

INSERÇÃO C-H DE CARBENÓIDES DE RÓDIO EM ÁGUA E REUTILIZAÇÃO DO CATALISADOR

Nuno R. Candeias, Pedro M. P. Gois e Carlos A. M. Afonso*

Departamento de Engenharia Química e Biológica, Instituto Superior Técnico, 1049-001 Lisboa, Portugal

Neste documento encontram-se vários espectros da β -lactama sintetizada. As Figuras 5S-8S referem-se às experiências de reutilização do catalisador. A caracterização da β -lactama *trans* foi feita durante o processo de optimização das condições experimentais. Após termos executado a reacção nas condições experimentais descritas (1 mol % de catalisador, água, 80 °C, 24 h) a água foi evaporada e a diastereoselectividade determinada foi de 1:1,3 *cis/trans* (Figura 9S). Esta diferença de selectividades pode dever-se à epimerização do isómero *cis* para o isómero *trans* (mais estável) durante o processo de evaporação da água.

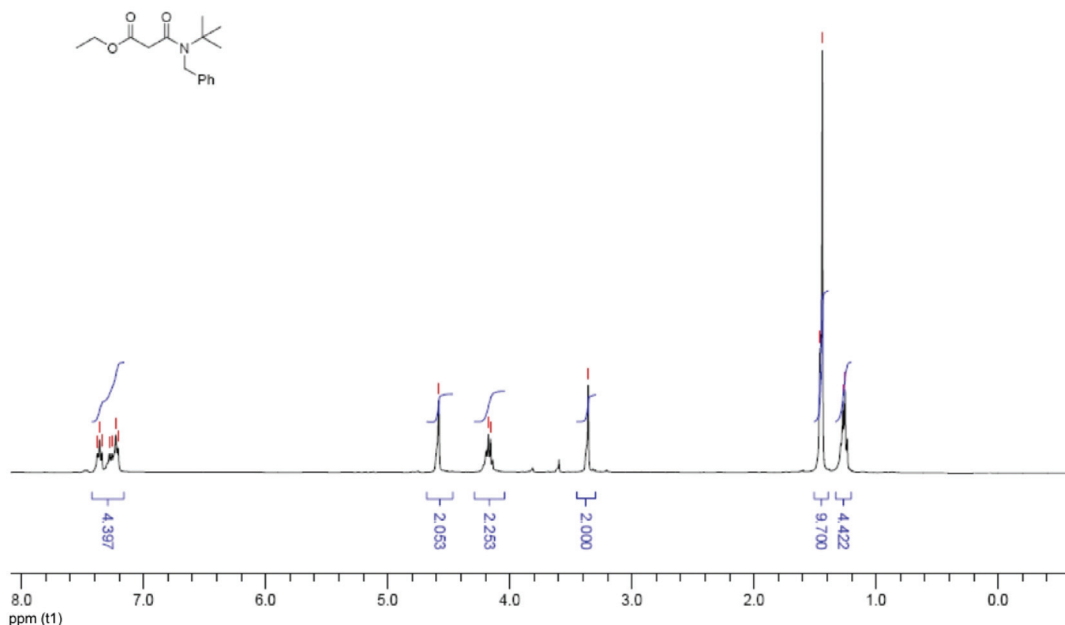


Figura 1S. Espectro ^1H RMN (em CDCl_3) de N-benzil-N-terc-butil- α -etóxicarbonil acetamida 5

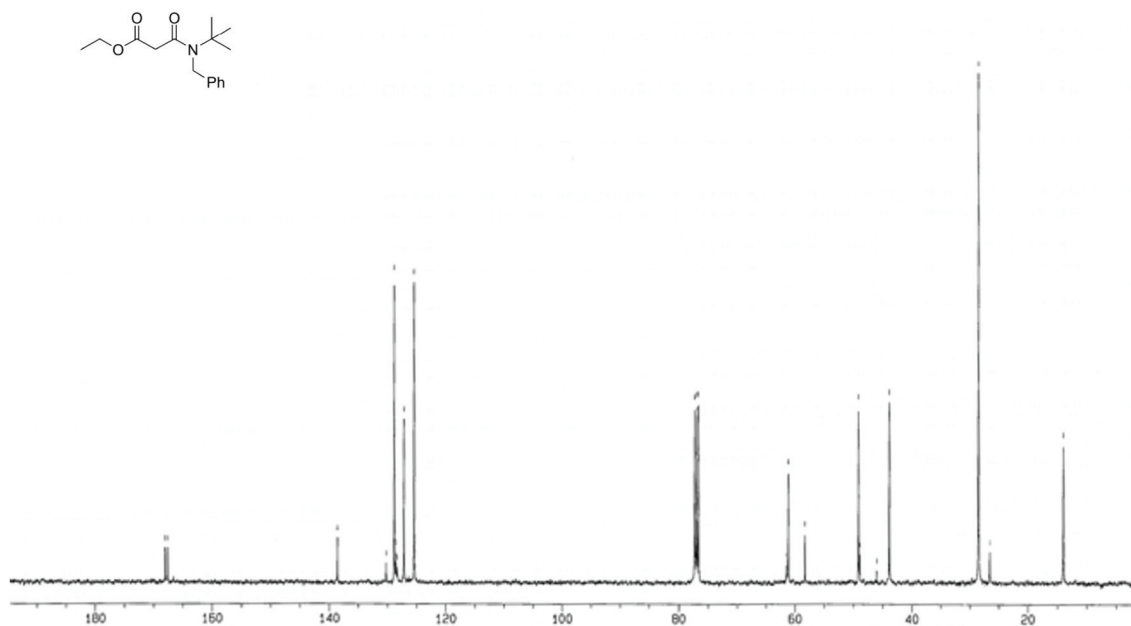


Figura 2S. Espectro ^{13}C RMN (em CDCl_3) de N-benzil-N-terc-butil- α -etóxicarbonil acetamida 5

