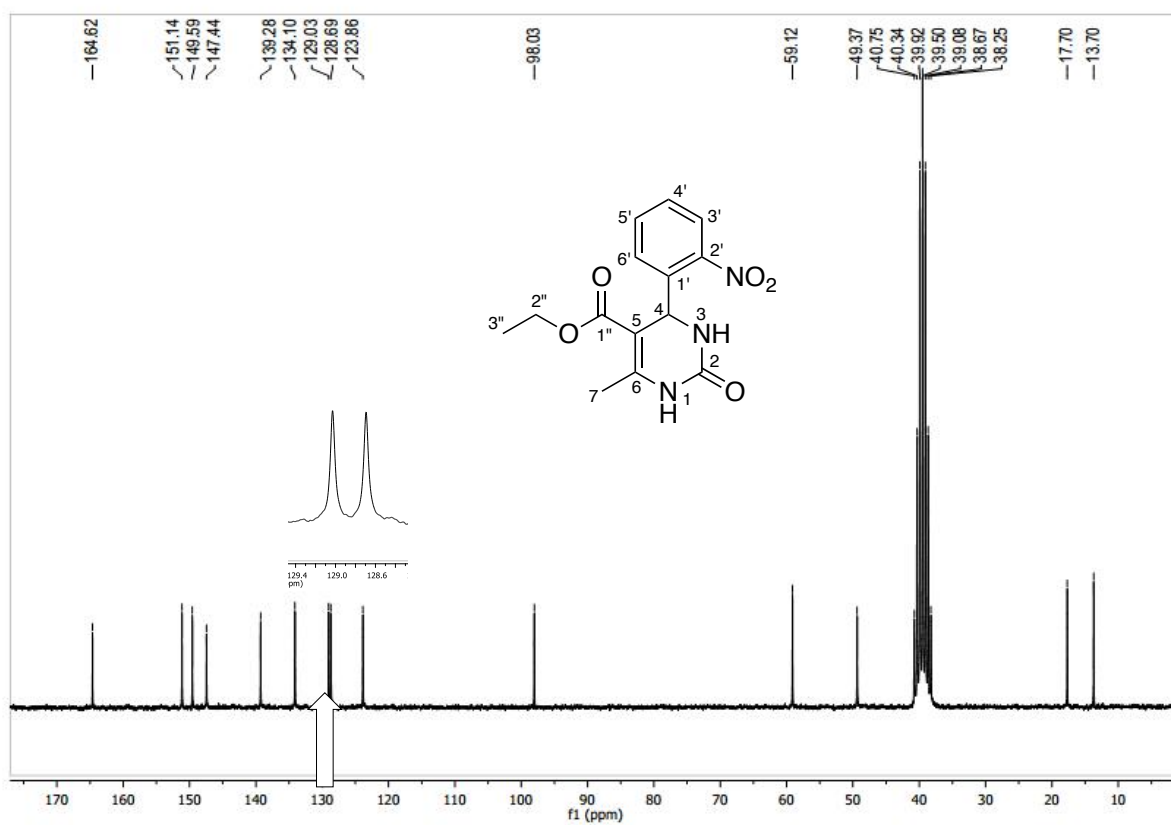
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.5 COMPOSTO 5

## 6.5.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 5

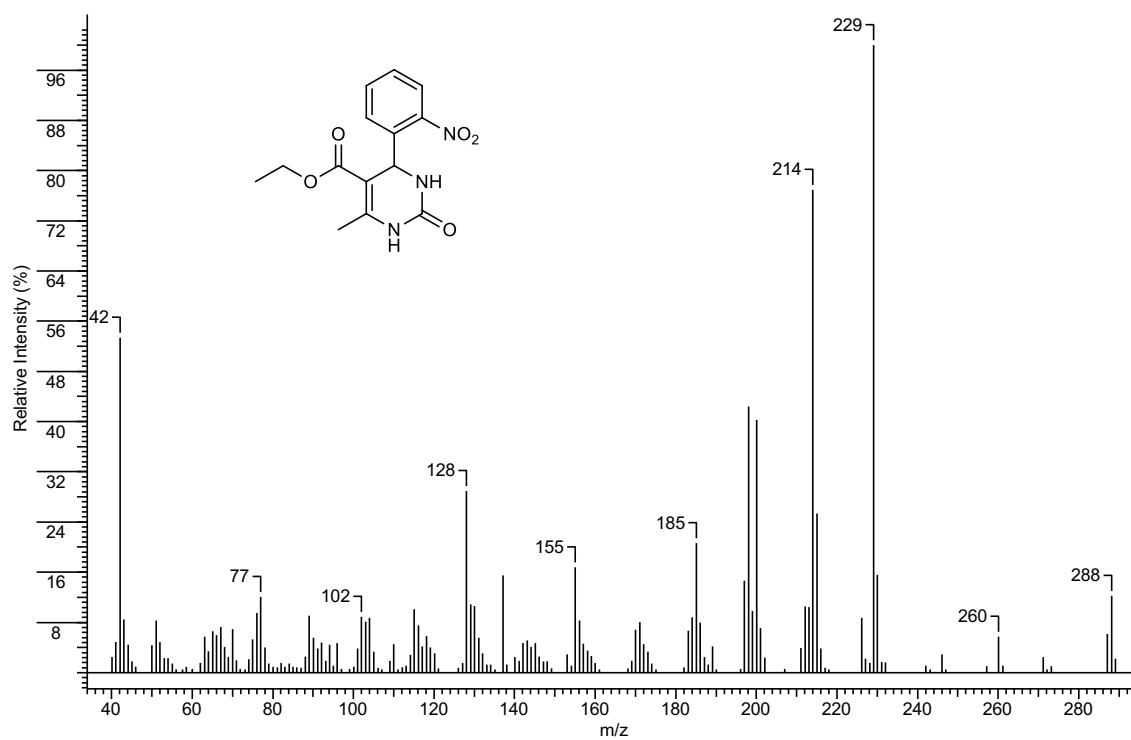
<sup>1</sup>H RMN do Composto 5

δ	H	Multiplicidade
0,92	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,0$ Hz
2,29	7	s
3,84	2''	q, $J_{H2''H3''} = 7,0$ Hz
5,82	4	d, $J_{H4H3} = 2,5$ Hz
7,49	2'	dd, $J = 7,8$ e $1,4$ Hz
7,56	3'	dd, $J = 7,8$ e $1,4$ Hz
7,73	2'	sl
7,89	3	d, $J_{H2'H3'} = 7,7$ Hz
9,39	1	sl

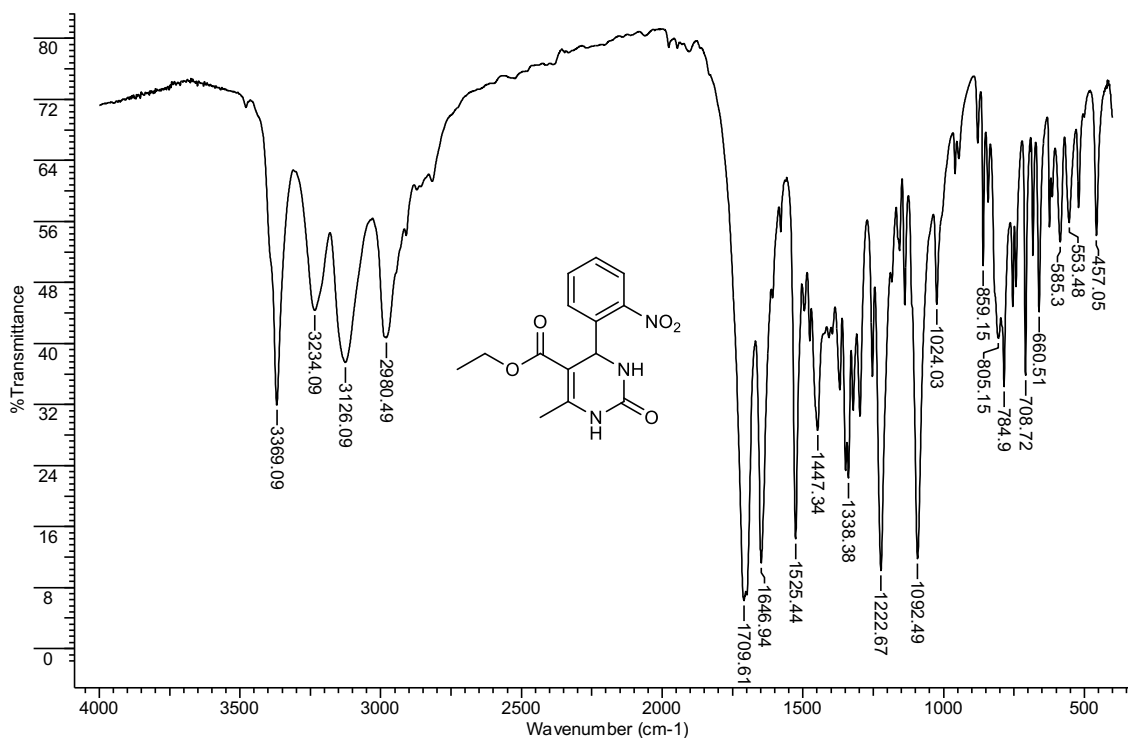
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 5

ppm	C
13,70	3''
17,70	7
49,37	4
59,12	2''
98,03	5
123,86	3'
128,69	4'
129,03	6'
134,10	5'
139,28	1'
147,44	2'
149,59	6
151,14	2
164,62	1''

## 6.5.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 5



## 6.5.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 5



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3234	N-H	E.S.
3126	N-H	E.S.
2980	CH <sub>3</sub>	E.A.
1727	C=O	E.S.
1709	C=O	E.S.
1646	C=C	E.S.
1525	NO <sub>2</sub>	Estiramento
1447	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1338	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1222	-OOEt	E.A.
1092	EtO-	E.A.
859 a 492	Anel Aromático	D.A.

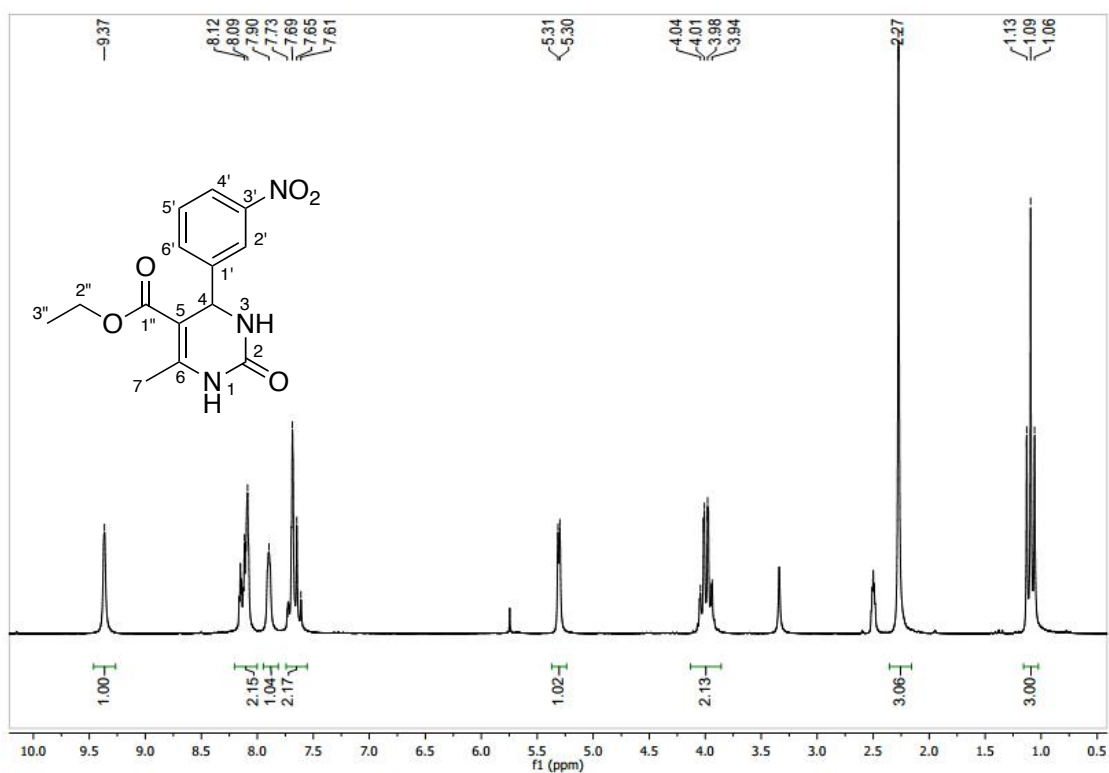
**E.S. = Estiramento Simétrico**

**E.A. = Estiramento Assimétrico**

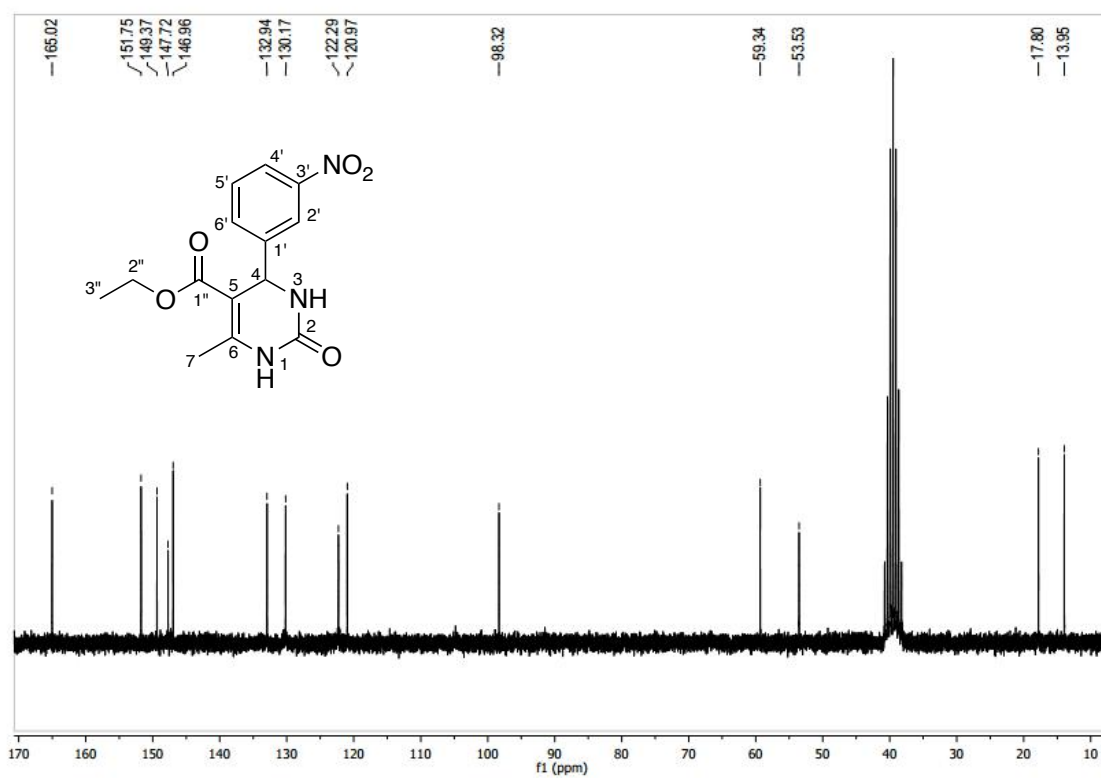
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.6 COMPOSTO 6

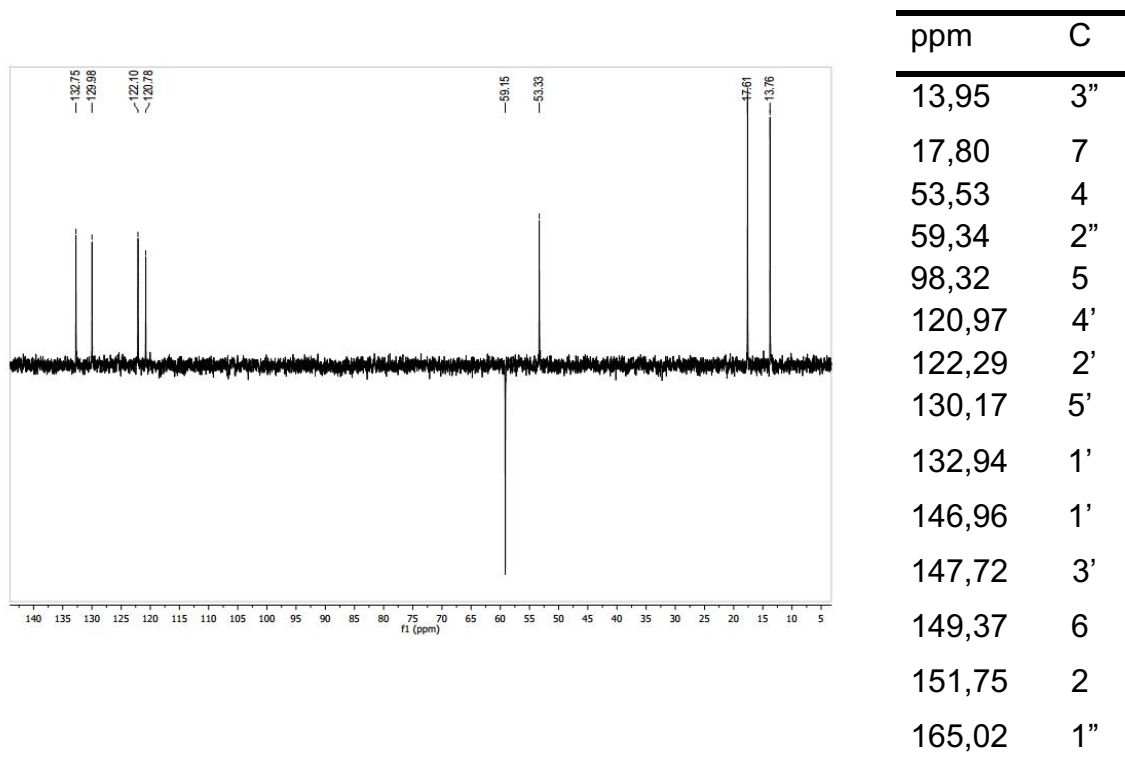
## 6.6.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 6

<sup>1</sup>H RMN do Composto 6

$\delta$	H	Multiplicidade
1,09	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,0$ Hz
2,27	7	s
4,00	2''	q, $J_{H2''H3''} = 7,0$ Hz
5,30	4	d, $J_{H4H3} = 3,2$ Hz
7,75-7,55	2'	m
7,90	3'	sl
8,20-8,05	'	m
9,37	1	sl

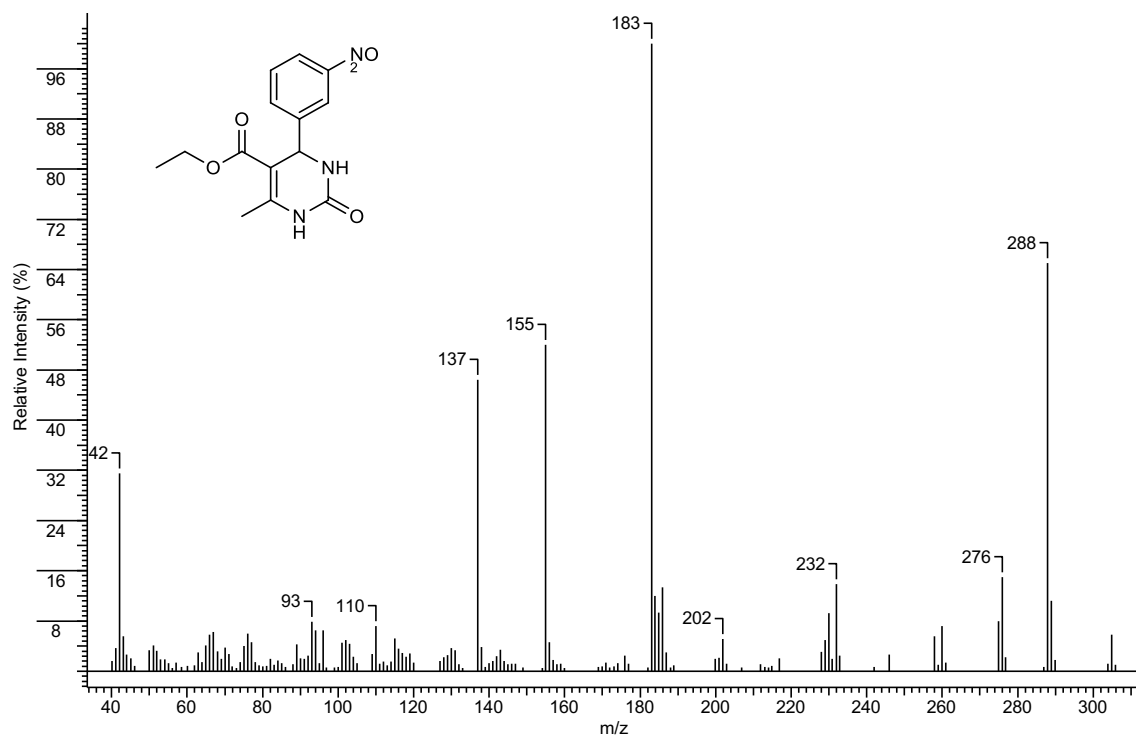
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 6