*e-mail: carlosafonso@ist.utl.pt

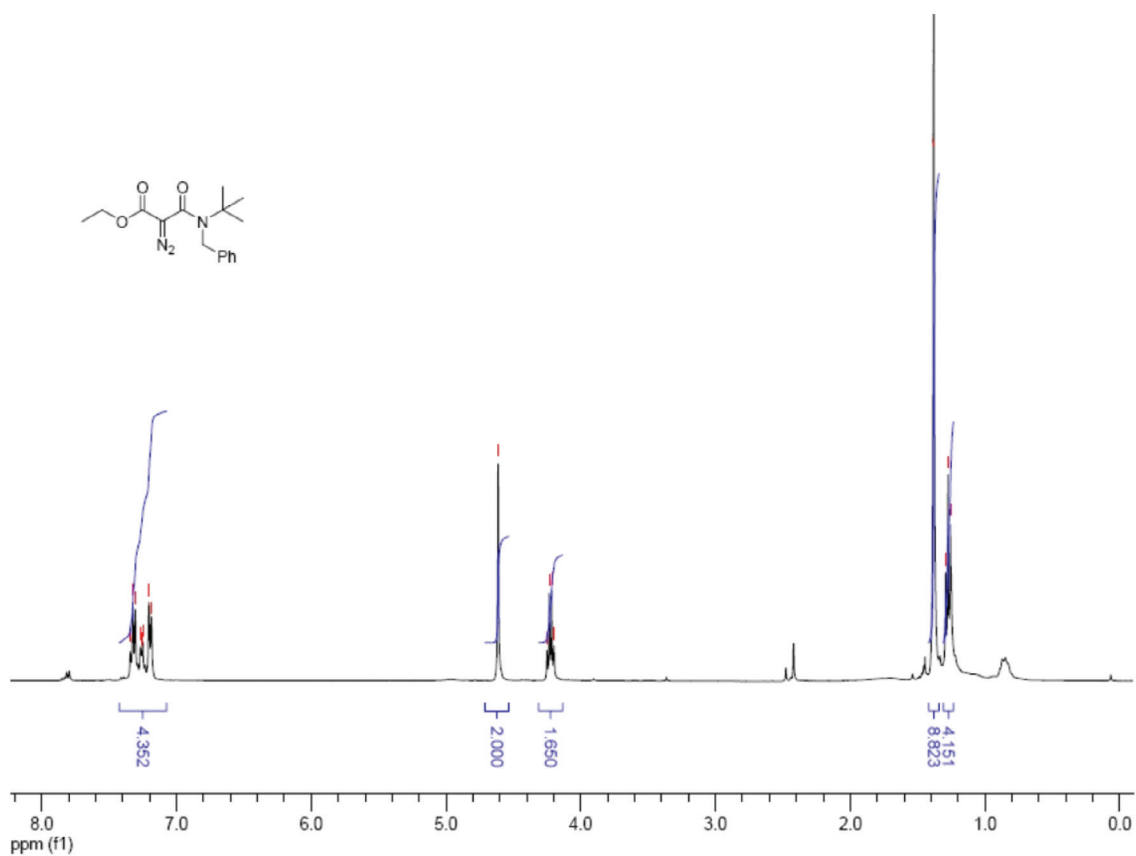


Figura 3S. Espectro ¹H RMN (em CDCl₃) de N-benzil-N-terc-butil-α-diazo-α-etóxicarbonil acetamida 6