## DEPT 135 do Composto 6

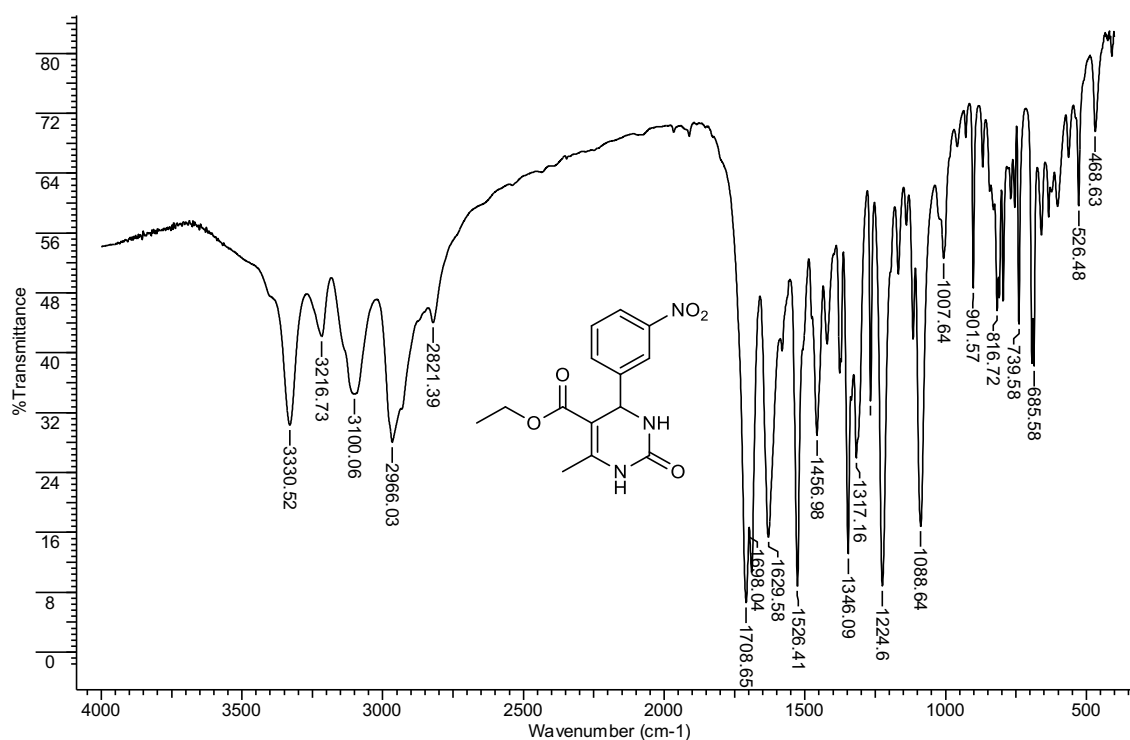




## 6.6.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 6



## 6.6.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 6

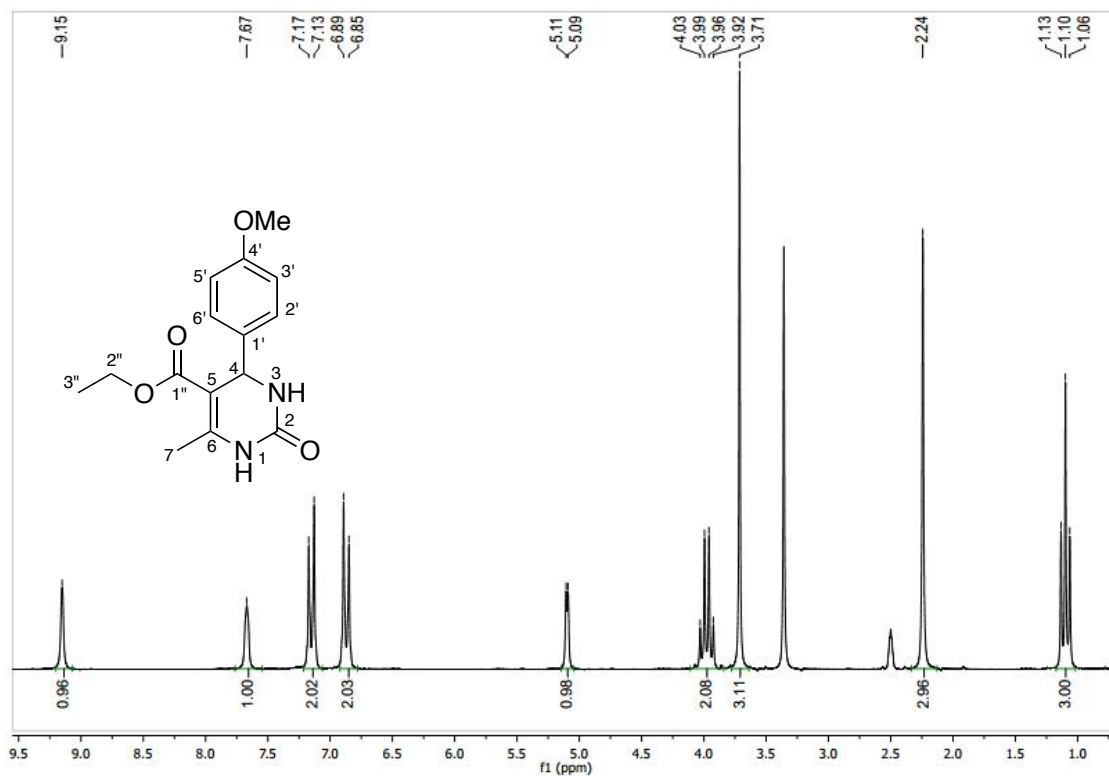


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3216	N-H	E.S.
3100	N-H	E.S.
2966	CH <sub>3</sub>	E.A.
2821	CH <sub>2</sub>	E.A.
1708	C=O	E.S.
1698	C=O	E.S.
1629	C=C	E.S.
1526	NO <sub>2</sub>	Estiramento
1456	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1346	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1224	-OOEt	E.A.
1088	EtO-	E.A.
901 a 526	Anel Aromático	D.A.

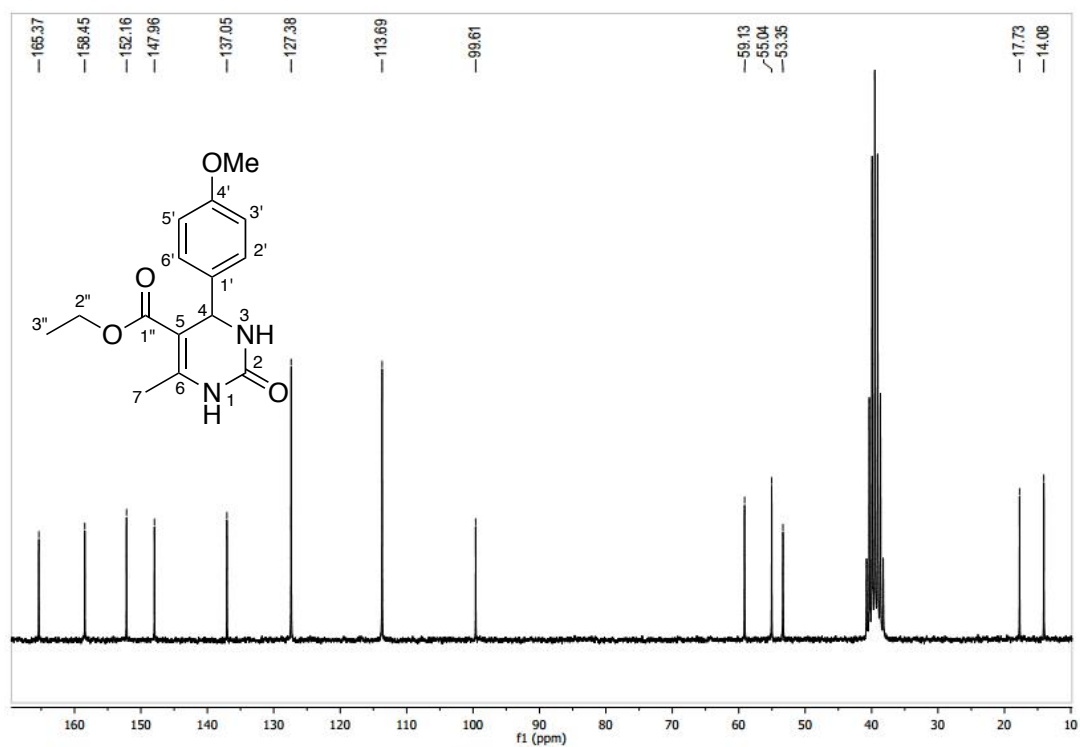
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.7 COMPOSTO 7

## 6.7.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 7

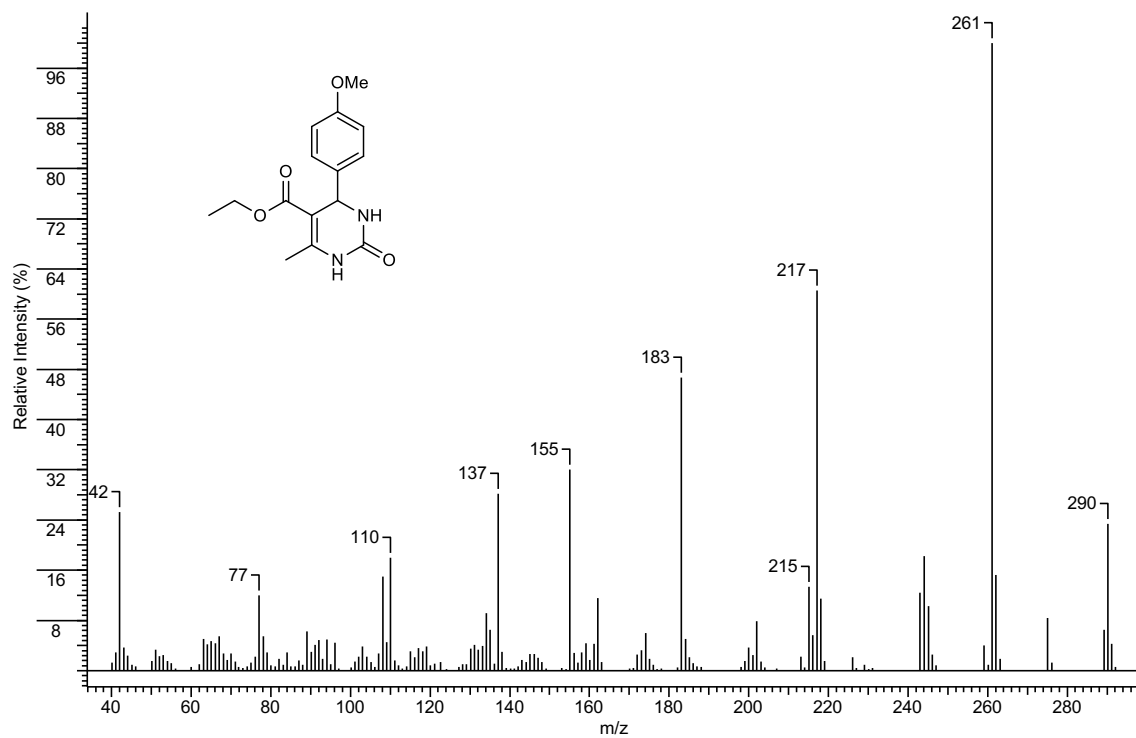
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 7

$\delta$	H	Multiplicidade
1,10	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,24	7	s
3,71	7'	s
3,96	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,10	4	d, $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,1$ Hz
6,85	3'	d, $J_{\text{H}3'\text{H}2'} = 8,6$ Hz
7,13	2'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}3'} = 8,6$ Hz
7,68	3	sl
9,16	1	sl

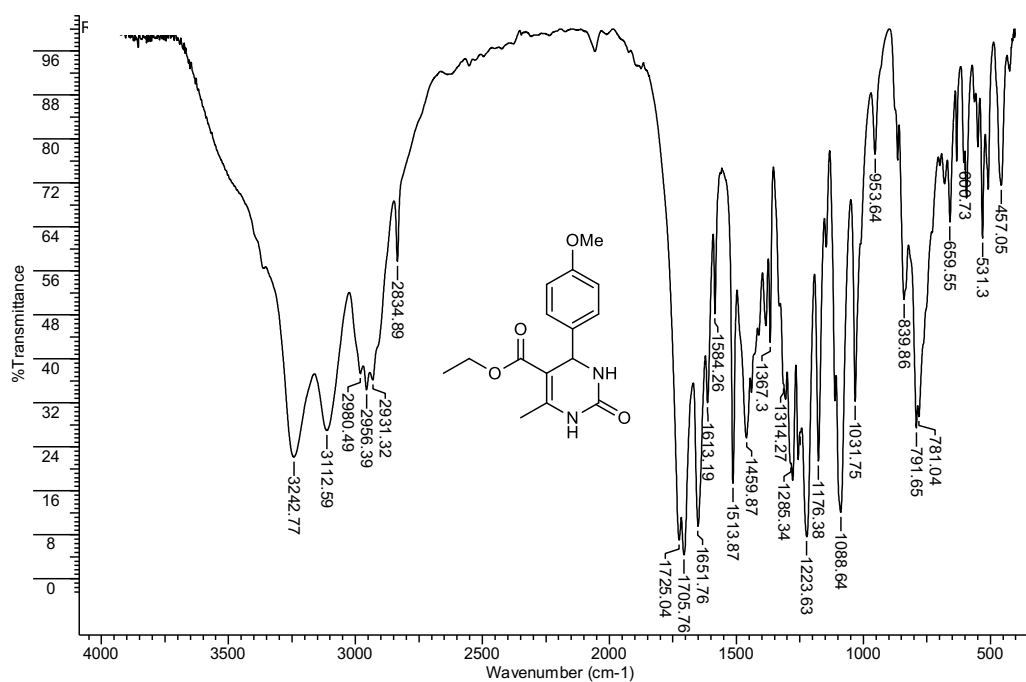
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 7

ppm	C
14,08	3''
17,87	7
53,35	7'
55,04	2''
59,13	4
99,61	5
113,69	4'
127,38	2'
137,05	3'
147,96	1'
152,16	6
158,45	2
165,37	1''

## 6.7.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 7



## 6.7.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 7



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3242	N-H	E.S.
3112	N-H	E.S.
2980	CH <sub>3</sub>	E.A.
2956	CH <sub>2</sub>	E.S.
2834	CH <sub>2</sub>	E.A.
1725	C=O	E.S.
1705	C=O	E.S.
1651	C=C	E.S.
1459	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1367	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1223	-OOEt	E.A.
1088	EtO-	E.A.
839 a 531	Anel Aromático	D.A. – parassubstituído

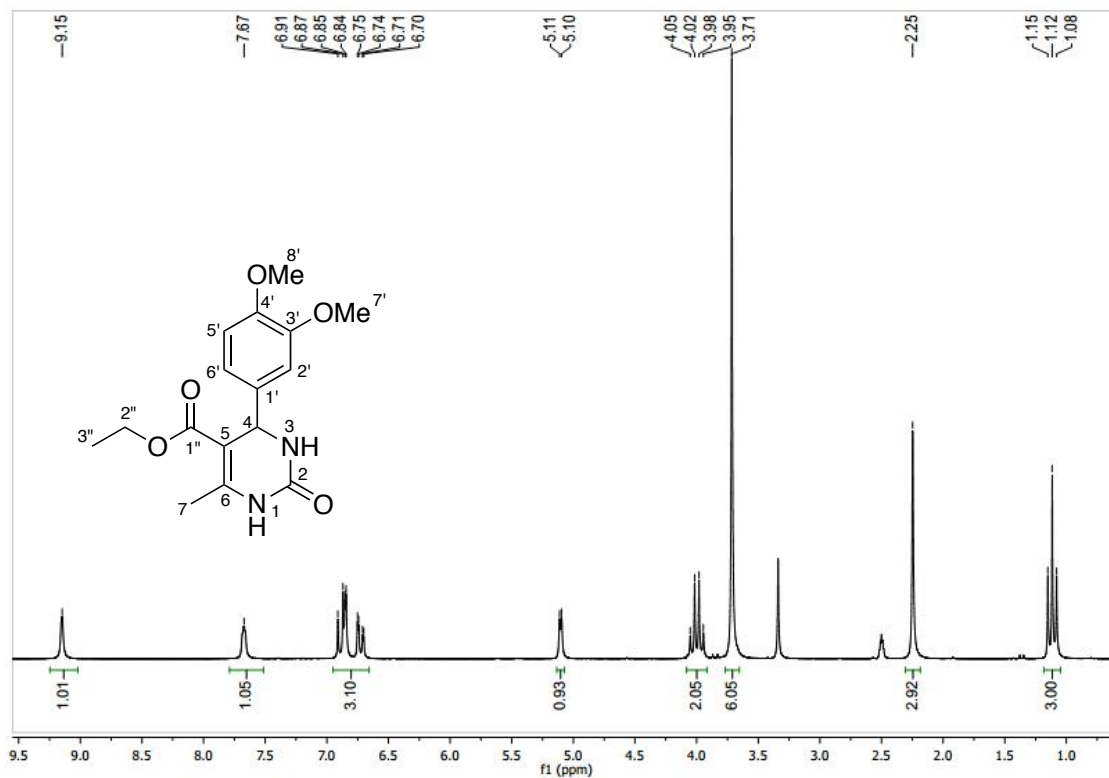
**E.S. = Estiramento Simétrico**

**E.A. = Estiramento Assimétrico**

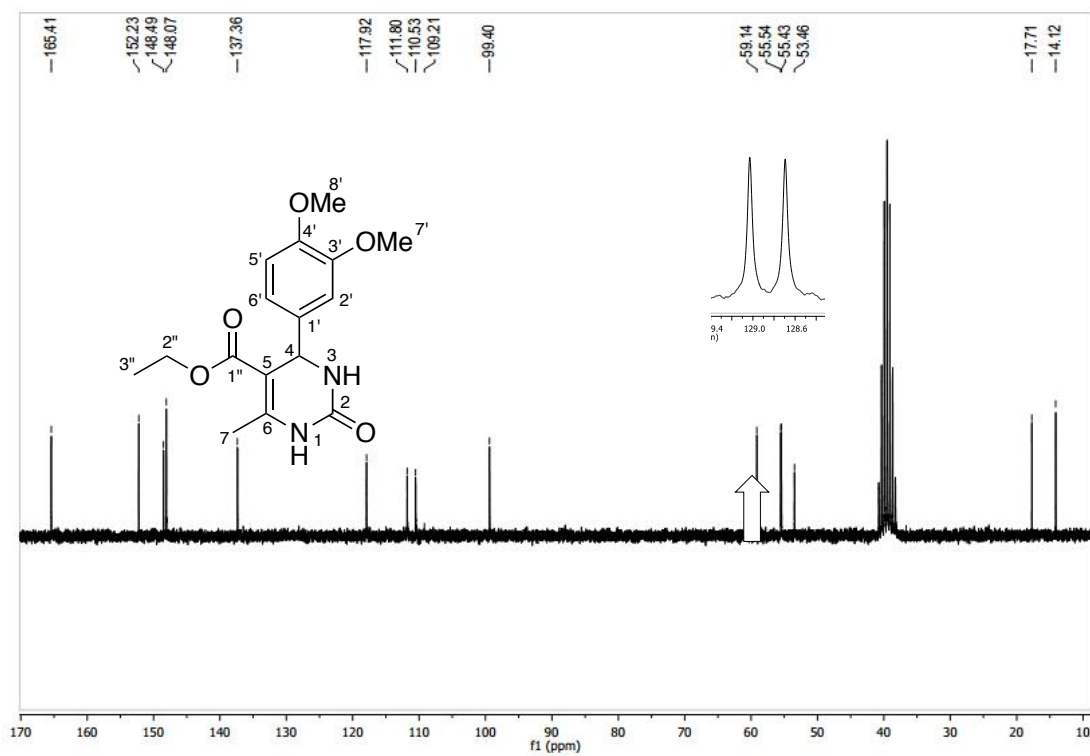
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.8 COMPOSTO 8

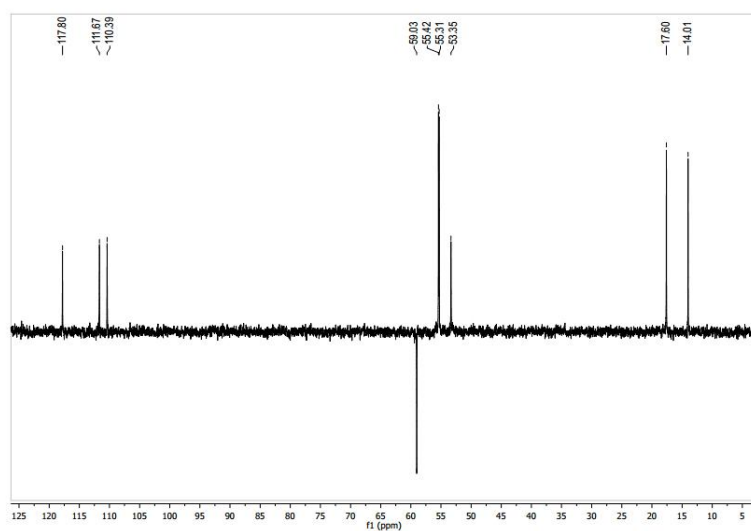
## 6.8.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 8

 $^1\text{H}$  RMN do Composto 8

$\delta$	H	Multiplicidade
1,12	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,1$ Hz
2,25	7	s
3,71	7' e 8'	s
4,02	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,1$ Hz
5,10	4	d, $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,2$ Hz
6,73	6'	dd, $J_{\text{H}6'\text{H}5'} = 8,2$ Hz $J_{\text{H}6'\text{H}2'} = 2,0$ Hz
6,85	2'	d $J_{\text{H}2'\text{H}6'} = 2,0$ Hz
6,89	5'	d, $J_{\text{H}5'\text{H}6'} = 8,2$ Hz
7,67	3	sl
9,15	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 8

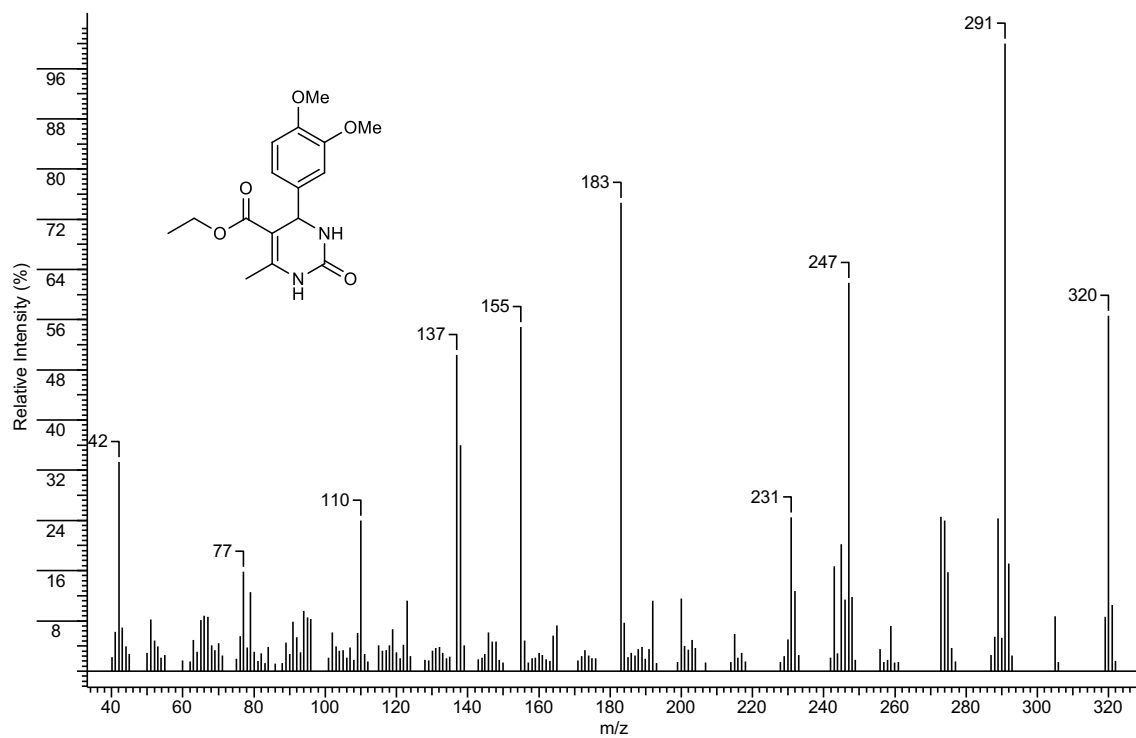
## DEPT 135 do Composto 8



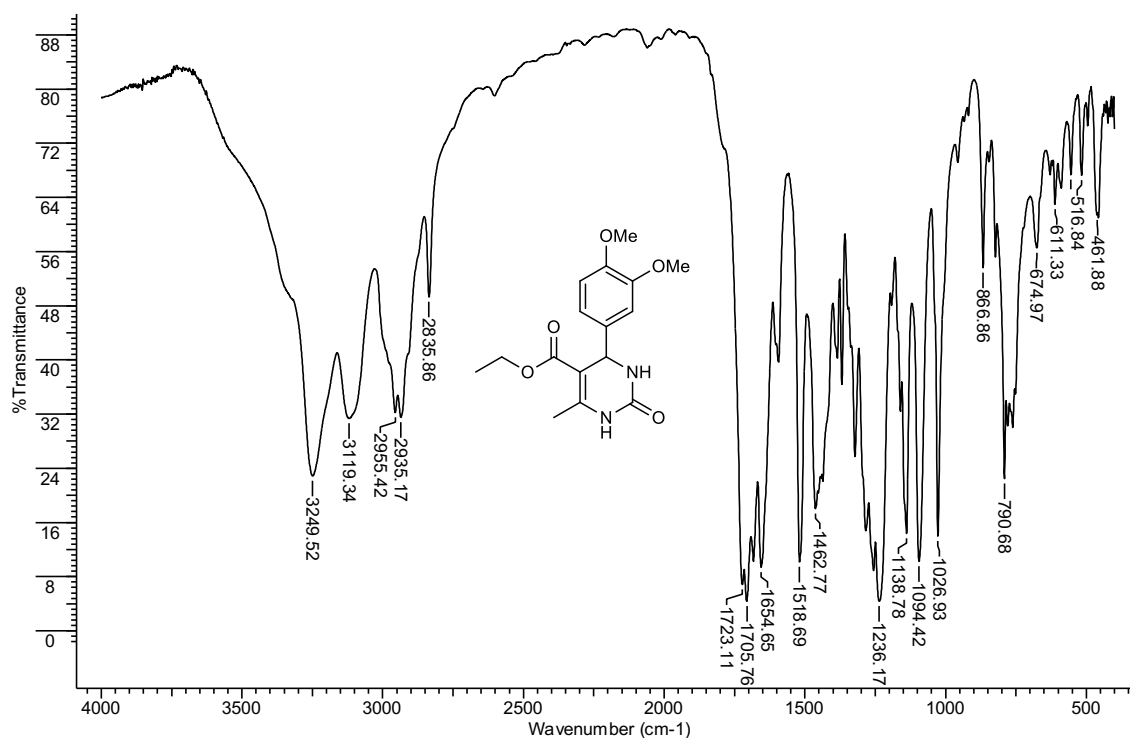
ppm	C
14,12	3''
17,71	7
53,46	4
55,43	7'
55,54	8'
59,14	2''
99,40	5
109,21	2'
110,53	5'
111,80	6'
117,93	1'
137,36	3'
148,07	4'
148,49	6
152,23	2
165,41	1''



## 6.8.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 8



## 6.8.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 8

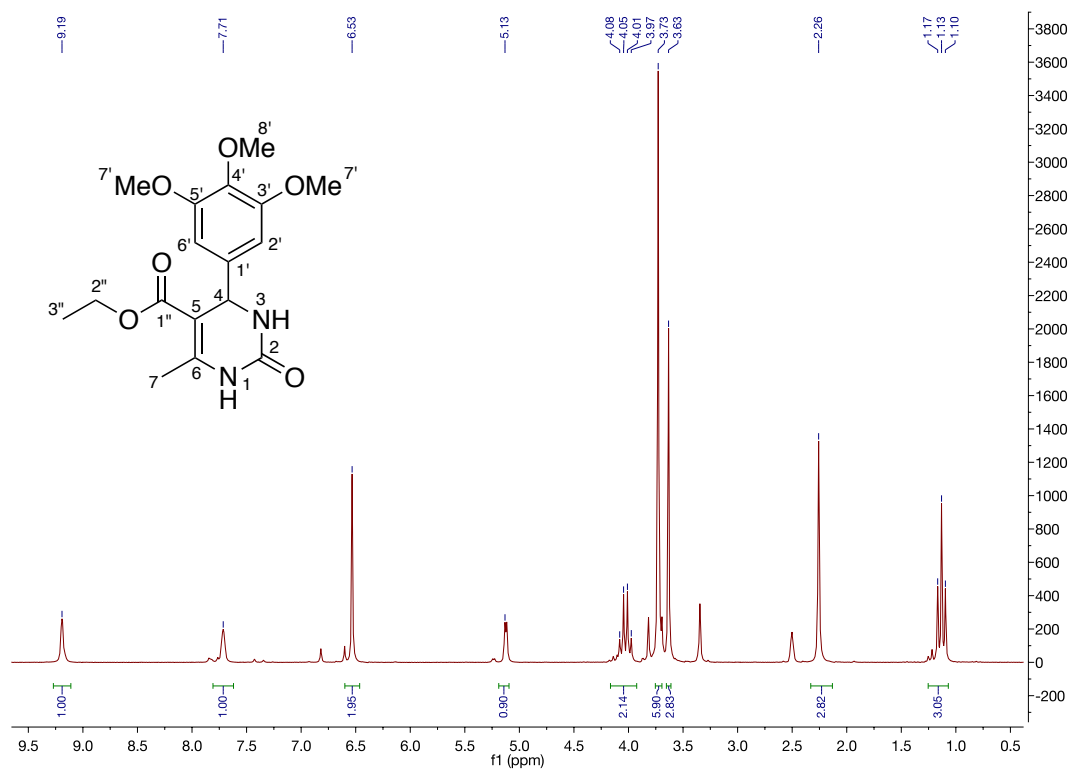


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3242	N-H	E.S.
3119	N-H	E.S.
2955	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
2835	CH <sub>2</sub>	E.A.
1723	C=O	E.S.
1705	C=O	E.S.
1654	C=C	E.S.
1462	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1236	-OOEt	E.A.
1138 e 1026	-OMe	E.A.
1094	EtO-	E.A.
866 a 516	Anel Aromático	D.A.

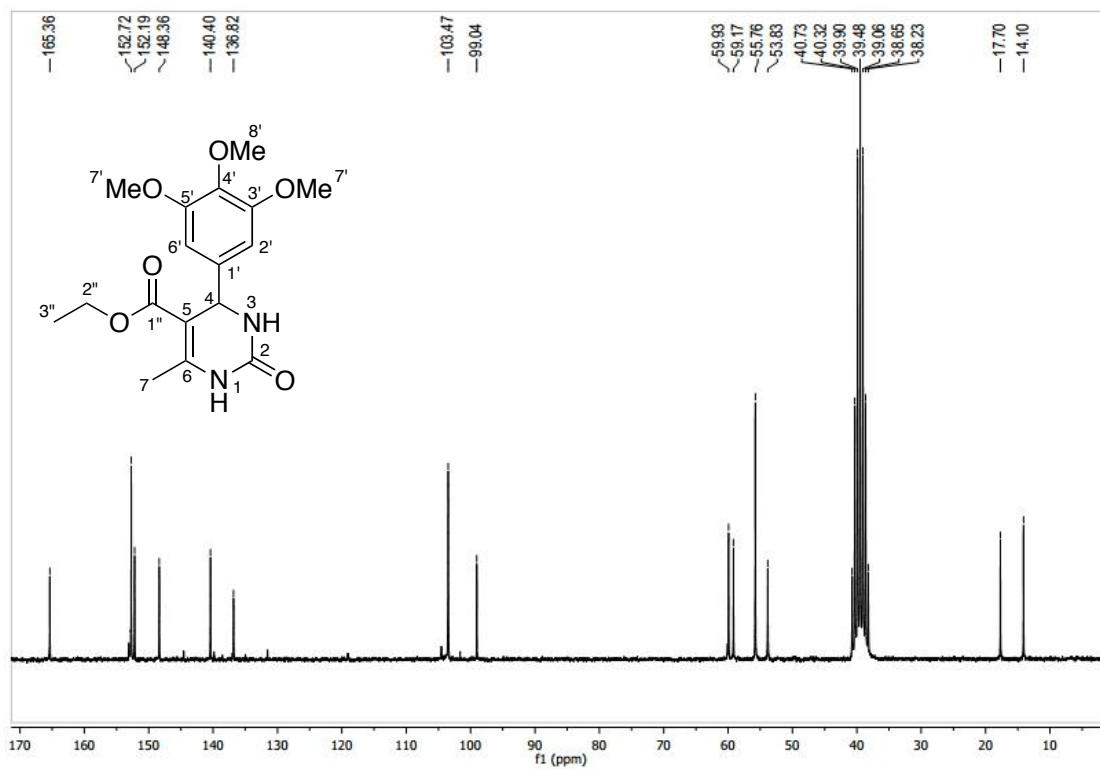
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.9 COMPOSTO 9

## 6.9.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 9

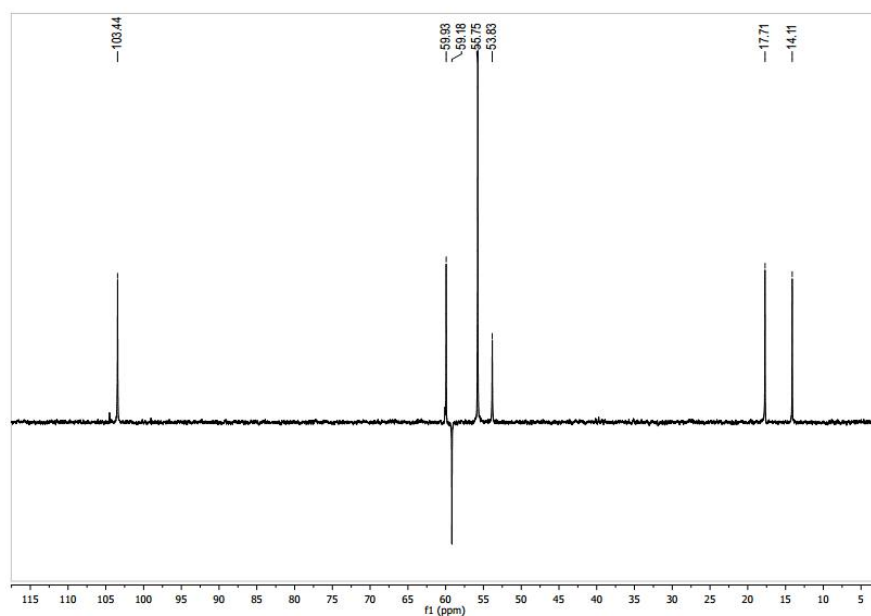
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 9

$\delta$	H	Multiplicidade
1,13	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,1$ Hz
2,26	7	s
3,66	8'	s
3,73	7''	s
4,02	2''	d, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,1$ Hz
5,13	4	d, $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,1$ Hz
6,53	2' e 6'	s
7,71	3	s
9,19	1	sl

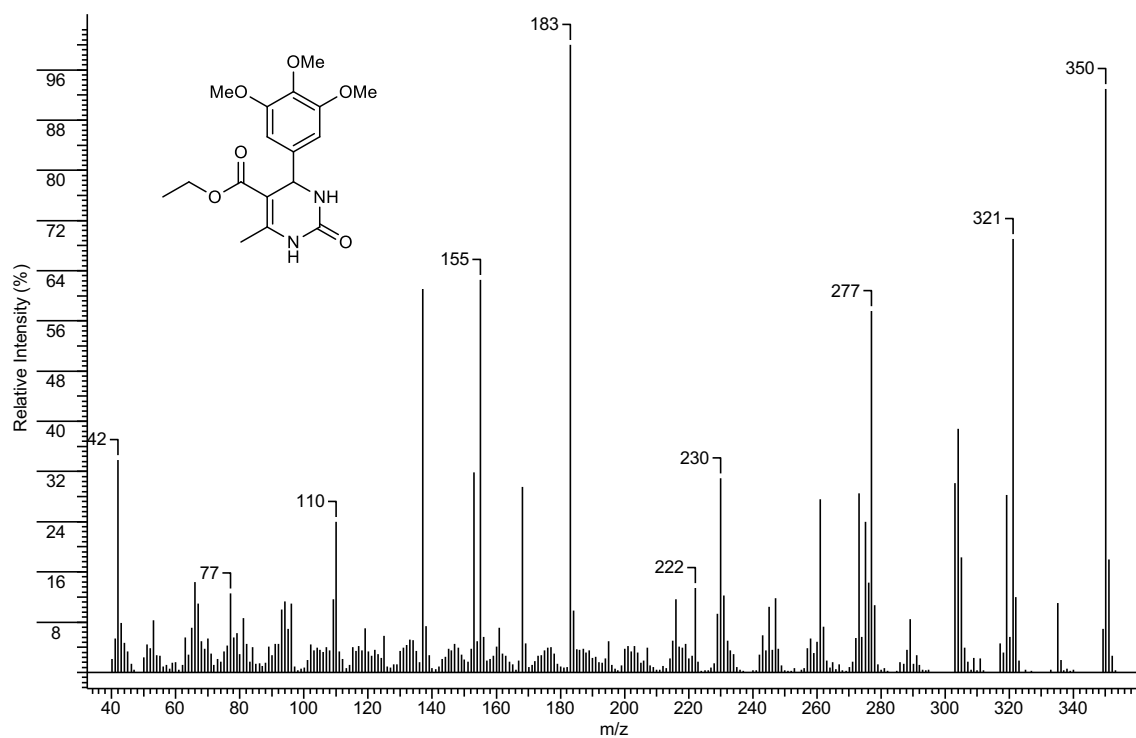
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 9

ppm	C
14,10	3''
17,70	7
53,83	4
55,76	7'
59,17	2''
59,93	8'
99,04	5
103,47	2'
136,82	3'
140,40	1'
148,36	4'
152,19	6
152,73	2
165,36	1''

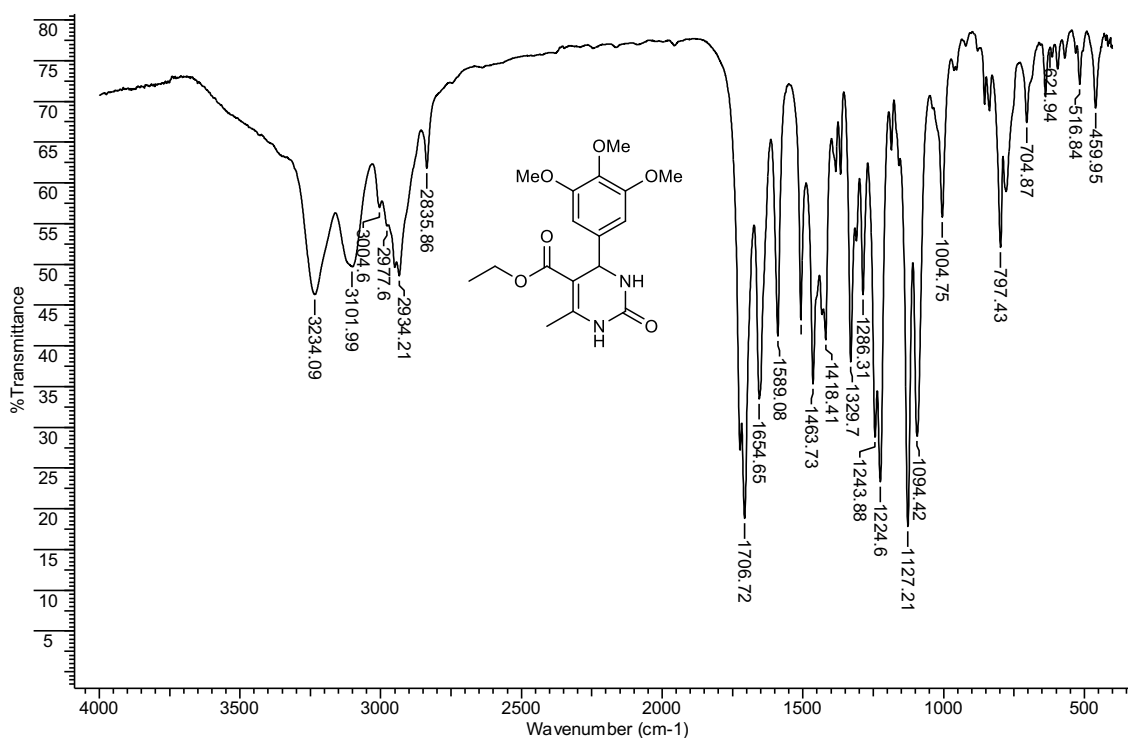
## DEPT 135 do Composto 9



## 6.9.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 9



## 6.9.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 9

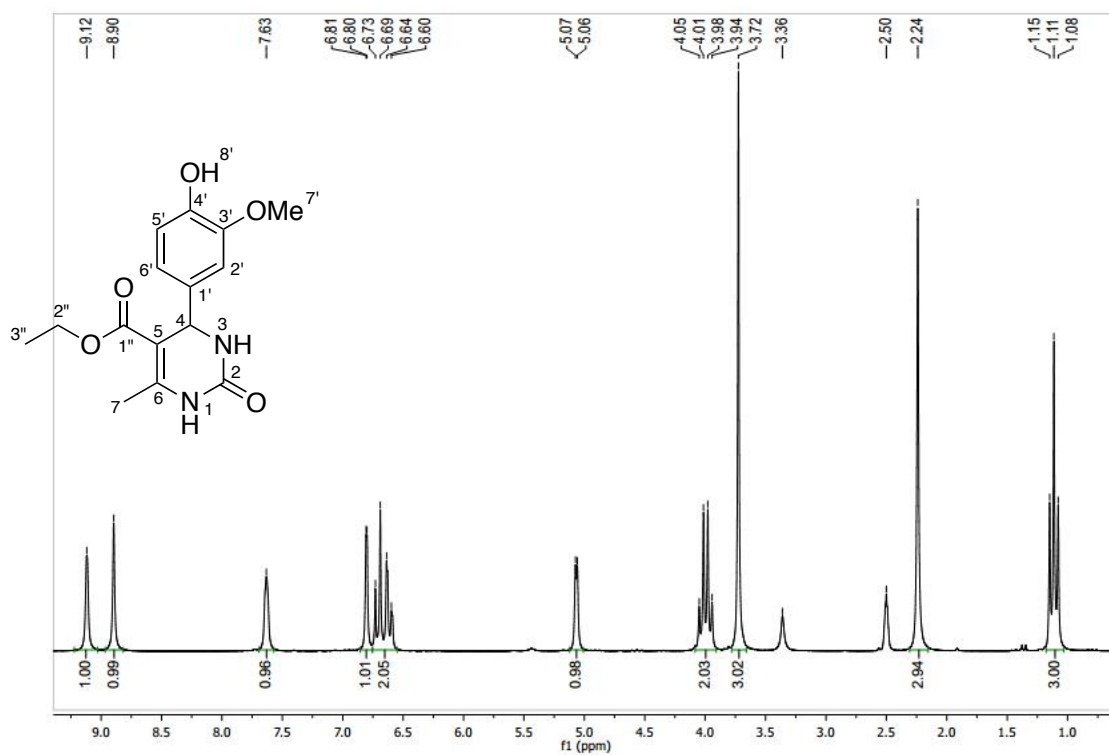


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3234	N-H	E.S.
3101	N-H	E.S.
2977	CH <sub>3</sub>	E.A.
2934	CH <sub>2</sub>	E.S.
2835	CH <sub>2</sub>	E.A.
1706	C=O	E.S.
1654	C=C	E.S.
1463	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1224	-OOEt	E.A.
1463	-OMe	E.A.
1094	EtO-	E.A.
797 a 516	Anel Aromático	D.A.

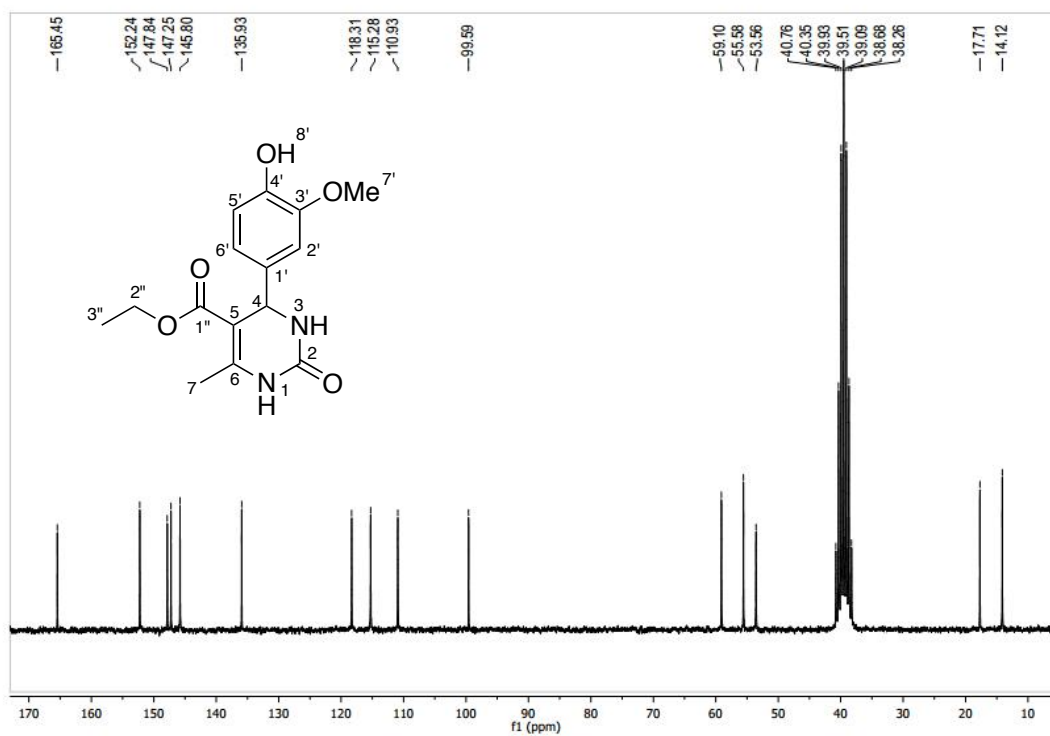
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.10 COMPOSTO 10

## 6.10.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 10

<sup>1</sup>H RMN do Composto 10

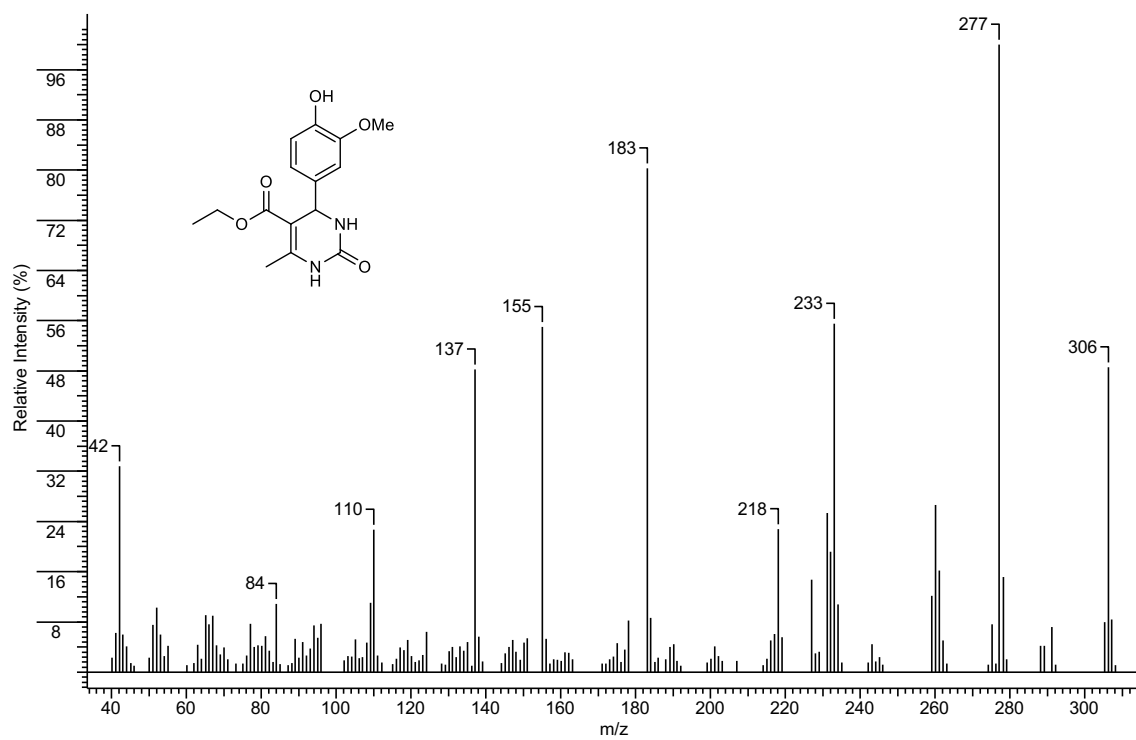
$\delta$	H	Multiplicidade
1,10	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,1$ Hz
2,24	7	s
3,72	7'	s
3,99	2''	d, $J_{H2''H3''} = 7,1$ Hz
5,06	4	d, $J_{H4H3} = 2,9$ Hz
6,40	6'	dd, $J_{H6'H5'} = 8,0$ Hz $J_{H6'H2'} = 1,4$ Hz
6,71	5'	$J_{H5'H6'} = 8,0$ Hz
6,80	2'	$J_{H2'H6'} = 1,4$ Hz
7,63	3	sl
8,90	8'	s
9,12	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 10