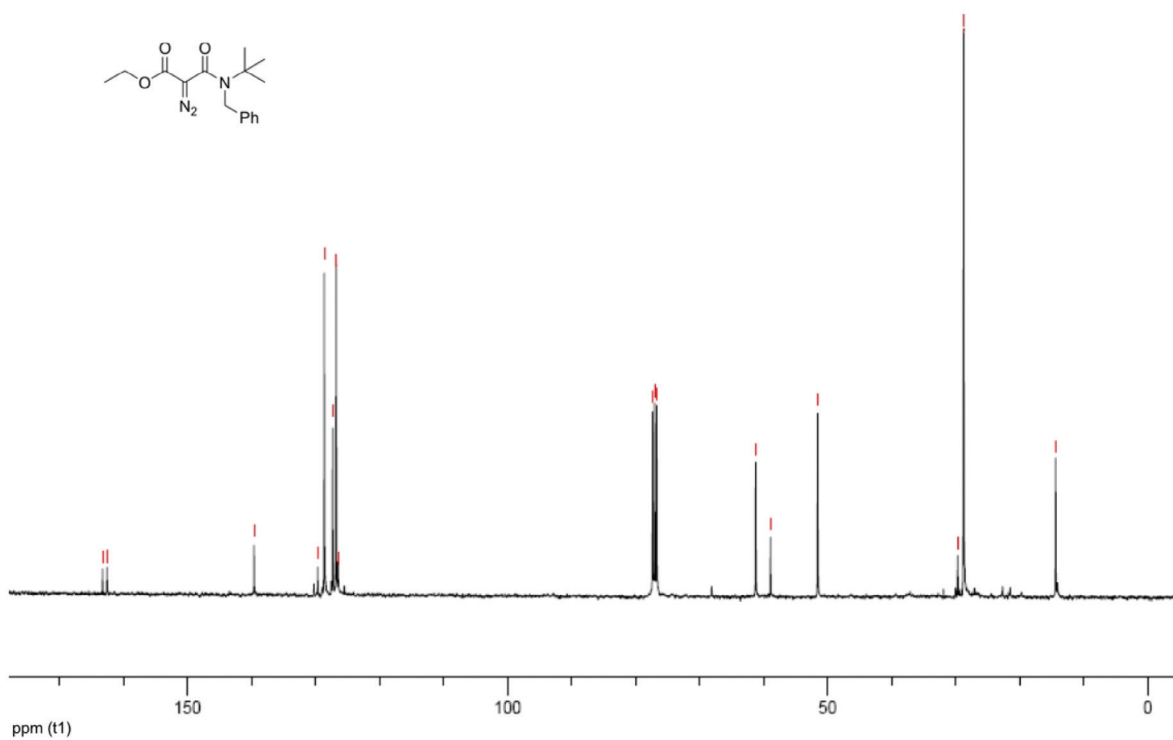


Figura 4S. Espectro ¹³C RMN (em CDCl₃) da N-benzil-N-terc-butil-α-diazo-α-etóxicarbonil acetamida 6

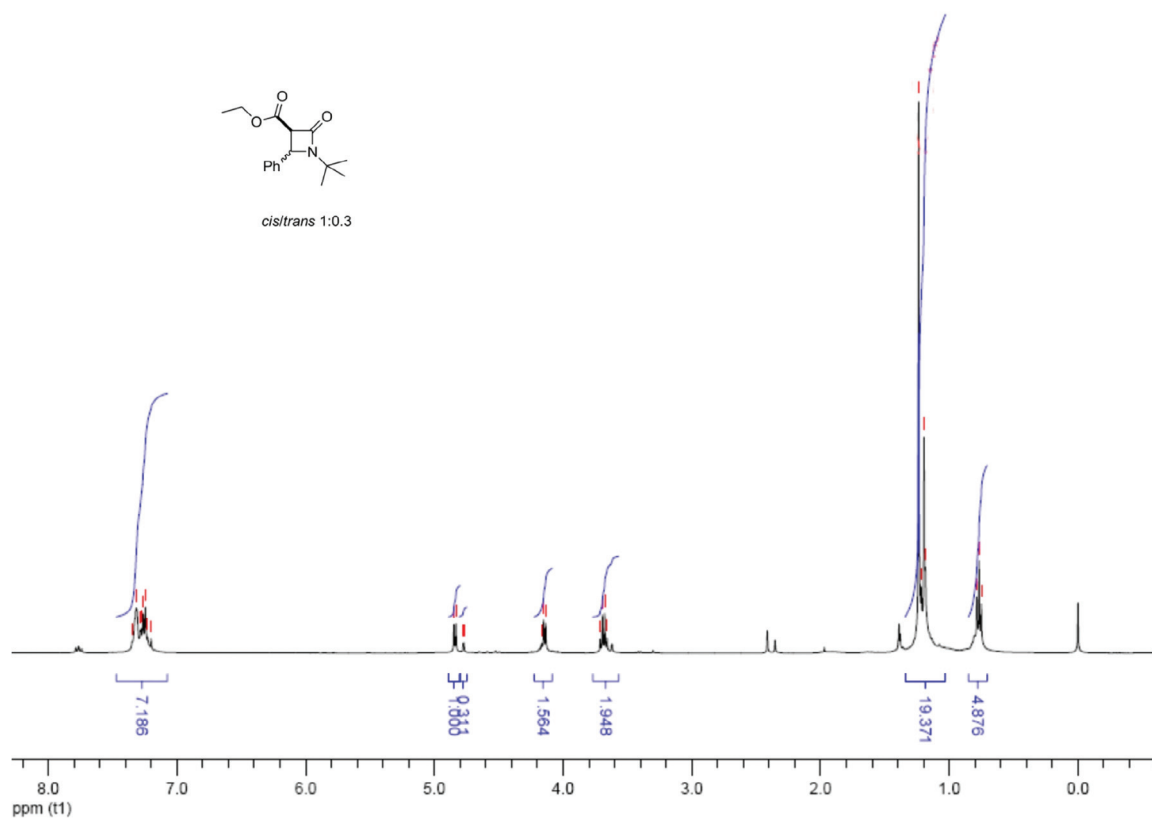


Figura 5S: Espectro ¹H RMN da extração antes da reciclagem do sistema catalítico (em CDCl₃) de N-terc-butil-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama **8** (antes da epimerização em alumina neutra) obtido pelos alunos