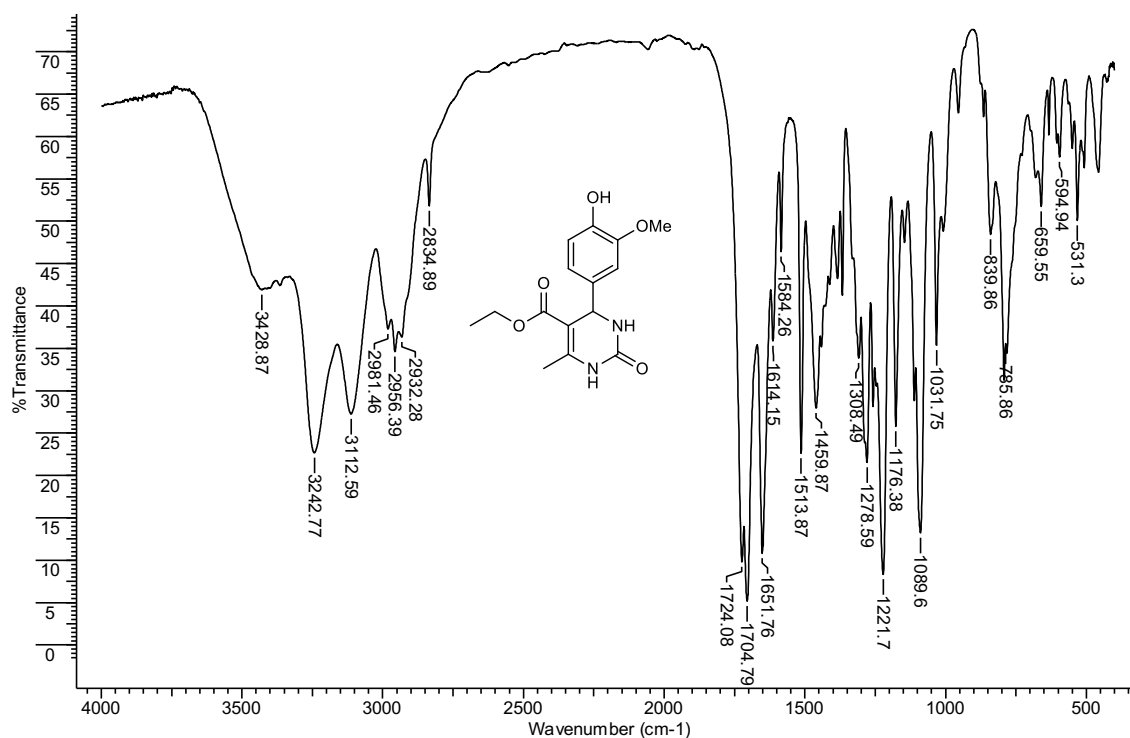
ppm	C
14,12	3''
17,71	7
53,56	4
55,58	7'
59,10	2''
99,59	5
110,93	2'
115,28	5'
118,31	6'
135,93	1'
145,80	4'
147,25	3'
147,84	6
152,24	2
165,45	1''



## 6.10.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 10



## 6.10.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 10

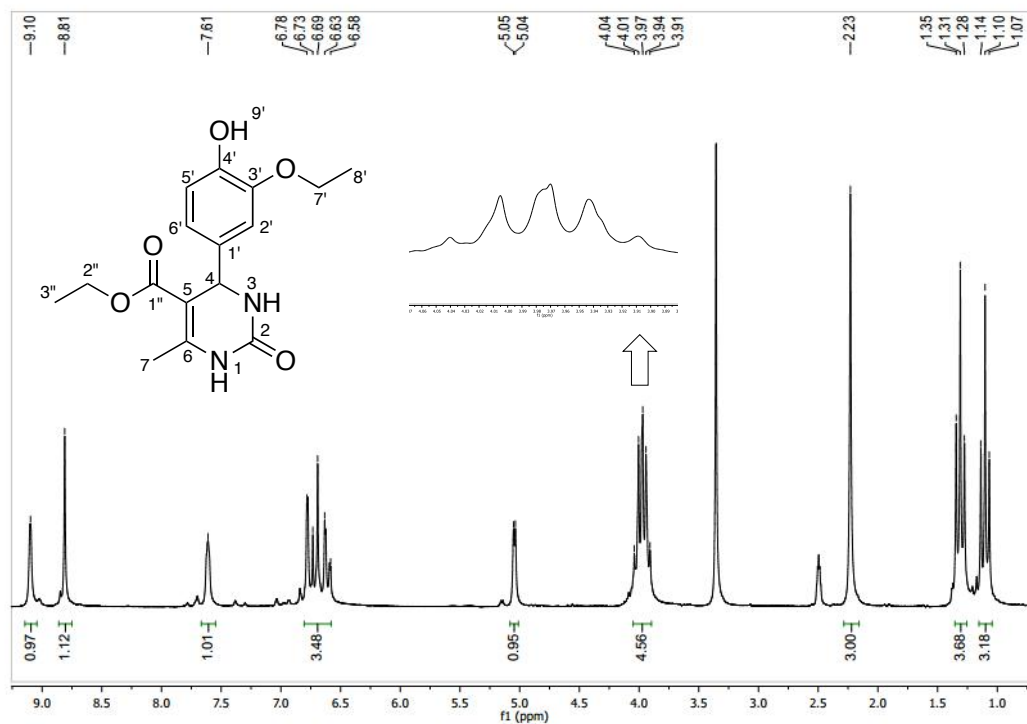


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3428	O-H	E.S.
3242	N-H	E.S.
3112	N-H	E.S.
2981	CH <sub>3</sub>	E.A.
2956	CH <sub>2</sub>	E.S.
1724	C=O	E.S.
1704	C=O	E.S.
1651	C=C	E.S.
1459	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1367	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1221	-OOEt	E.A.
1089	EtO-	E.A.
839 a 531	Anel Aromático	D.A.

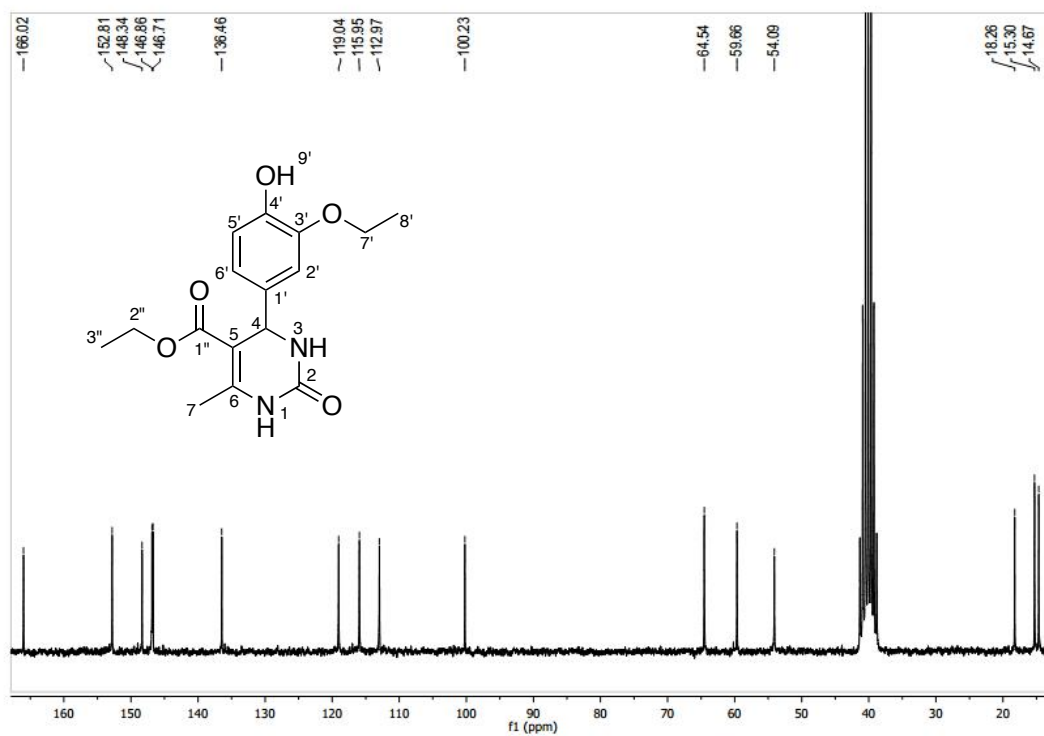
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.11 COMPOSTO 11

## 6.11.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 11

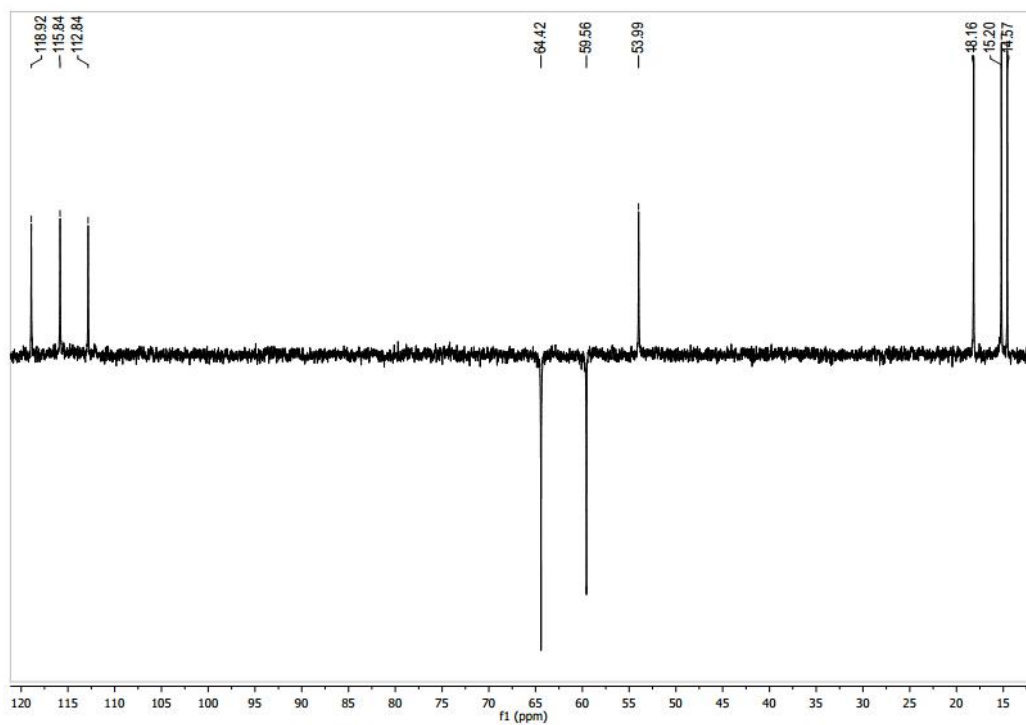
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 11

$\delta$	H	Multiplicidade
1,10	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
1,31		t, $J = 7,0$ Hz
2,23	7	s
3,96	7'	q, $J_{\text{H}7'\text{H}8'} = 7,0$ Hz
3,99	2''	q q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,04	4	d $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,3$ Hz
6,61	6'	dd, $J_{\text{H}6'\text{H}5'} = 8,0$ e $J_{\text{H}6'\text{H}2'} = 1,8$ Hz
6,71	5'	d $J_{\text{H}5'\text{H}6'} = 8,0$ Hz
6,78	2'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}6'} = 1,8$ Hz
7,61	3	sl
8,81	9'	s
9,15	1	sl

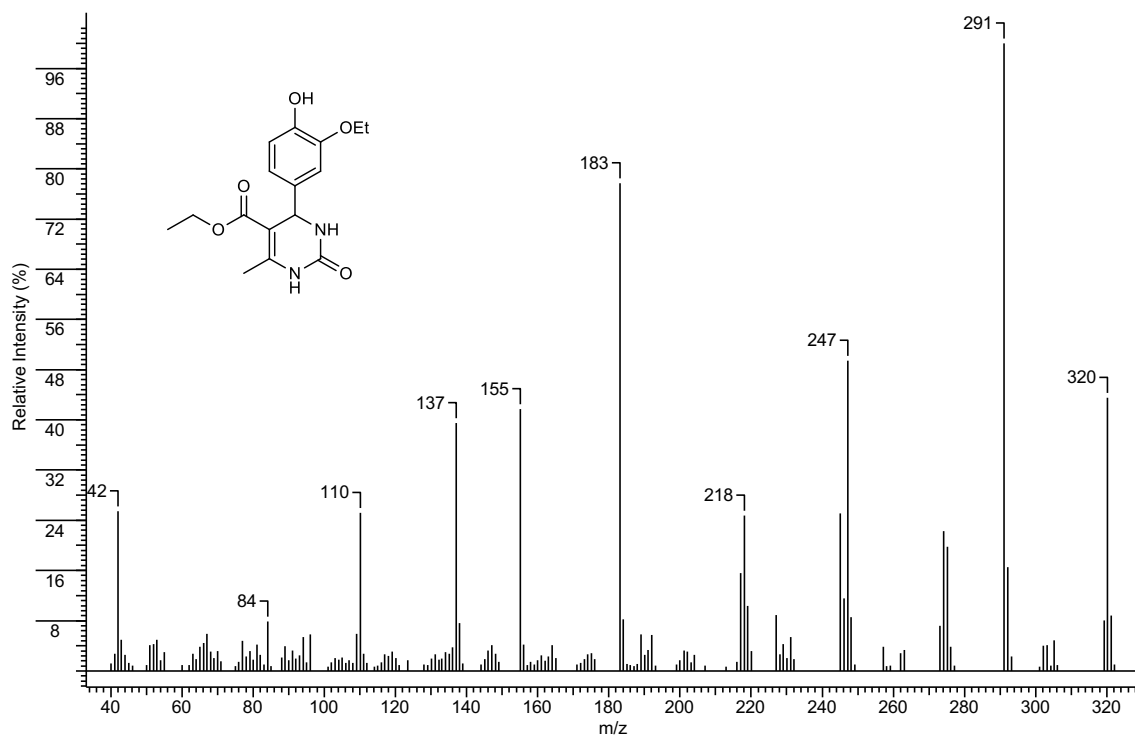
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 11

ppm	C
14,67	3''
15,30	8'
18,26	7
54,09	4
59,66	2''
64,54	7'
100,23	5
112,97	2'
115,95	5'
119,04	6'
136,46	1'
146,71	4'
146,86	3'
148,34	6
152,81	2
166,02	1''

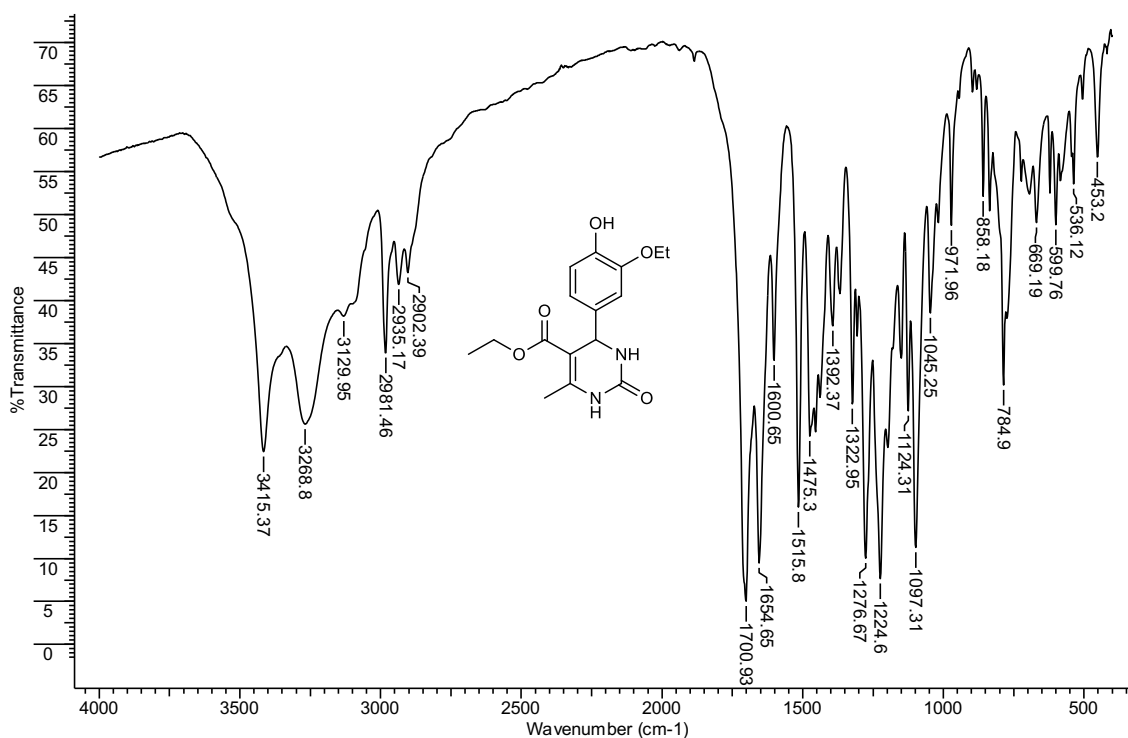
## DEPT 135 do Composto 11



## 6.11.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 11



## 6.11.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 11

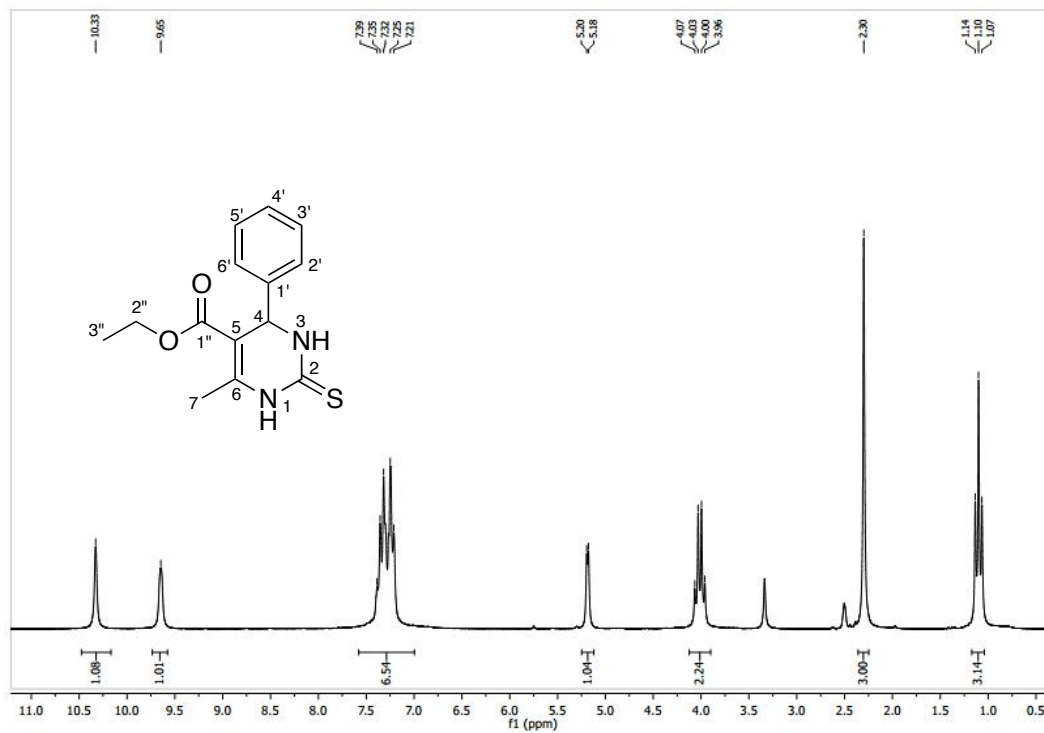


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3415	O-H	E.S.
3266	N-H	E.S.
3129	N-H	E.S.
2981	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
2902	CH <sub>2</sub>	E.A.
1700	C=O	E.S.
1654	C=C	E.S.
1475	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1392	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1224	-OOEt	E.A.
1097	EtO-	E.A.
858 a 536	Anel Aromático	D.A.

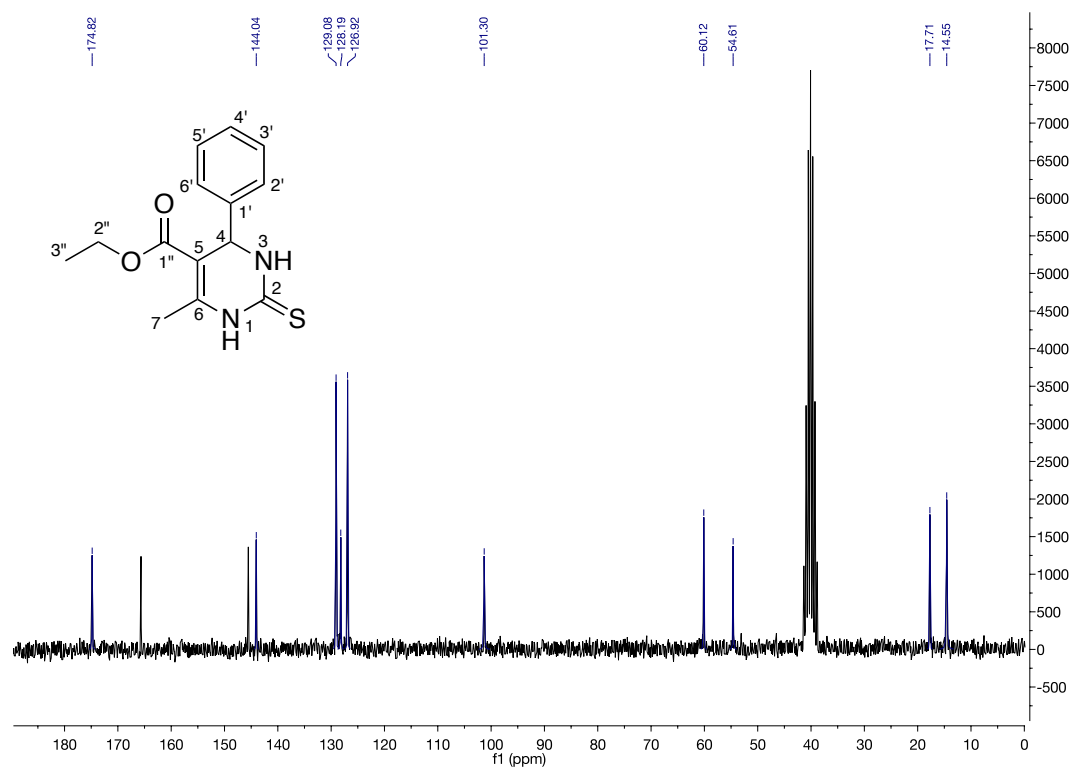
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.12 COMPOSTO 12

## 6.12.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 12

<sup>1</sup>H RMN do Composto 12

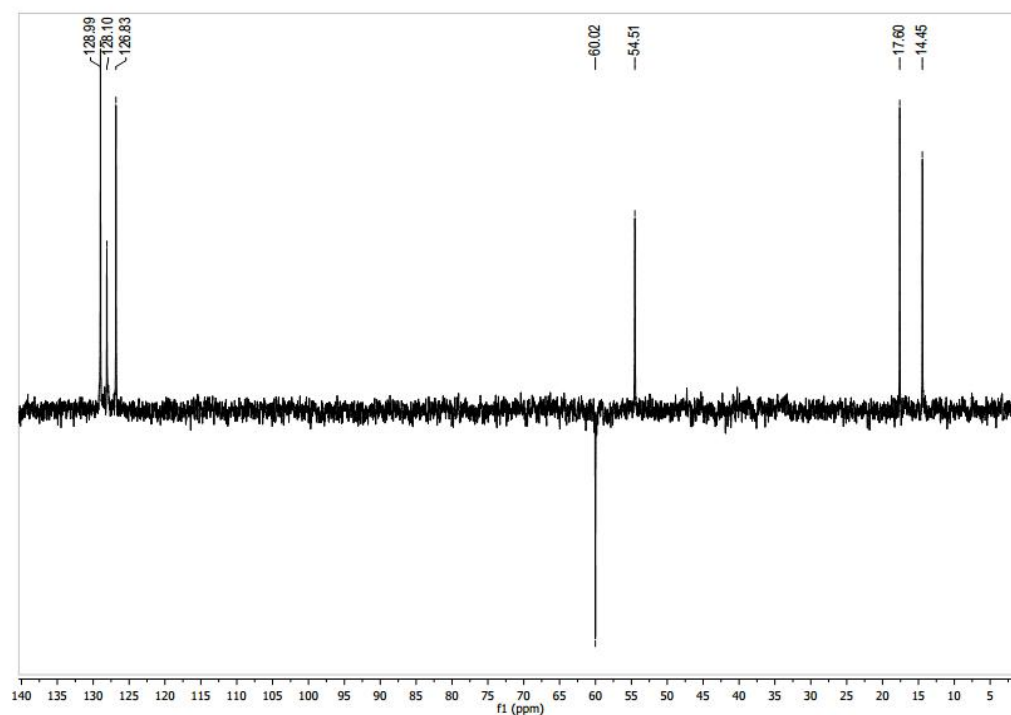
$\delta$	H	Multiplicidade
1,14	3''	t, $J_{H3''H2''} = 7,0$ Hz
2,30	7	s
4,07	2''	q, $J_{H7'H8'} = 7,0$ Hz
5,20	4	d $J_{H4H3} = 3,3$ Hz
7,50-7,00	2'-6'	m
8,81	9'	sl
9,15	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 12

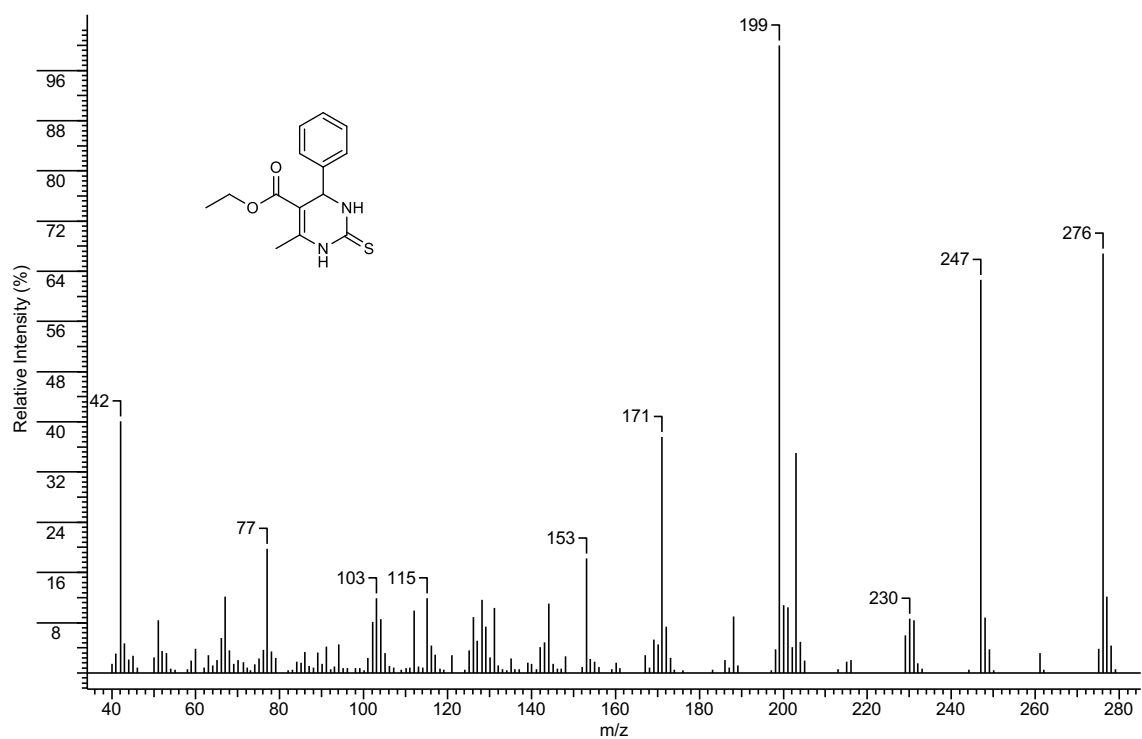
ppm	C
14,55	3''
17,71	7
54,61	4
60,12	2''
101,31	5
126,93	2'
128,21	4'
129,09	3'
144,06	1'
145,55	6
165,68	1''
174,84	2



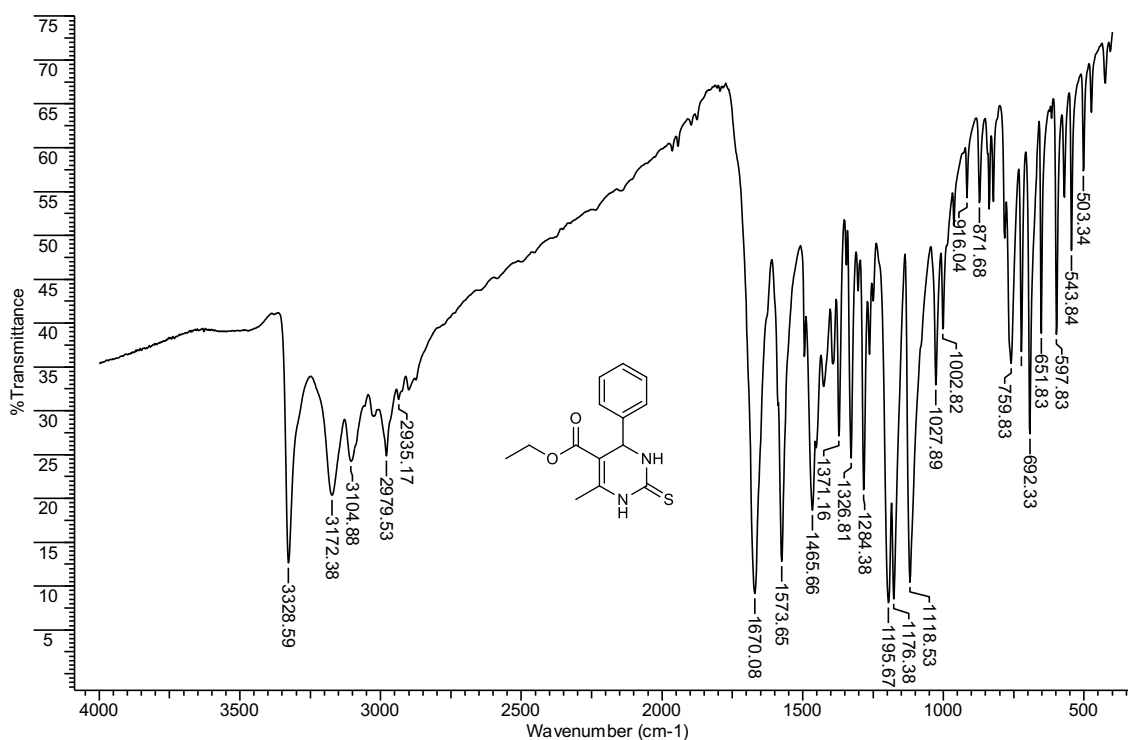
## DEPT 135 do Composto 12



## 6.12.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 12



## 6.12.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 12

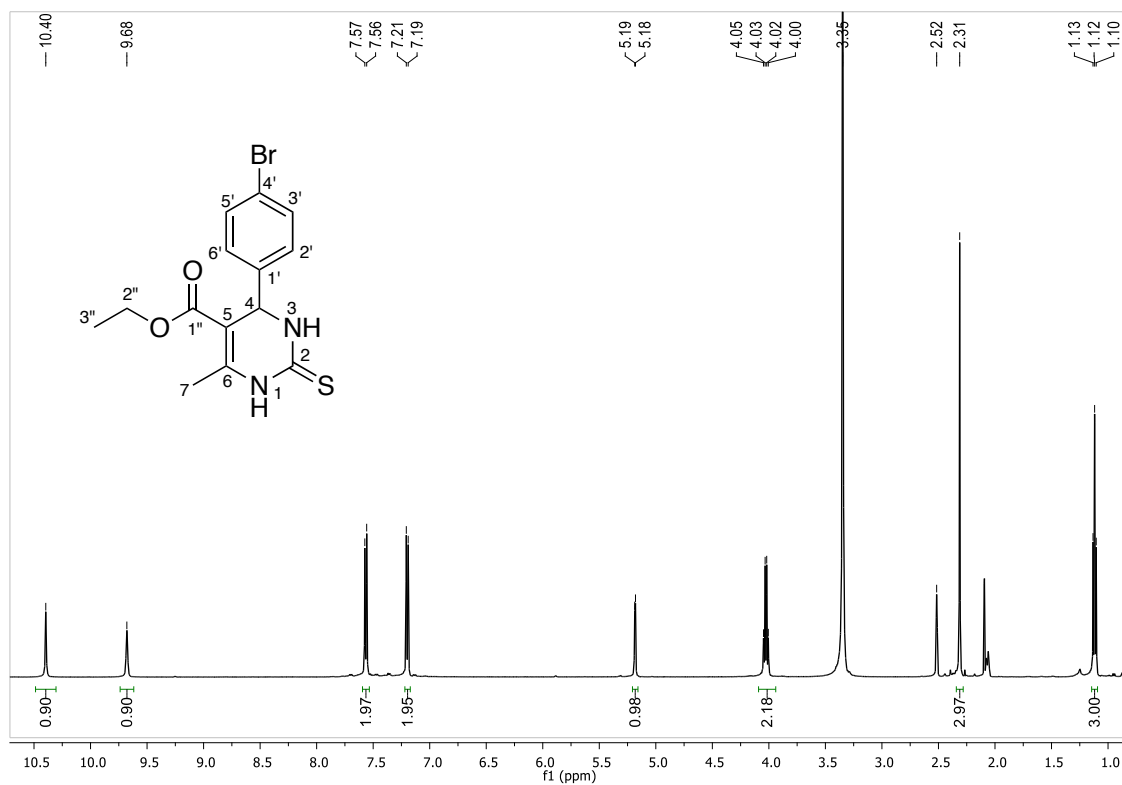


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3328	N-H	E.S.
3172	N-H	E.S.
2979	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
1670	C=O	E.S.
1573	C=C	E.S.
1465	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1371	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1195	-OOEt	E.A.
1118	EtO-	E.A.
871 a 503	Anel Aromático	D.A.

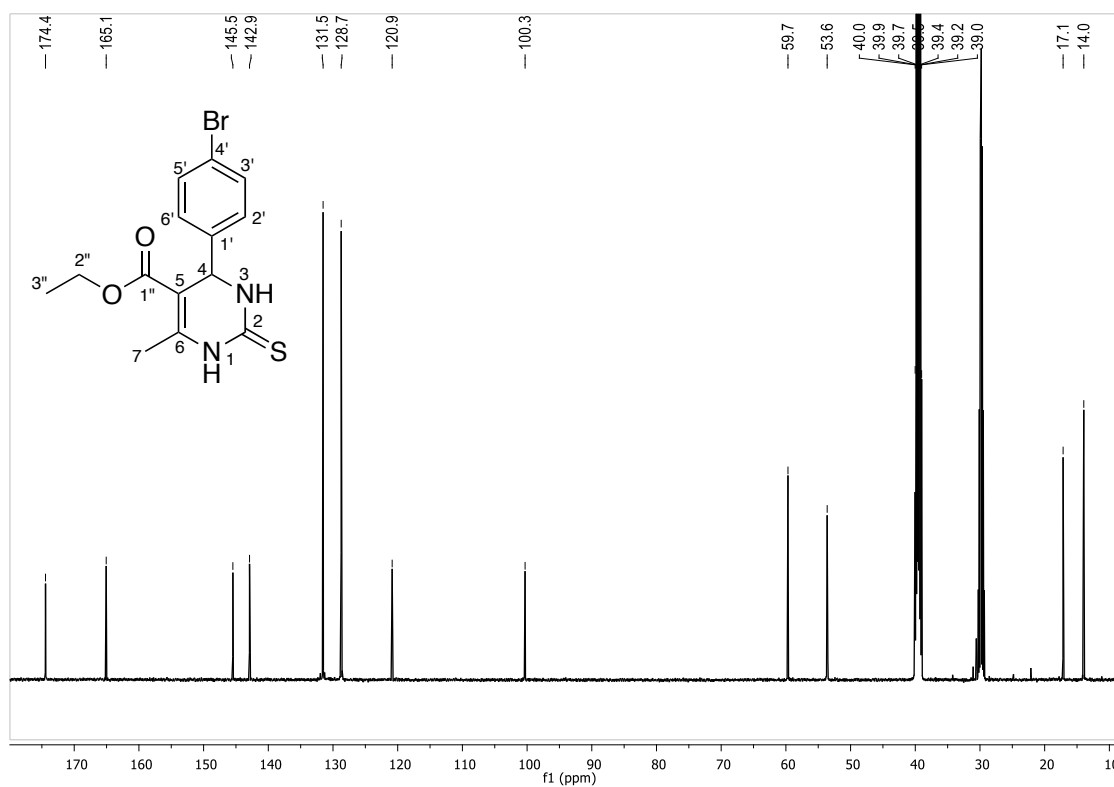
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.13 COMPOSTO 13

## 6.13.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 13

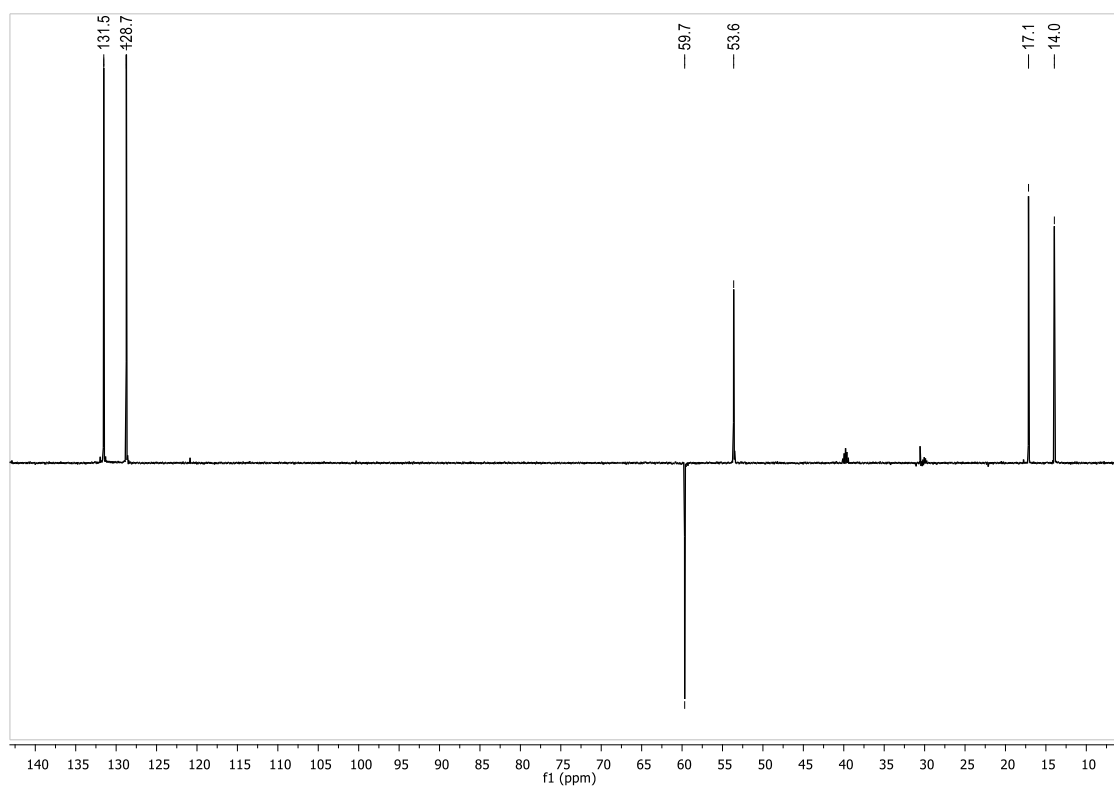
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 13

$\delta$	H	Multiplicidade
1,10	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,31	7	s
4,00	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,18	4	d $J_{\text{H}4\text{H}3} = 3,4$ Hz
7,19	2' e 6'	d, $J_{\text{H}3'\text{H}2'} = 8,5$ Hz
7,56	3' e 5'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}3'} = 8,5$ Hz
9,58	3	sl
10,40	1	sl

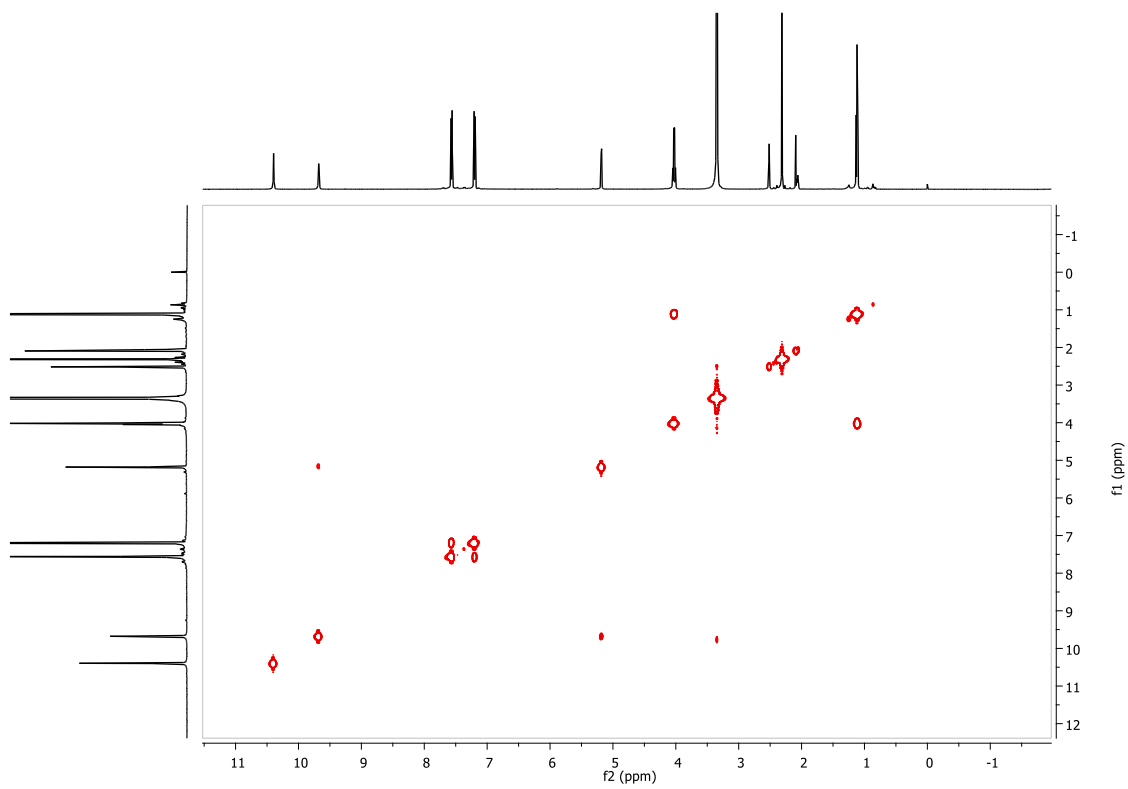
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 13

ppm	C
13,95	3''
17,15	7
53,62	4
59,68	2''
100,31	5
120,85	2'
128,73	4'
131,53	3'
142,90	1'
145,47	6
165,05	1''
174,43	2