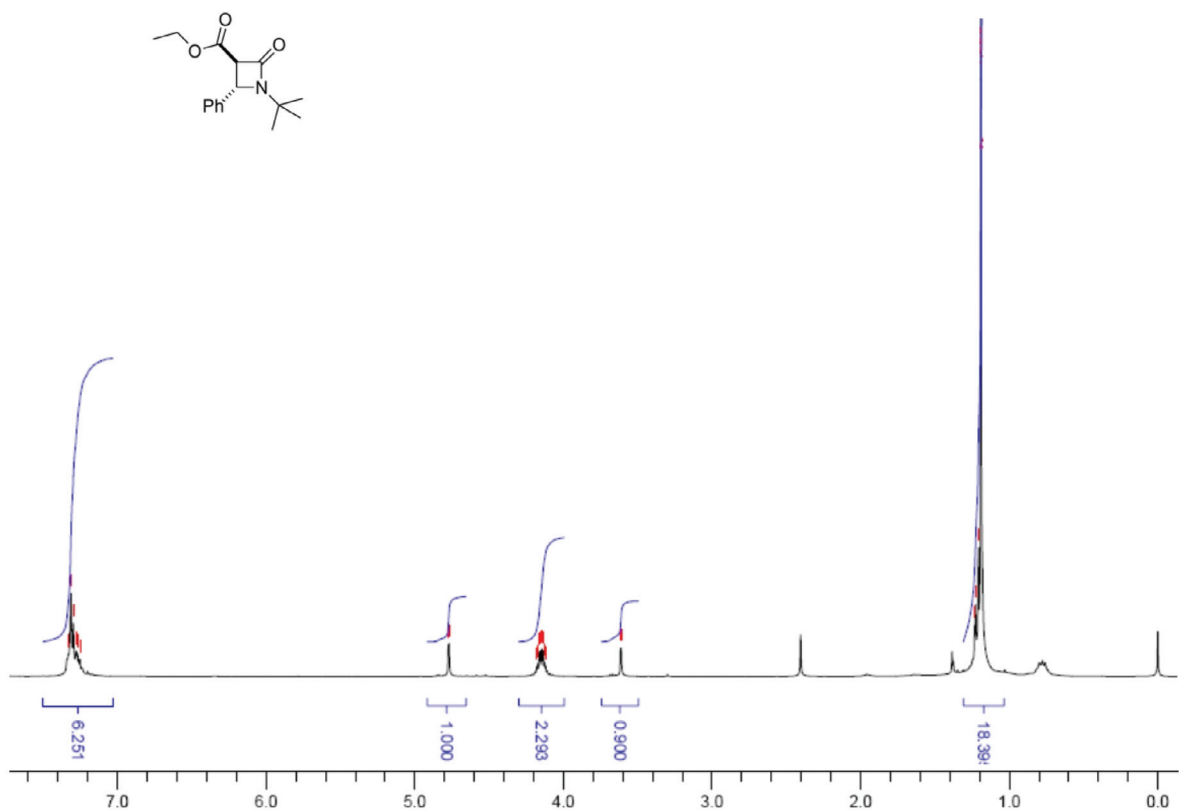


Figura 6S: Espectro ¹H RMN do primeiro ciclo (em CDCl₃) da N-terc-butil-trans-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama **8** isolada (após epimerização em alumina neutra) obtido pelos alunos

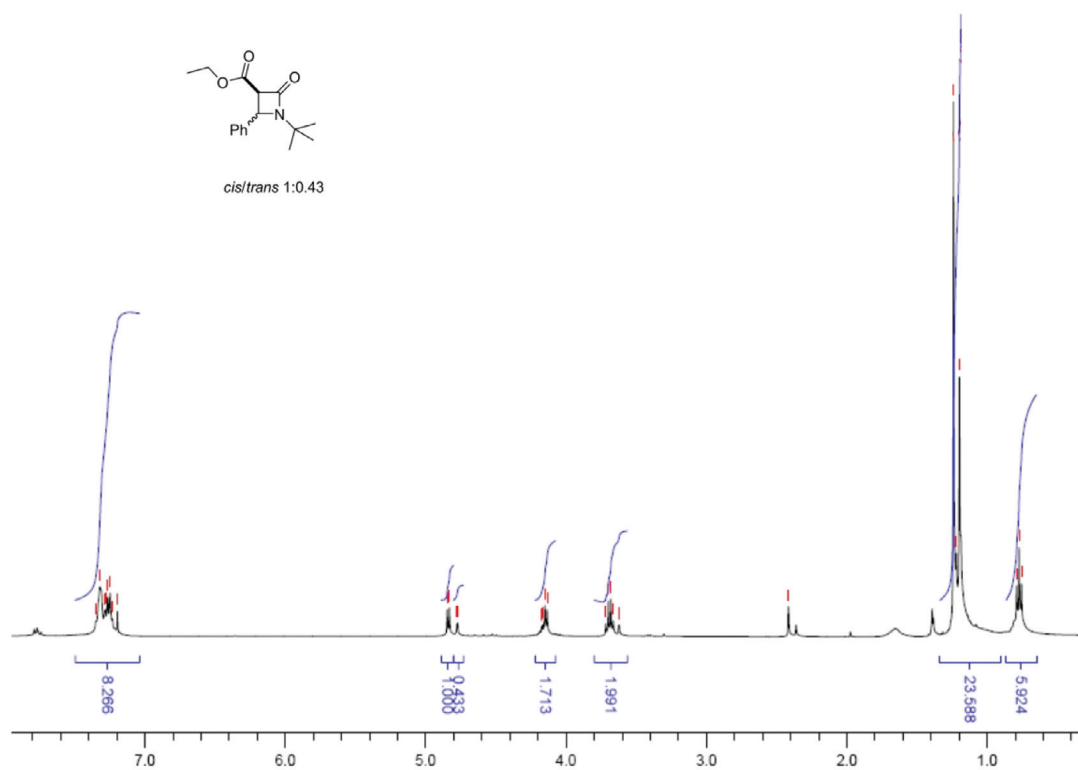


Figura 7S: Espectro ^1H RMN da extração após reciclagem do sistema catalítico (2º ciclo) (em CDCl_3) de N-terc-butil-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama **8** (antes da epimerização em alumina neutra) obtido pelos alunos