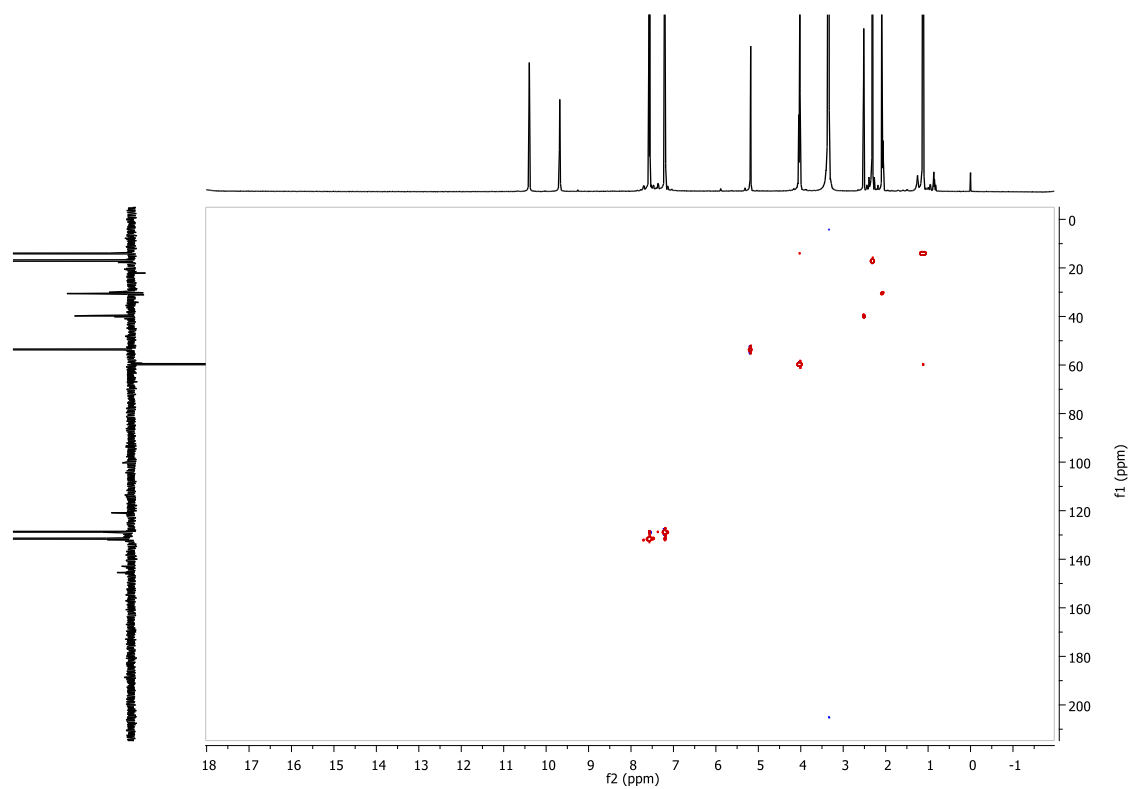
## DEPT 135 do Composto 13



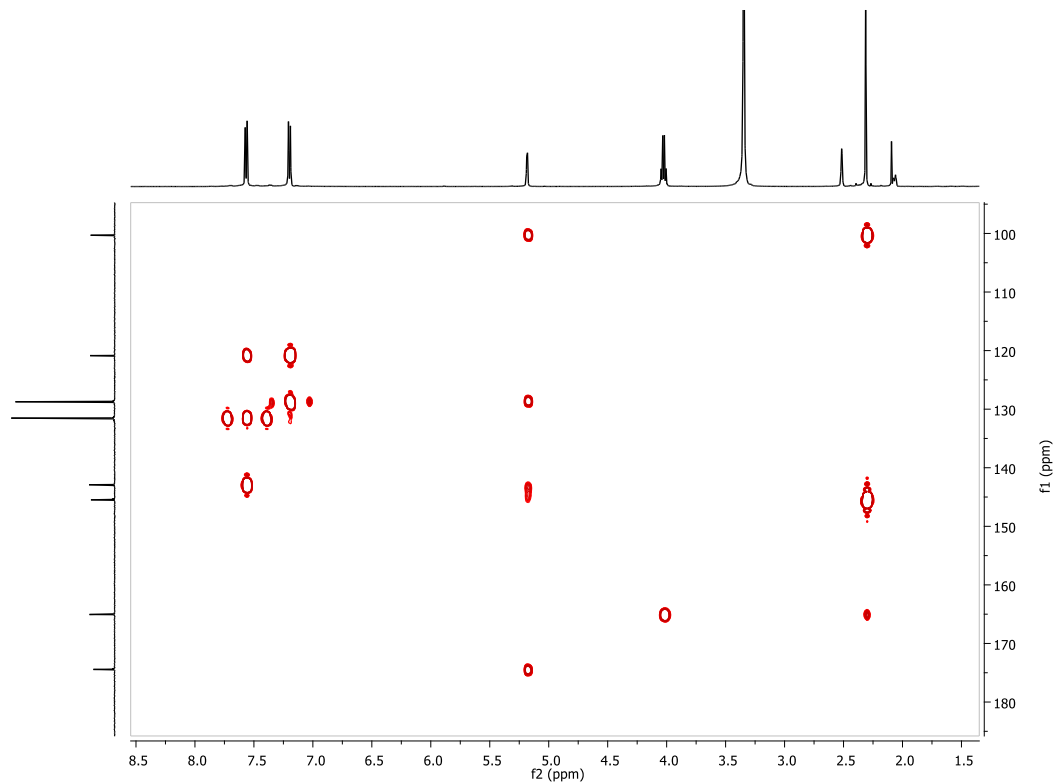
## COSY do Composto 13



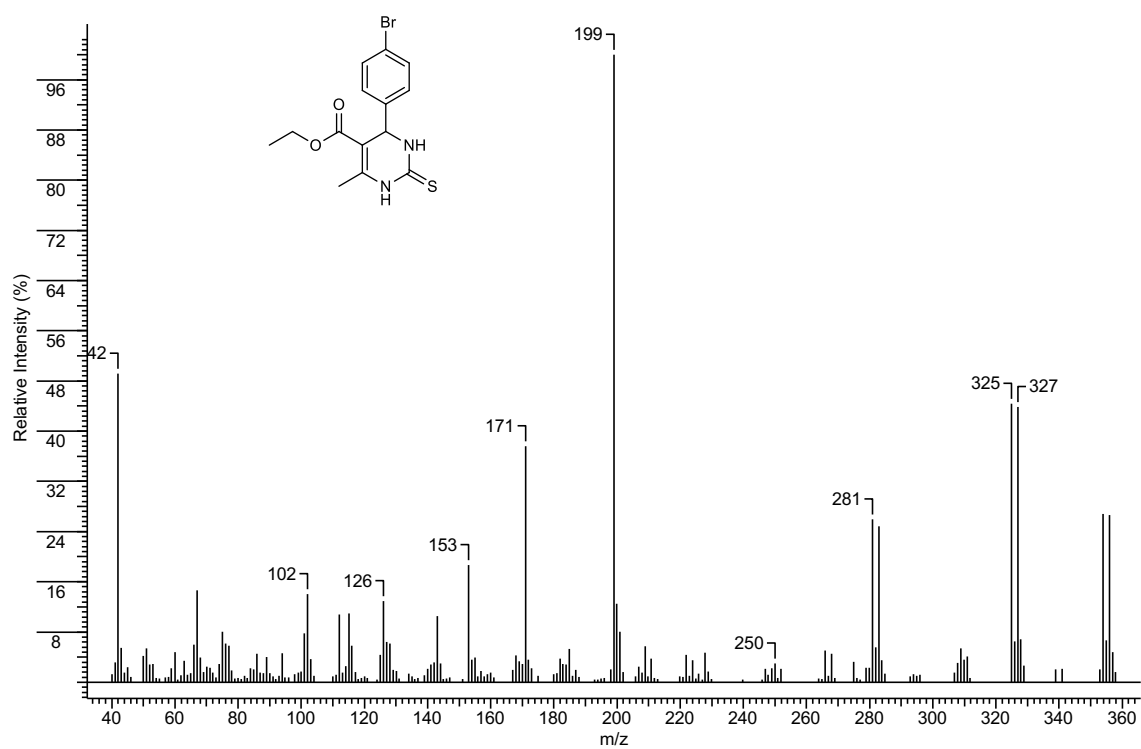
## HSQC do Composto 13



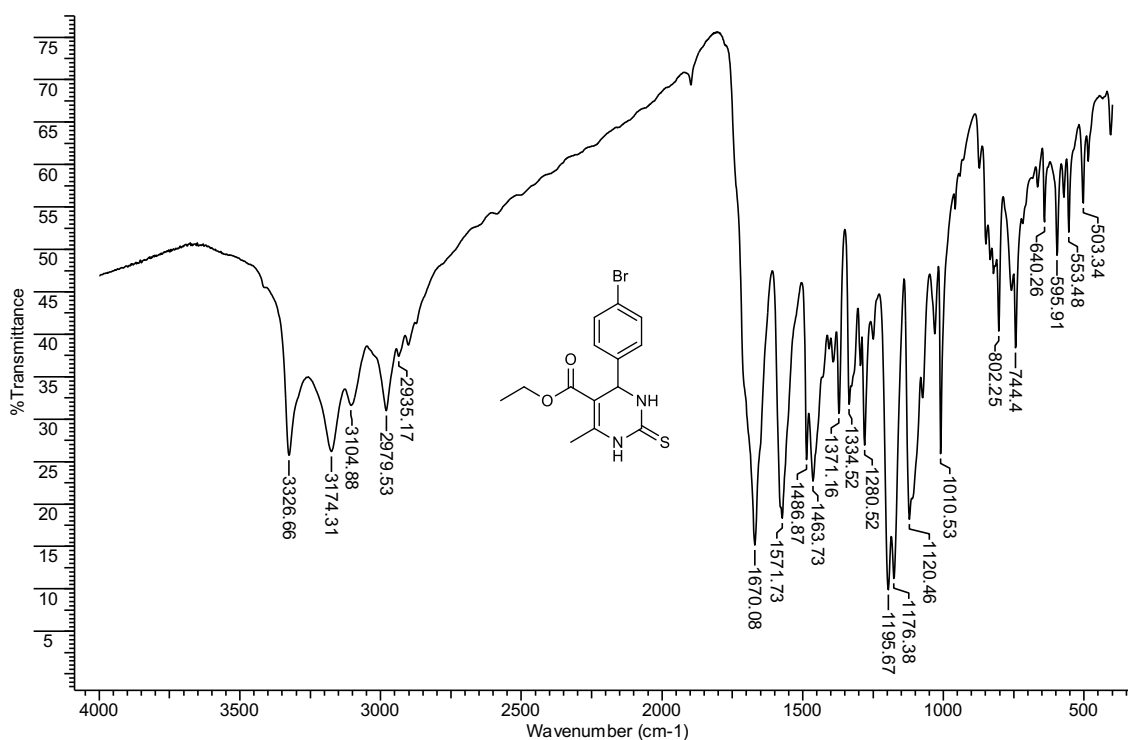
## HMBC do Composto 13



## 6.13.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 13



## 6.13.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 13



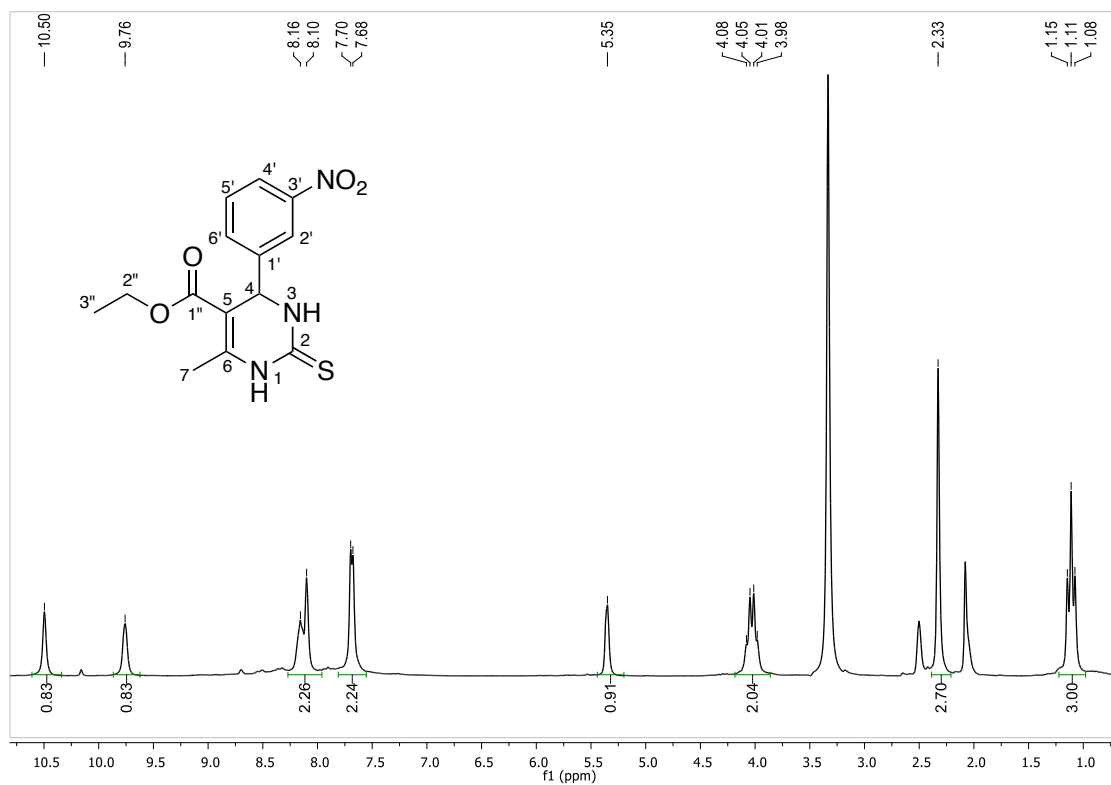
Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3174	N-H	E.S.
3104	N-H	E.S.
2979	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
1670	C=O	E.S.
1572	C=C	E.S.
1463	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1371	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1195	-OOEt	E.A.
1120	EtO-	E.A.
802 a 503	Anel Aromático	D.A.

**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

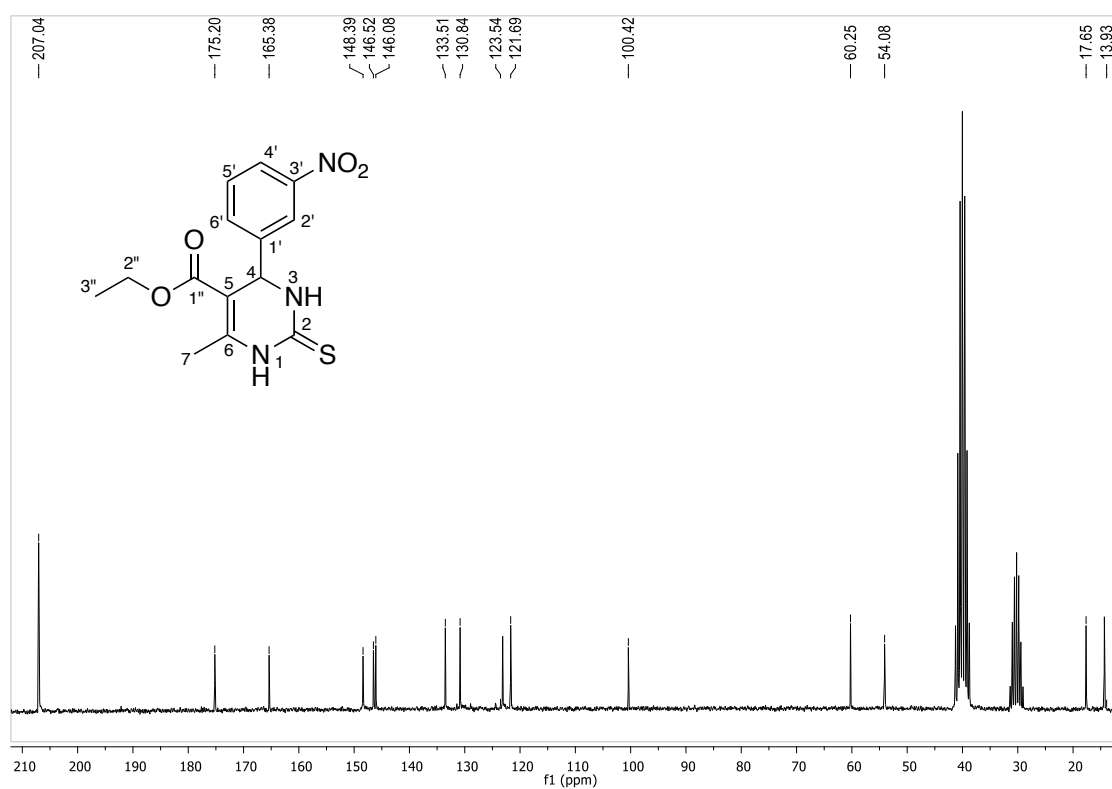


## 6.14 COMPOSTO 14

## 6.14.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 14

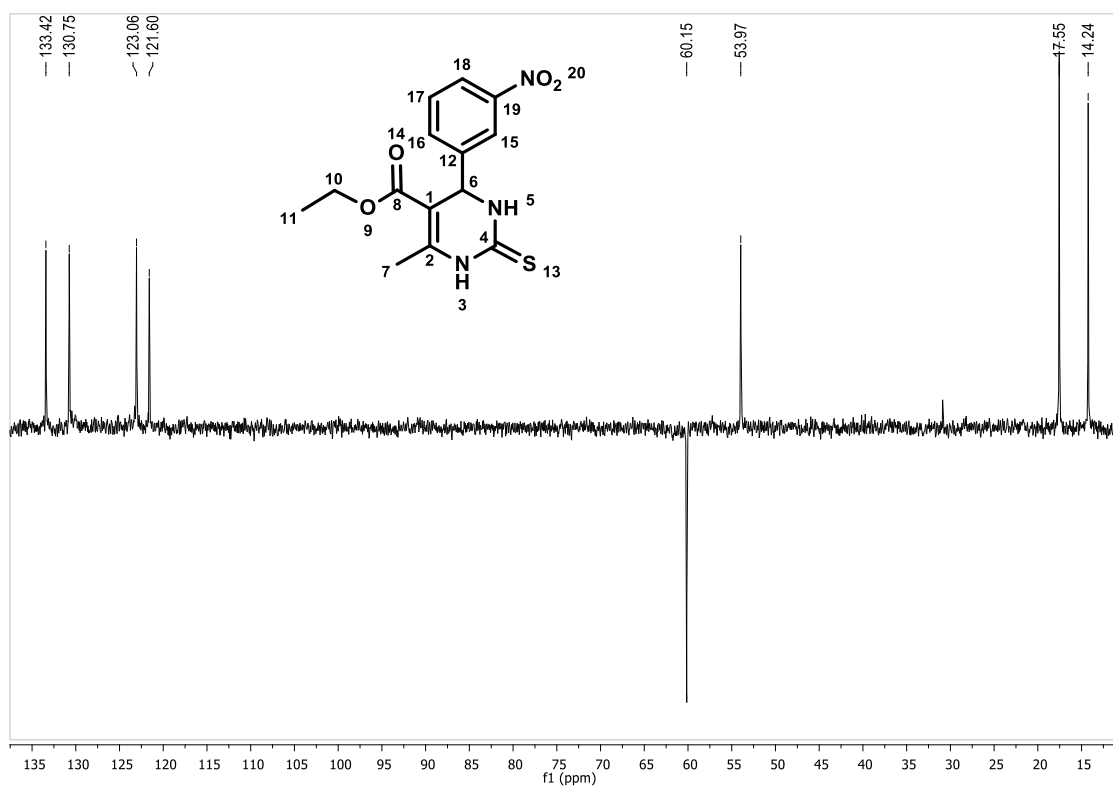
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 14

$\delta$	H	Multiplicidade
1,11	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 6,9$ Hz
2,33	7	s
4,01	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 6,9$ Hz
5,35	4	s
7,80-7,60	2' e 6'	m
8,25-8,00	3' e 5'	m
9,76	3	sl
10,50	1	sl

$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 14

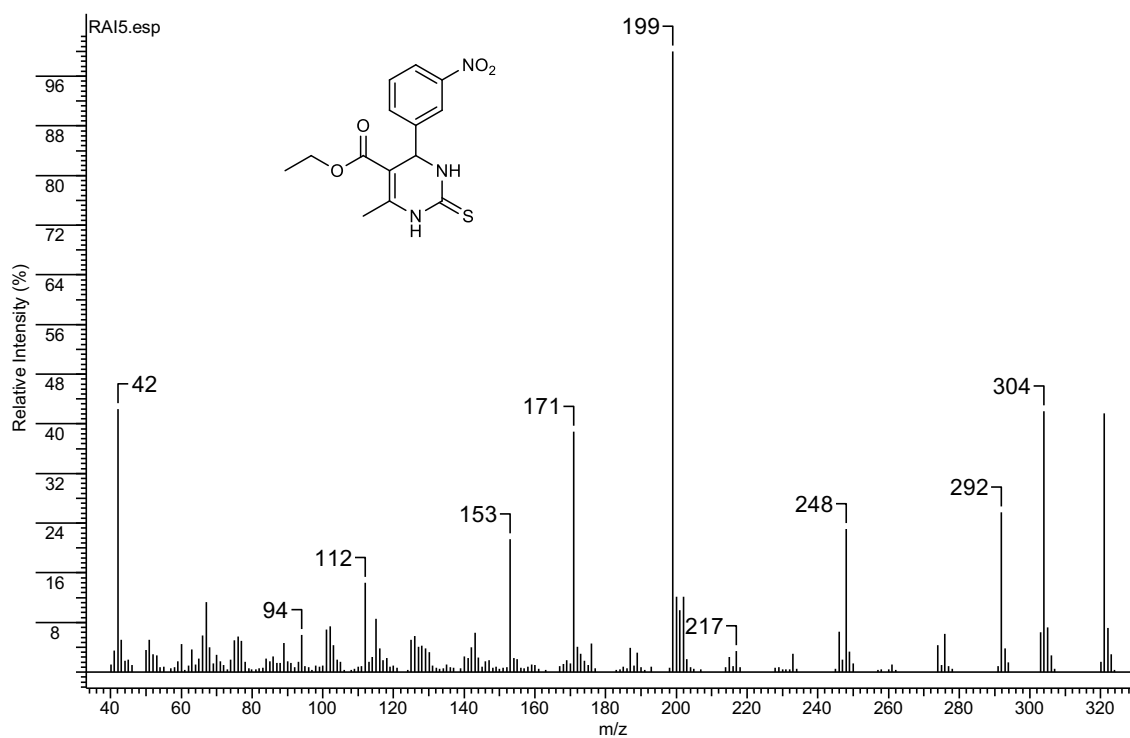
ppm	C
13,93	3"
17,65	7
54,08	4
60,25	2"
100,42	5
121,69	4'
123,54	2'
130,84	5'
133,51	6'
146,08	1'
146,52	3'
148,39	6
165,38	1"
175,20	2

## DEPT 135 do Composto 14

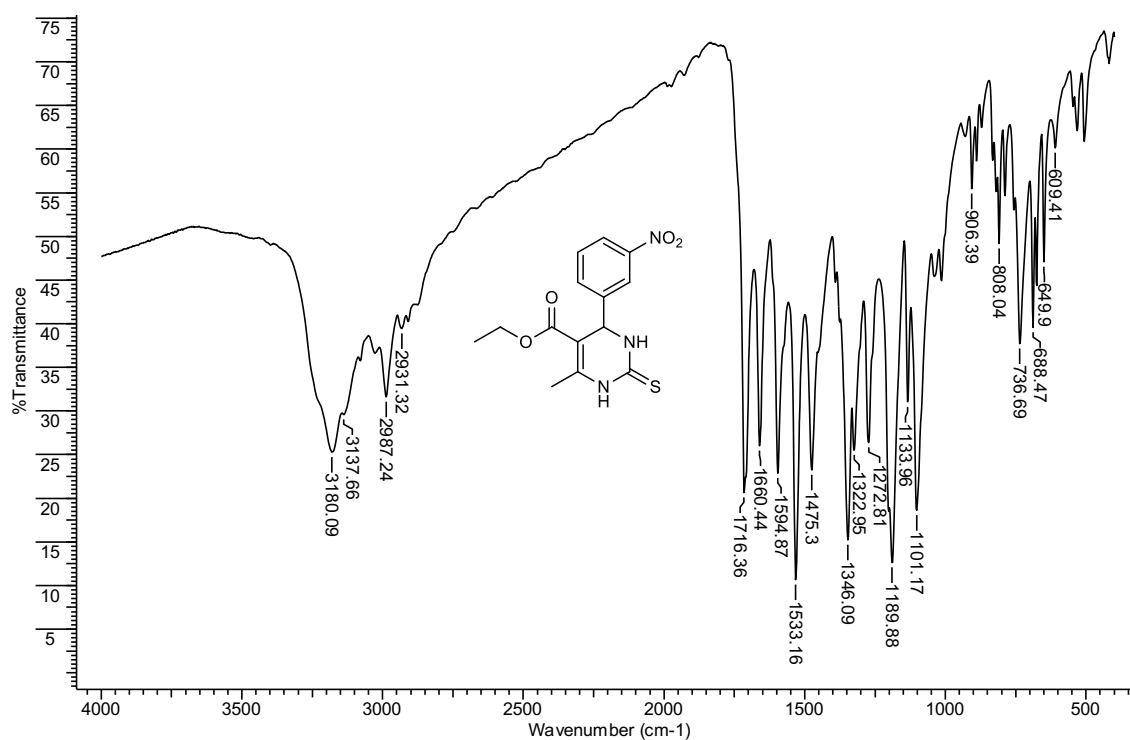


## 6.14.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 14

## Espectro de Massa do Composto 14



## 6.14.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 14



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3180	N-H	E.S.
3137	N-H	E.S.
2987	CH <sub>3</sub>	E.A.
2931	CH <sub>2</sub>	E.S.
1716	C=O	E.S.
1660	C=C	E.S.
1533	NO <sub>2</sub>	Estiramento
1475	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1346	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1189	-OOEt	E.A.
1101	EtO-	E.A.
808 a 609	Anel Aromático	D.A.

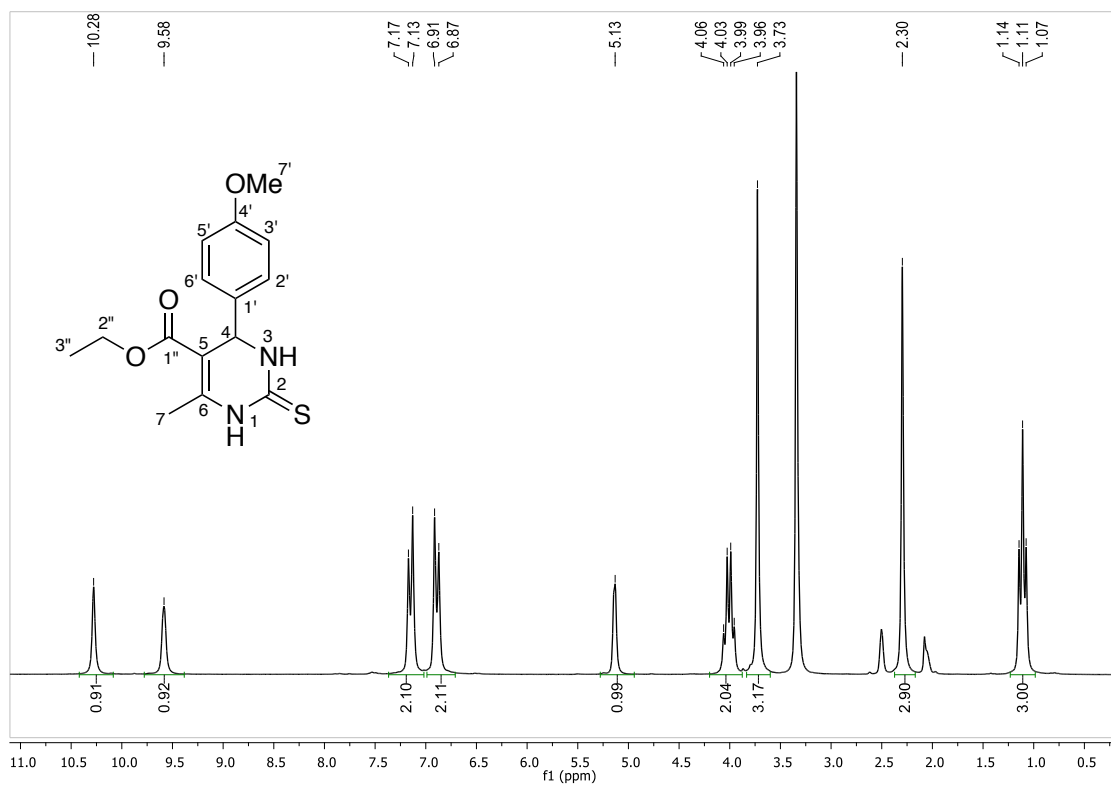
**E.S. = Estiramento Simétrico**

**E.A. = Estiramento Assimétrico**

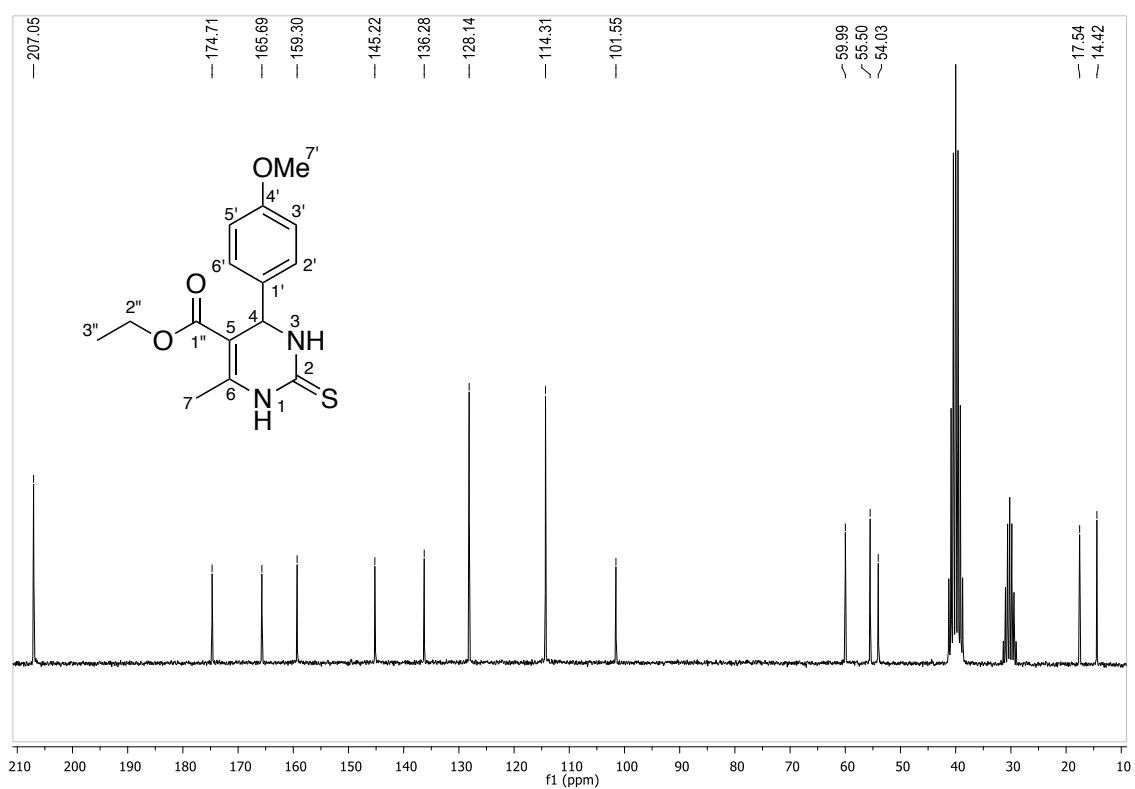
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.15 COMPOSTO 15

## 6.15.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 15

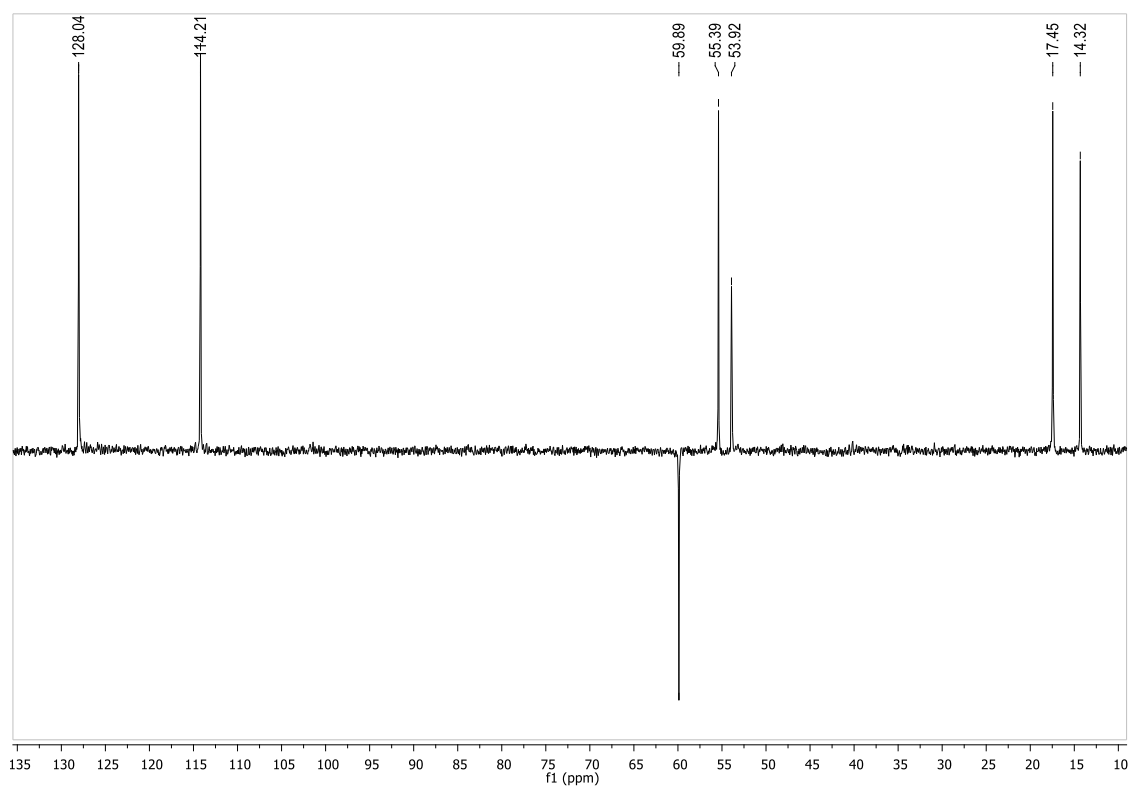
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 15

$\delta$	H	Multiplicidade
1,11	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,30	7	s
3,73	7'	s
3,99	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,13	4	s
6,87	2' e 6'	d, $J_{\text{H}2'\text{H}3'} = 8,2$ Hz
7,13	3' e 5'	d, $J_{\text{H}3'\text{H}2'} = 8,2$ Hz
9,58	3	sl
10,28	1	sl

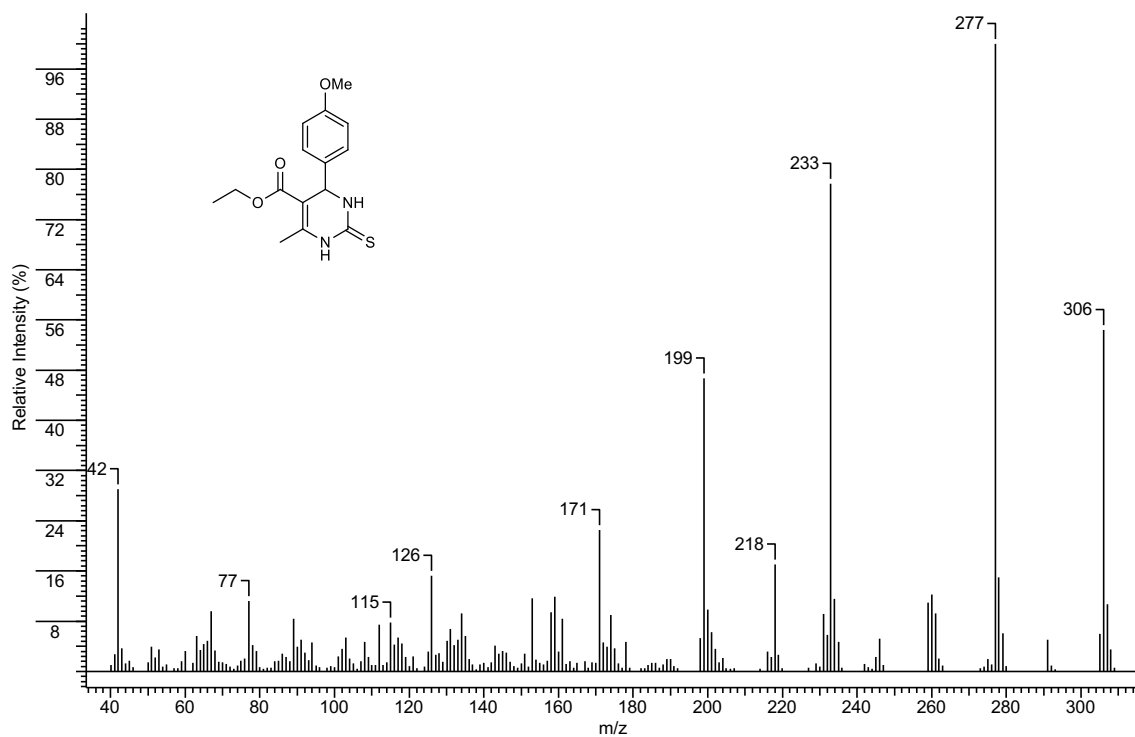
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 15

ppm	C
14,42	3''
17,54	7
54,03	7'
55,50	2''
59,99	4
101,55	5
114,31	2'
128,14	3'
136,28	1'
145,22	6
159,30	4'
165,69	1''
174,71	2

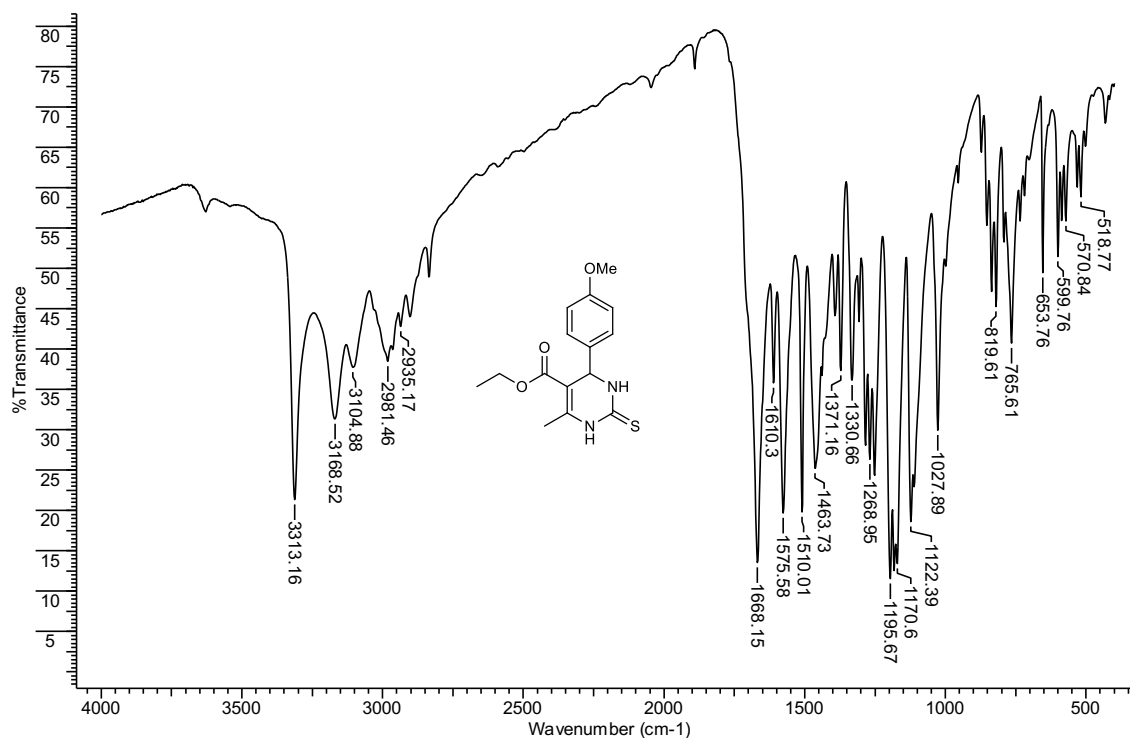
## DEPT 135 do Composto 15



## 6.15.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 15



## 6.15.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 15



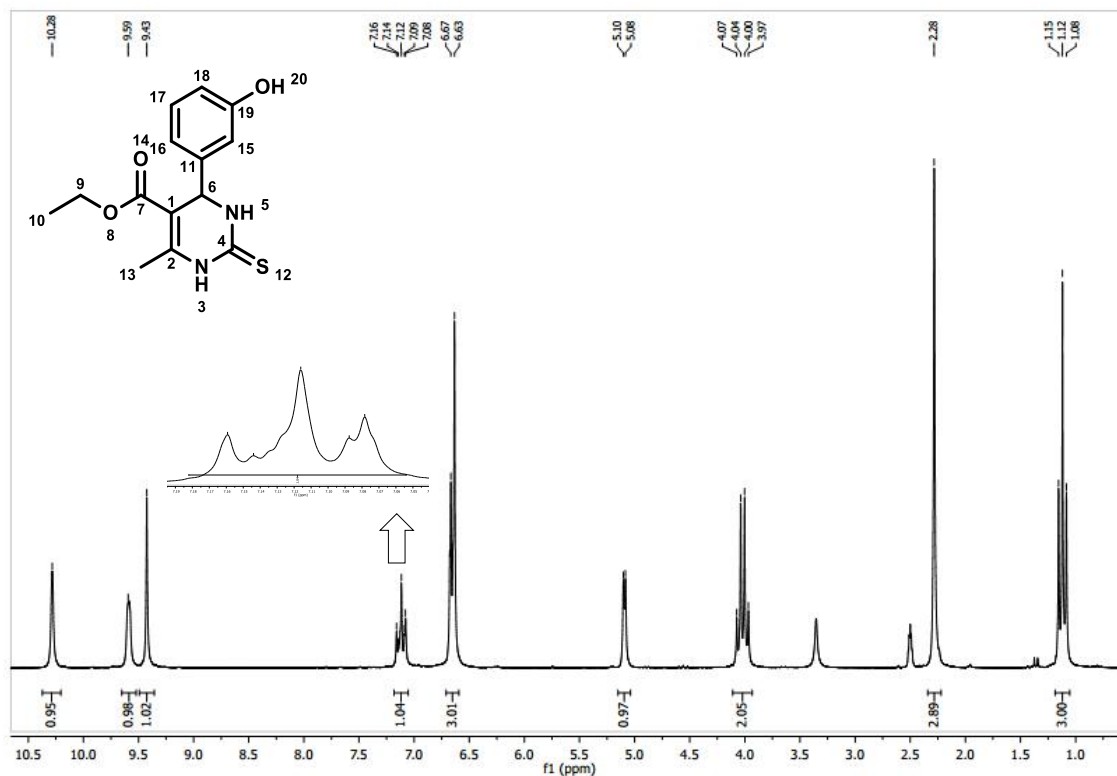
Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3168	N-H	E.S.
3104	N-H	E.S.
2981	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
1668	C=O	E.S.
1575	C=C	E.S.
1463	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1371	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1268 e 1027	-OMe	E.S.
1195	-OOEt	E.A.
1122	EtO-	E.A.
802 a 503	Anel Aromático	D.A.

**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

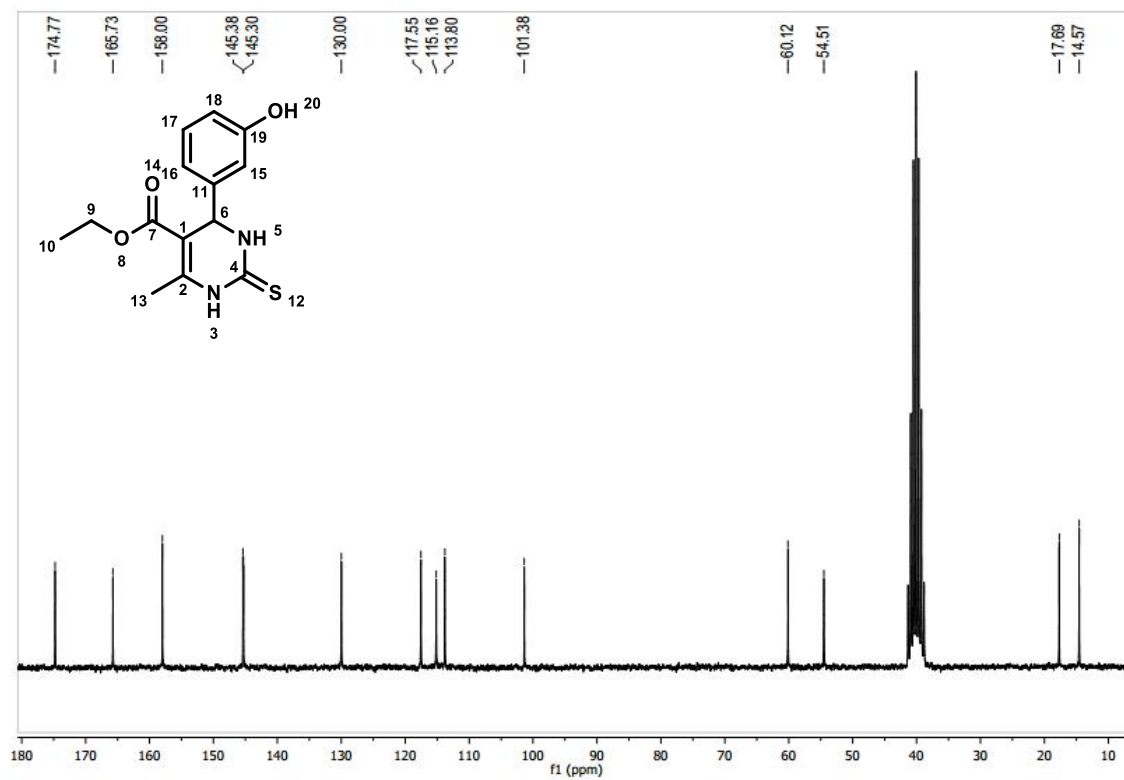


## 6.16 COMPOSTO 16

## 6.16.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 16

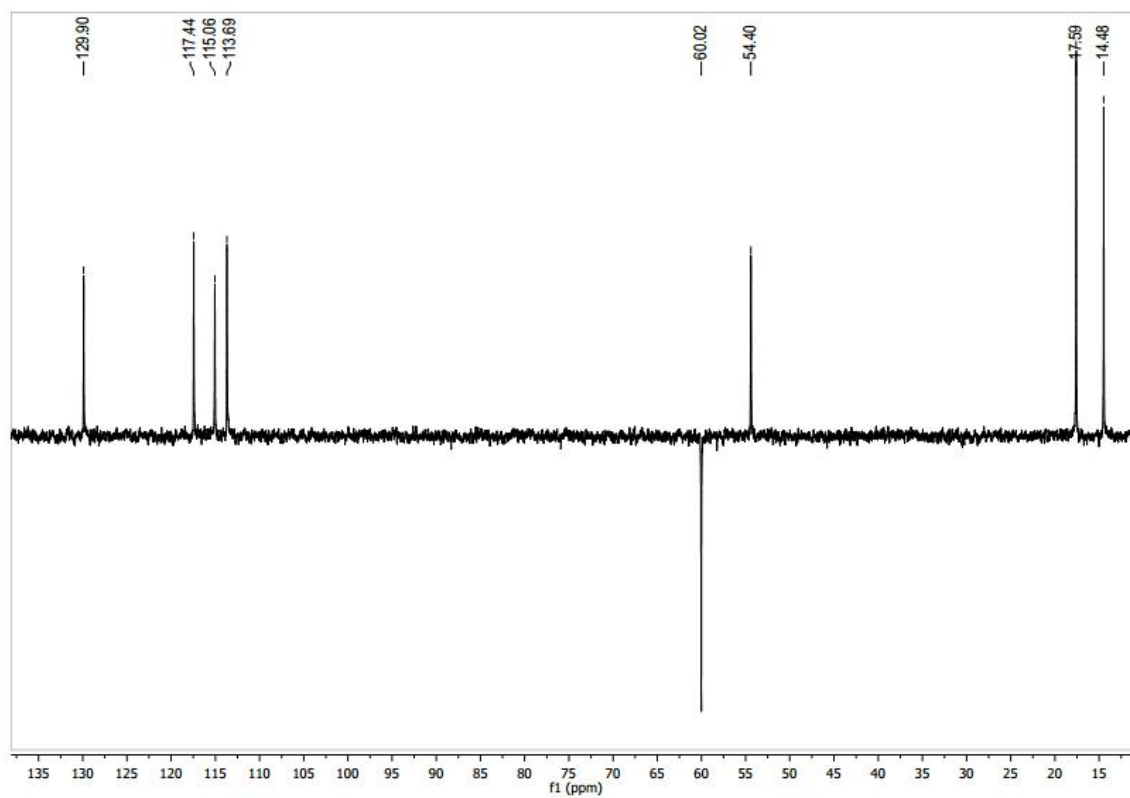
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 16