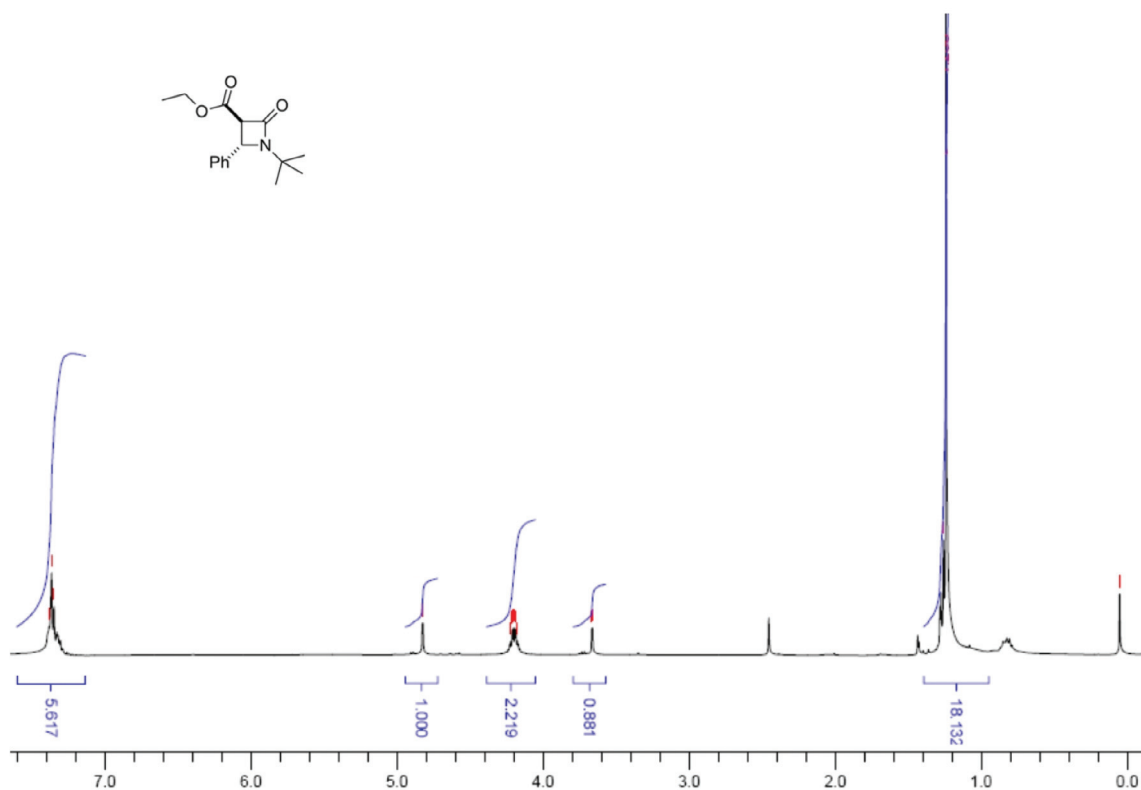


Figura 8S: Espectro ^1H RMN do segundo ciclo (em CDCl_3) da N-terc-butil-trans-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama **8** isolada (após epimerização em alumina neutra) obtido pelos alunos

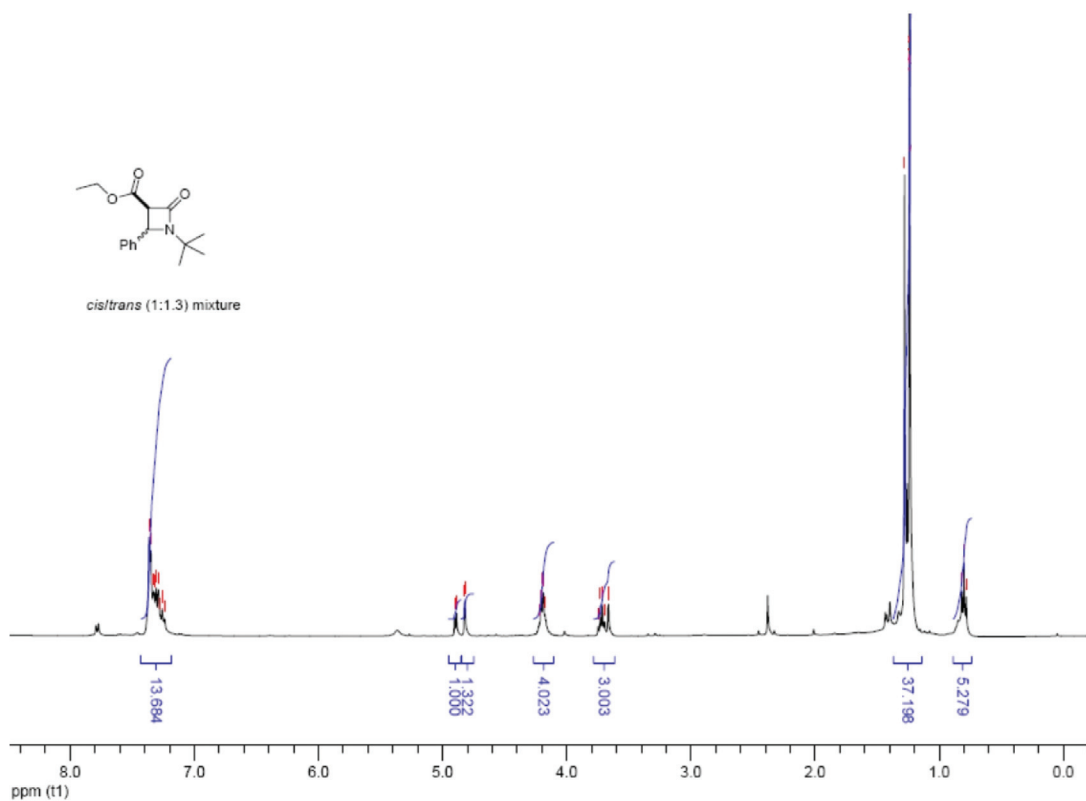


Figura 9S. Espectro ^1H RMN da mistura reaccional após evaporação da água (em CDCl_3) da ciclização da *N*-benzil-*N*-terc-butil- α -díazocarbonil acetamida **6**

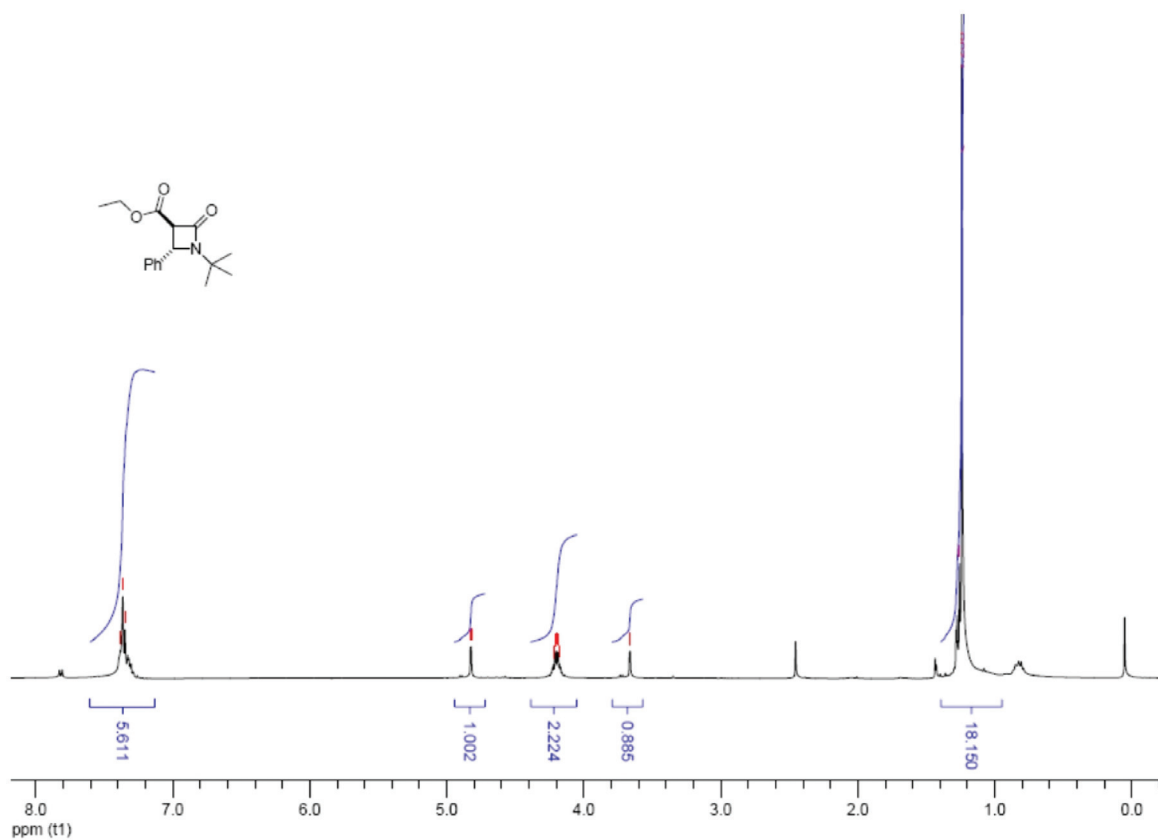


Figura 10S. Espectro ^1H RMN (em CDCl_3) de *N*-terc-butil-*trans*-1-etóxicarbonilfenil- β -lactama **8** (após epimerização em alumina neutra)