$\delta$	H	Multiplicidade
1,12	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,28	7	s
4,00	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,10	4	d, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 3,6$ Hz
6,70-6,55	5' e 6'	m
7,20-7,05	2' e 4'	m
9,43	7'	s
9,59	3	sl
10,28	1	sl

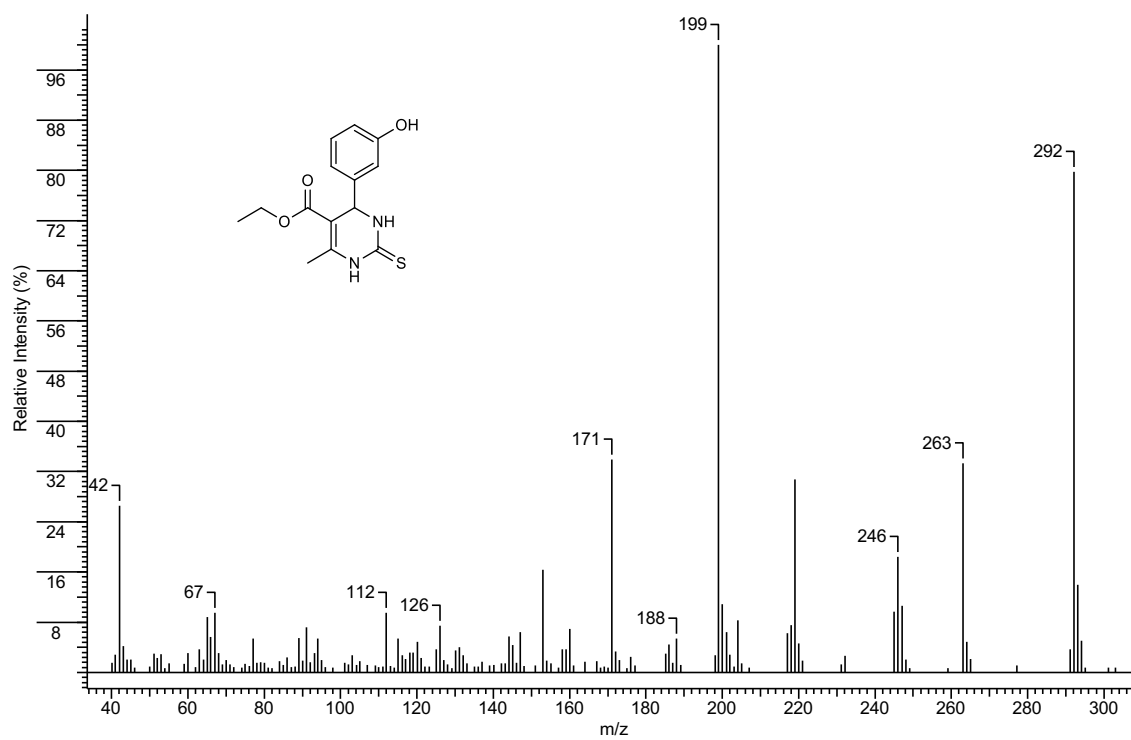
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 16

ppm	C
14,57	3''
17,69	7
54,51	4
60,12	2''
101,38	5
113,80	2'
115,16	4'
117,55	5'
130,00	6'
145,30	1'
145,38	6
158,00	3'
165,73	1''
174,77	2

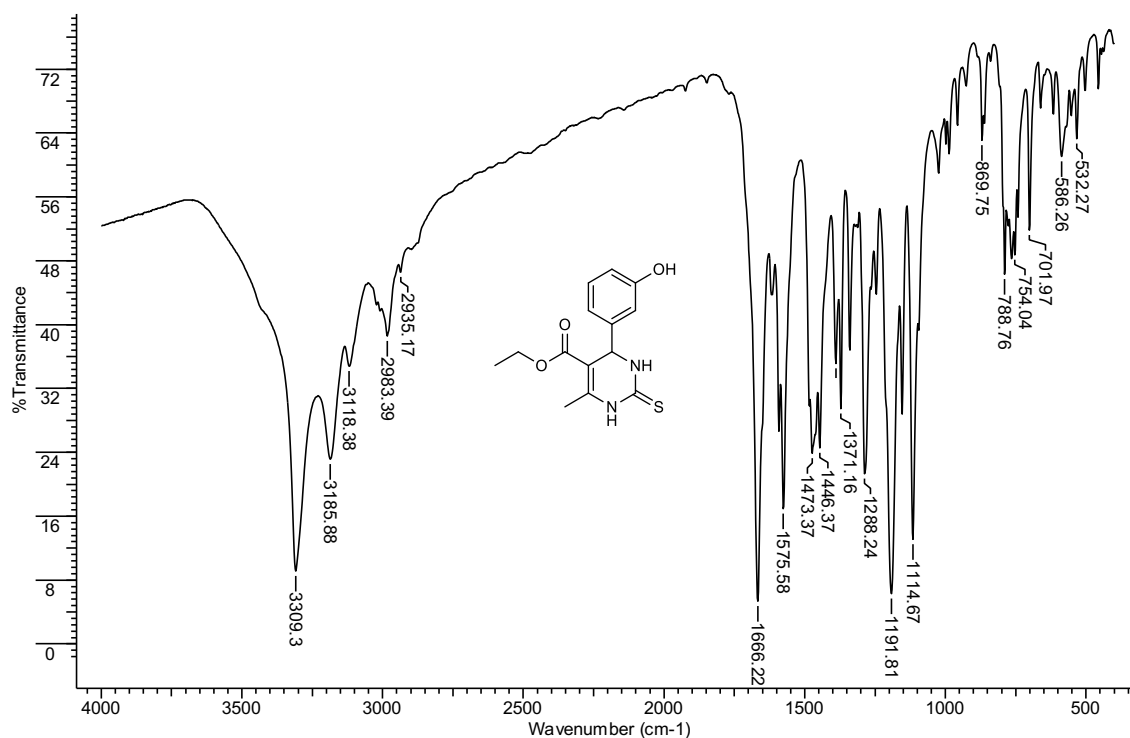
## DEPT 135 do Composto 16



## 6.16.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 16



## 6.16.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 16

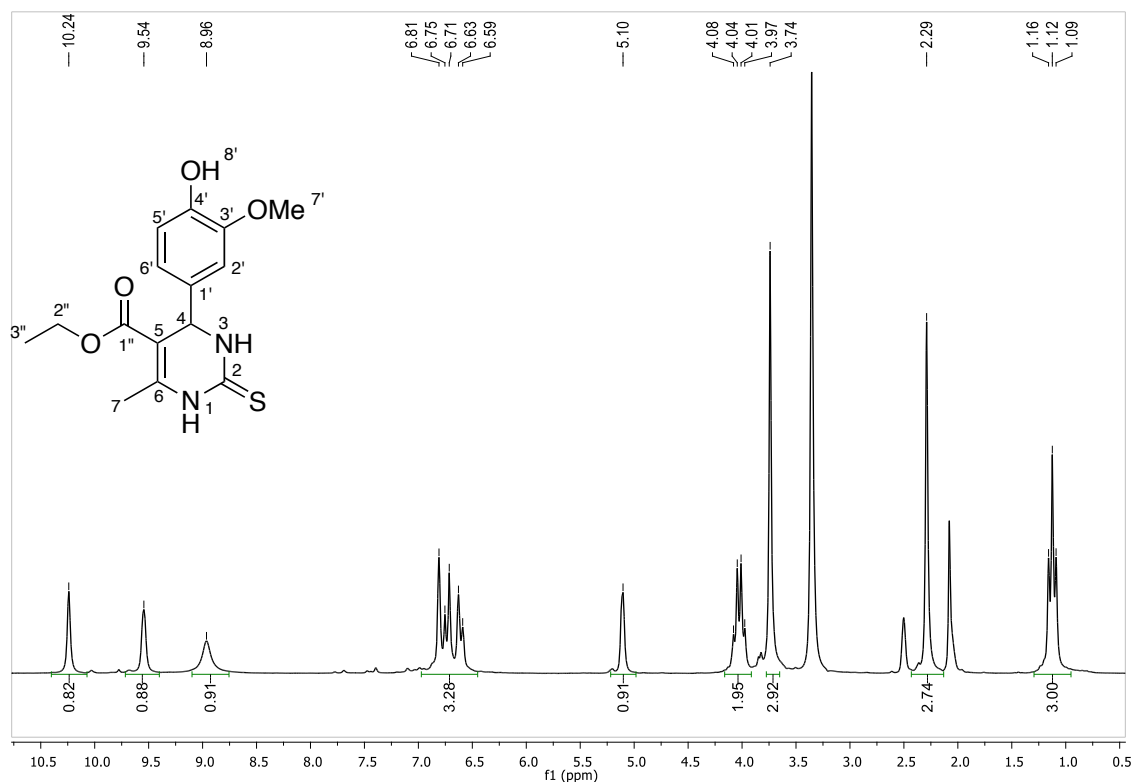


Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3309	O-H	E.S.
3185	N-H	E.S.
3118	N-H	E.S.
2983	CH <sub>3</sub>	E.A.
2935	CH <sub>2</sub>	E.S.
1666	C=O	E.S.
1575	C=C	E.S.
1473	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1371	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1191	-OOEt	E.A.
1114	EtO-	E.A.
869 a 532	Anel Aromático	D.A.

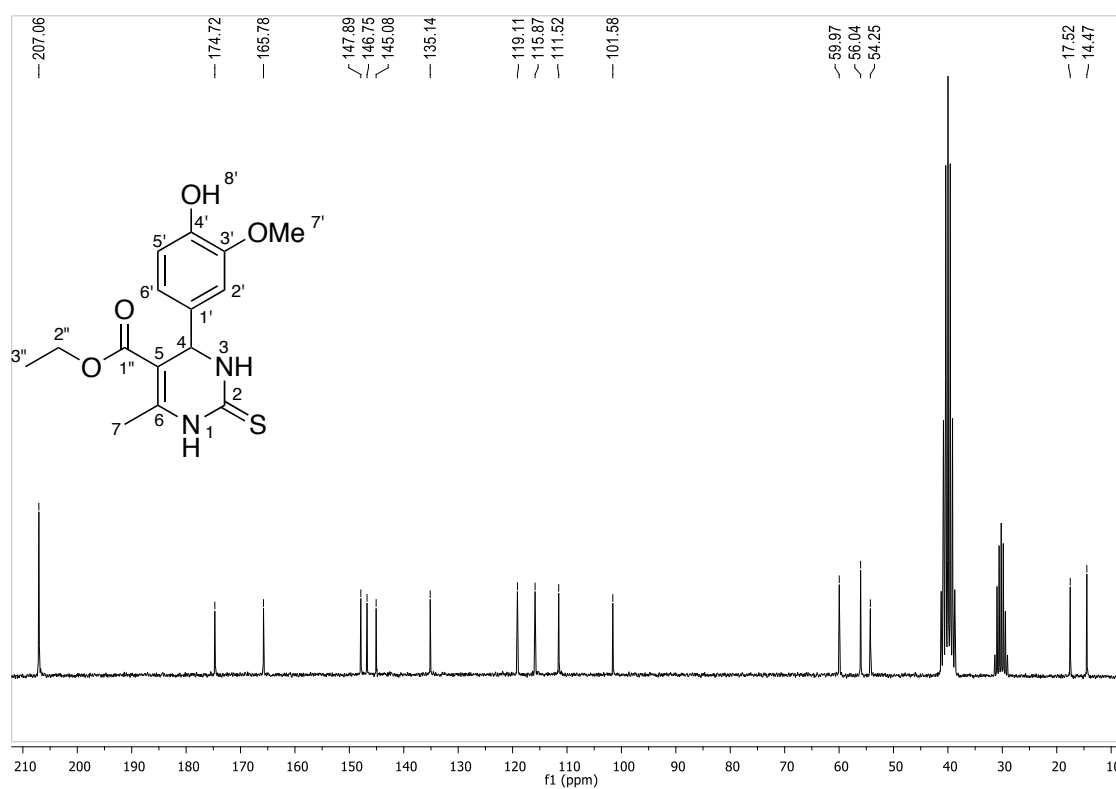
**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**

## 6.17 COMPOSTO 17

## 6.17.1 ESPECTROS DE RMN DO COMPOSTO 17

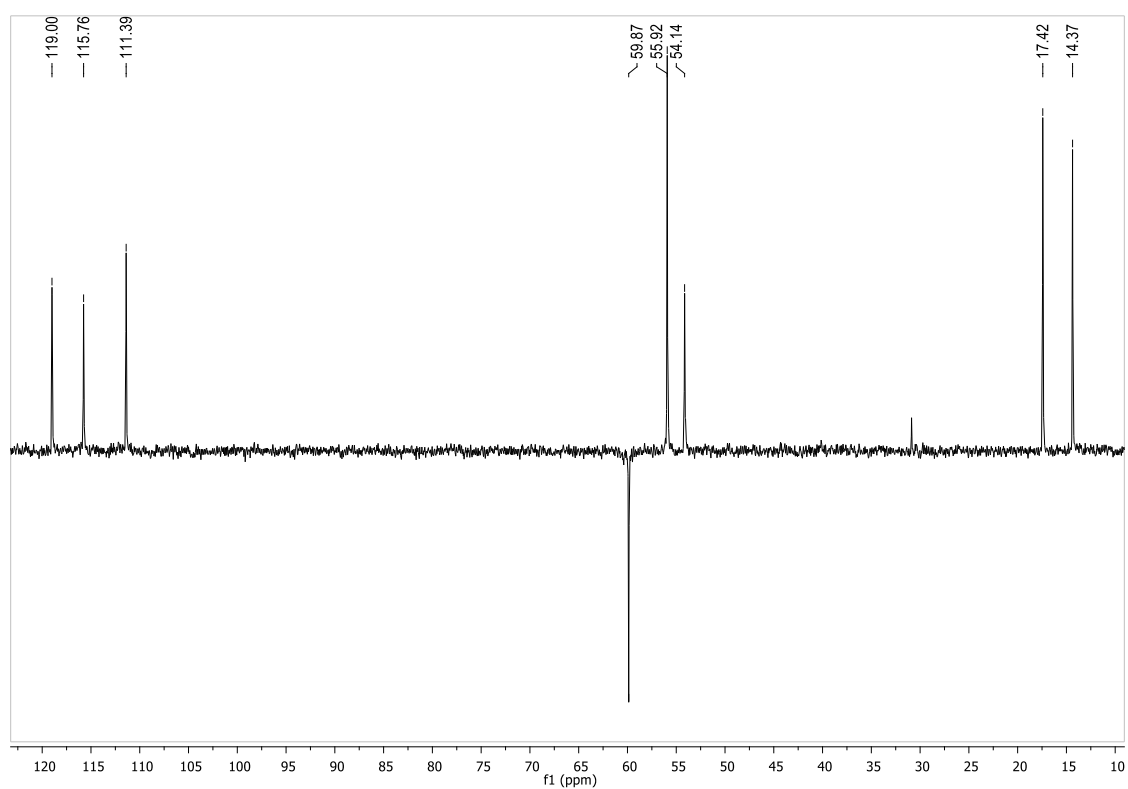
 $^1\text{H}$  RMN do Composto 17

$\delta$	H	Multiplicidade
1,12	3''	t, $J_{\text{H}3''\text{H}2''} = 7,0$ Hz
2,29	7	s
3,74	7'	s
3,97	2''	q, $J_{\text{H}2''\text{H}3''} = 7,0$ Hz
5,10	4	sl
6,61	6'	d, $J_{\text{H}6'\text{H}5'} = 7,8$ Hz
6,74	5'	d, $J_{\text{H}5'\text{H}6'} = 7,8$ Hz
8,96	2'	sl
9,59	3	sl
10,28	1	sl

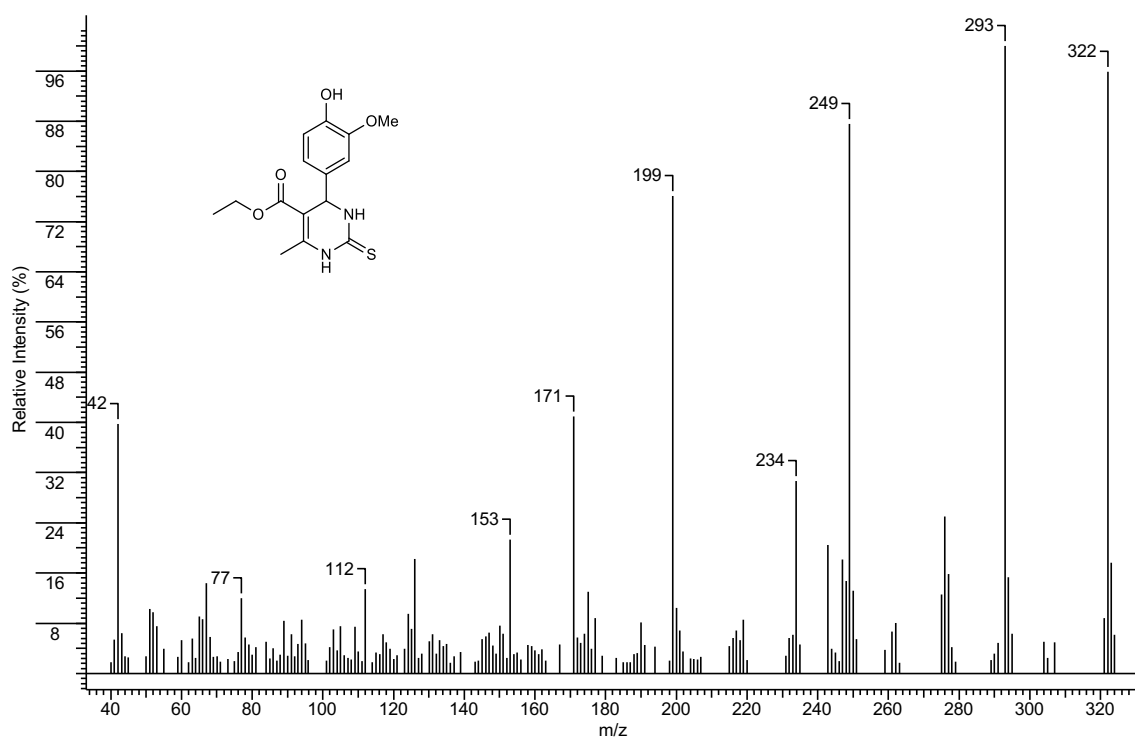
$^{13}\text{C}$  RMN do Composto 17

ppm	C
14,47	3''
17,52	7
54,25	4
56,04	7'
59,97	2'
101,58	5
111,52	2'
115,87	5'
119,11	6'
135,14	1'
145,08	4'
146,76	3'
147,89	6
165,78	1''
174,72	2

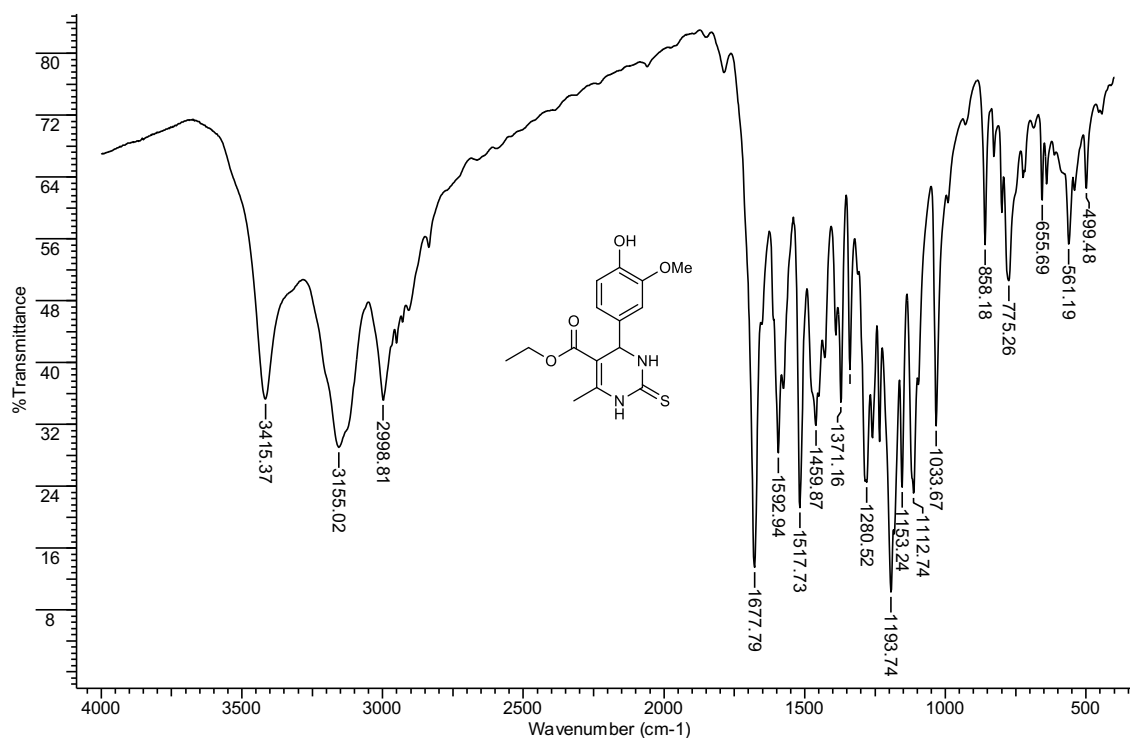
## DEPT 135 do Composto 17



## 6.17.2 ESPECTRO DE MASSA DO COMPOSTO 17



## 6.17.3 ESPECTRO DE INFRAVERMELHO DO COMPOSTO 17



Frequência (cm <sup>-1</sup> )	Vibração da Ligação	Modos vibracionais
3415	O-H	E.S.
3155	N-H	E.S.
2998	N-H	E.S.
1677	C=O	E.S.
1592	C=C	E.S.
1459	CH <sub>2</sub>	Tesoura (D.A.)
1371	CH <sub>3</sub>	Guarda – chuva (D.A.)
1280 e 1033	-OMe	E.S.
1193	-OOEt	E.A.
1112	EtO-	E.A.
858 a 499	Anel Aromático	D.A.

**E.S. = Estiramento Simétrico**  
**E.A. = Estiramento Assimétrico**  
**D.A. = Dobramento Angular**