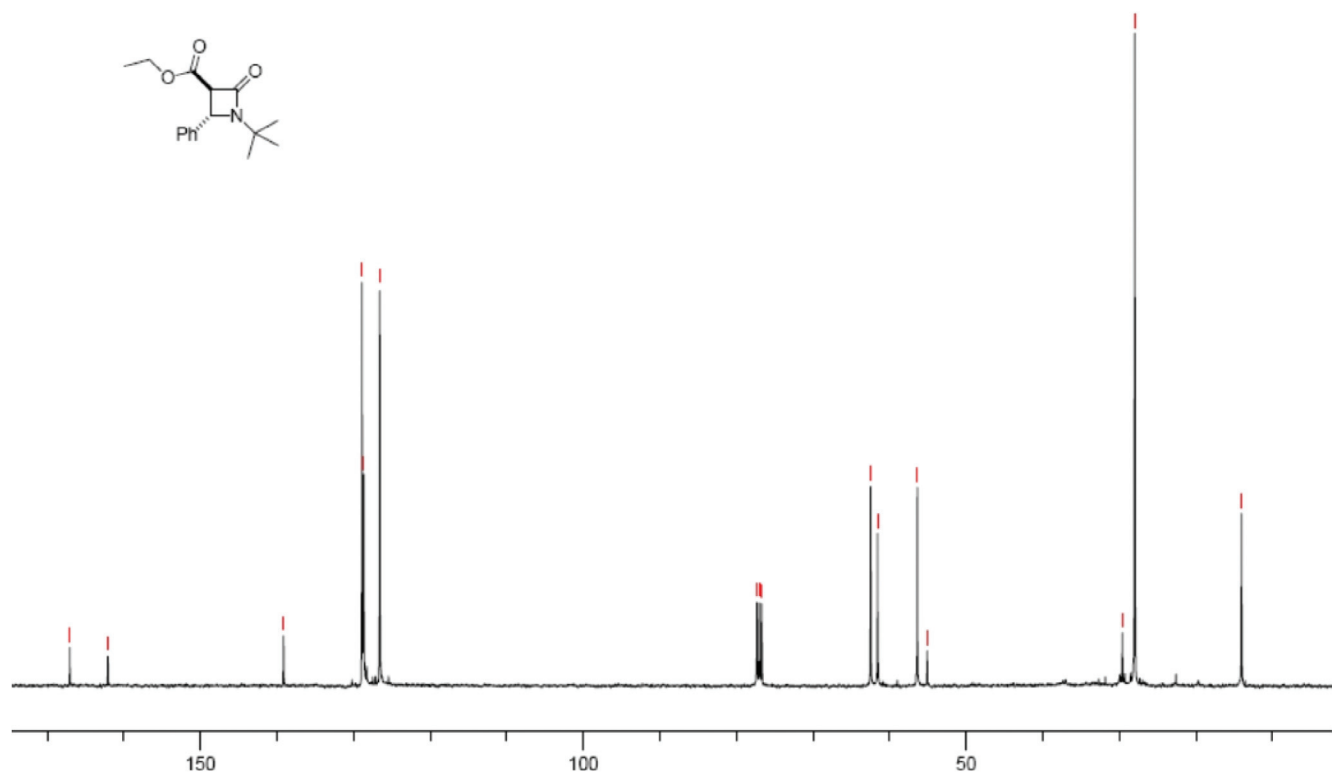


Figura 11S. Espectro ¹³C RMN (em CDCl₃) de N-terc-butil-trans-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama 8 (após epimerização em alumina neutra)

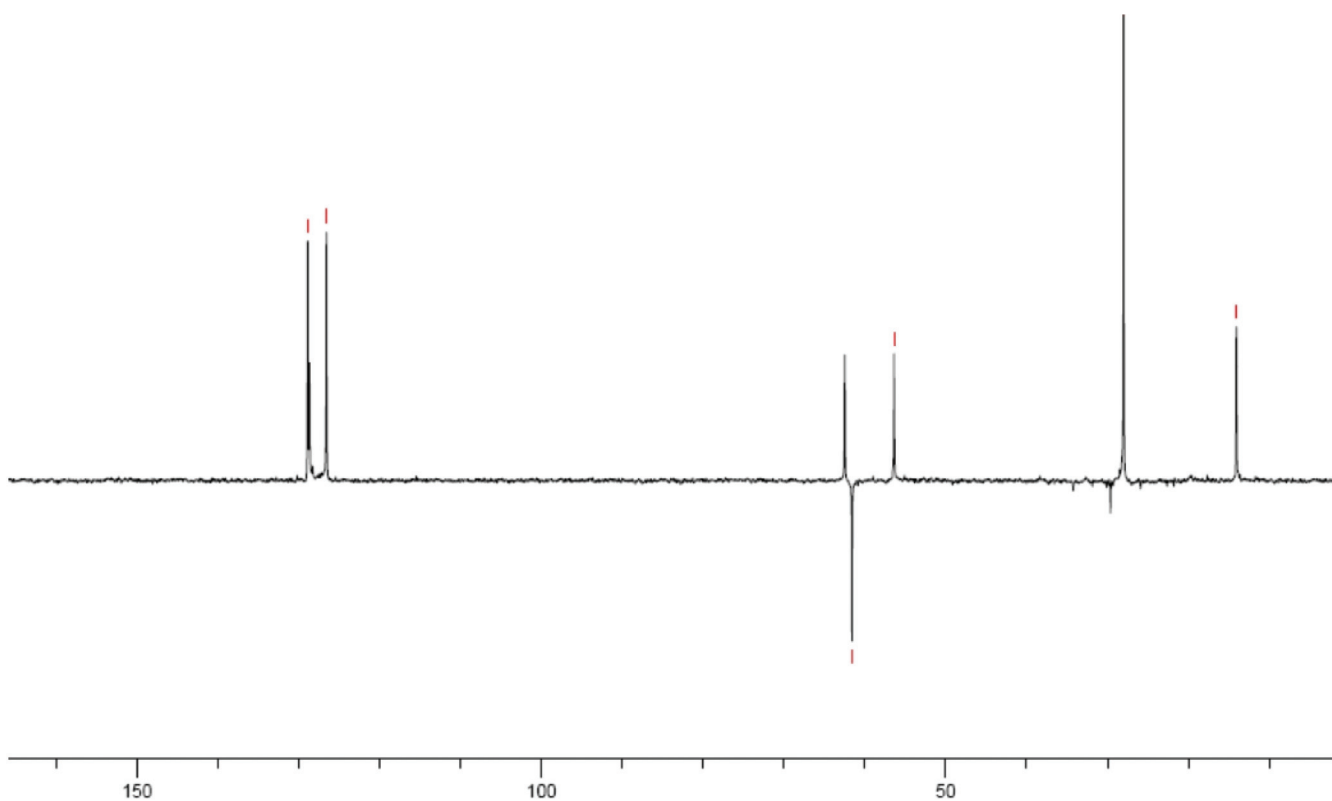


Figura 12S: Espectro DEPT RMN (em CDCl₃) de N-terc-butil-trans-1-etóxicarbonilfenil-β-lactama 8

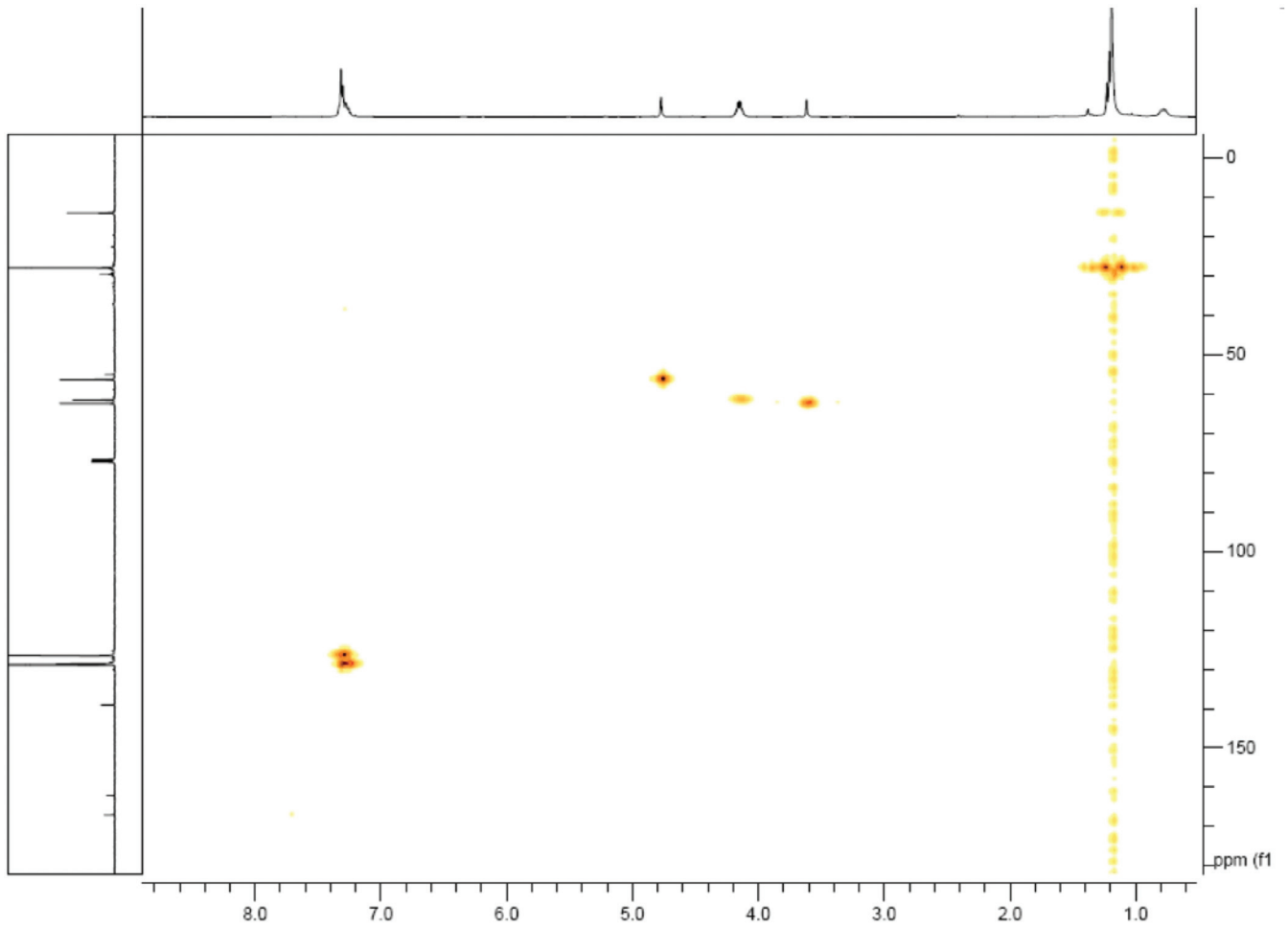


Figura 13S: Espectro HMQC (em CDCl_3) de N-terc-butil-trans-1-etóxicarbonilfenil- β -lactama 8